

PACS: 71.10.-W

В.А. Надточий<sup>1</sup>, И.В. Жихарев<sup>1,2</sup>, Н.Н. Голоденко<sup>1</sup>, Н.С. Киселев<sup>1</sup>

РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ  
В ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ  
И КРЕМНИЯ, ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПРИ 310 К

<sup>1</sup>Славянский государственный педагогический университет  
84116, Донецкая обл., г. Славянск, ул. Ген. Батюка, 19

E-mail: slavgpi@slav.dn.ua

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
83114, г. Донецк, ул. Р. Люксембург, 72

*Использован метод рентгеновской дифракции в стандартной геометрии Вульфа–Брэгга для исследования плотности дефектов в приповерхностных слоях деформированных монокристаллов германия и кремния. Исследования поверхности рентгеновских максимумов в системе подвижного образца и неподвижного детектора показали, что распределения интенсивностей пучков, отраженных от поверхностей деформированных и недеформированных кристаллов, отличаются. По виду кривых распределения интенсивностей в максимуме рентгеновских рефлексов эталонного и исследуемого образцов можно дать качественную оценку увеличения плотности дефектов.*

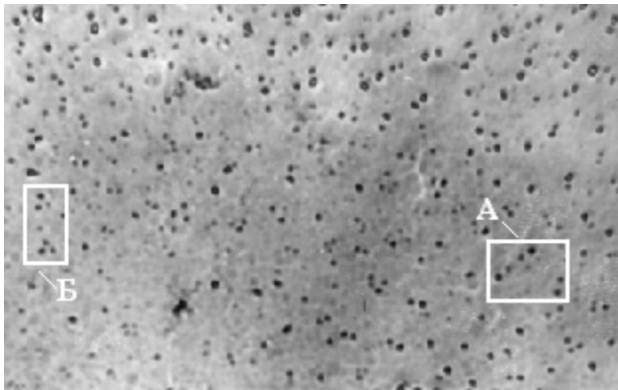
Рентгеновские исследования приповерхностных слоев монокристаллов и пленочных структур в настоящее время проводятся преимущественно с использованием двух- и трехкристальной методик [1–4]. Эти методы основаны на динамической теории рассеяния рентгеновских лучей в кристалле.

В рамках представленной работы была оценена возможность применения метода рентгеновской дифракции, основанного на кинематическом рассеянии, для исследования дефектов в приповерхностных слоях монокристаллов германия и кремния.

Использовали монокристаллические германий (ГЭ-45Г3) и кремний (КЭС-0.1). Образцы вырезали в форме прямоугольных призм с размерами ребер 4×4.5×10 mm, ориентированных соответственно по направлениям [111], [112] и [110].

Исследуемые образцы были подвергнуты одноосному сжатию в направлении [110]. Деформацию осуществляли циклами сжатия-разгрузки при  $T = 310$  К. Максимальное напряжение достигало 400 МПа, время одного цикла составляло 2 h, а полное время испытаний – 24 h. Одновременно с циклической деформацией образцы облучали ультразвуком на частоте 22.5 kHz при мощности 5 W.

Структурные исследования на деформированных образцах проводили оптическим и рентгенодифракционным методами. На рис. 1 представлен металлографический снимок образовавшихся дефектов структуры в Ge, выявленный избирательным химическим травлением. Наблюдаются ямки травления дислокационных полупетель (А) или триады ямок (Б), одна из которых в триаде соответствует включению, порождающему дислокационную петлю по механизму, описанному в работе [5]. Кроме того, деформация сопровождается интенсивным образованием кластеров, которые травлением не выявлены. Плотность структурных дефектов существенно неравномерна из-за неоднородности распределения напряжений: она максимальна у ребер и понижена в средней части боковых поверхностей образца. На основании оптических наблюдений и электрических измерений было показано [5], что в средней части боковых поверхностей образцов в Ge дислокации зарождаются в приповерхностном слое толщиной 5–10  $\mu\text{m}$ , а толщина слоя, содержащего дислокации у ребер при указанных выше условиях деформации, может достигать 40–50  $\mu\text{m}$ . Для Si глубина зарождения дислокаций на несколько микрометров меньше.



**Рис. 1.** Оптический снимок боковой грани (111) образца Ge ( $\times 800$ ). На структуре видны дислокационные петли, выходящие на поверхность

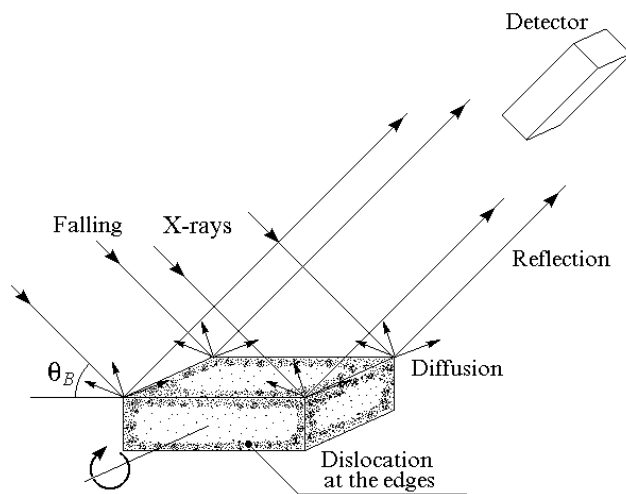
Источниками дислокаций являются различного рода концентраторы напряжений в виде кислородных включений  $\text{GeO}_x$  или  $\text{SiO}_x$  для Ge и Si соответственно, поверхностные микровыступы, ямки травления на поверхности образцов и др.

Специфическая и определяющая роль поверхности в размножении дислокаций заключается в том, что она, будучи мощным источником и стоком вакансий, интенсифицирует процессы переползания (неконсервативного движения) дислокаций – единственно возможного механизма микропластичности при низких температурах и напряжениях в кристаллах Ge и Si, обладающих высоким потенциальным рельефом Пайерлса [6].

Рентгеновские исследования по определению относительного увеличения плотности дефектов проводили на дифрактометре ДРОН-3 со специальной монокристаллической приставкой. Сначала были сняты рентгенограммы отражений от плоскостей (111) деформированного (исследуемого) и недеформированного (эталонного) образцов германия. После этого сравнивали дифракционные максимумы на двух рентгенограммах. Разность в интегральной интенсивности оказалась в пределах погрешности измерений. Из теории рас-

сеяния рентгеновских лучей следует, что при плотности дислокаций порядка  $10^2\text{--}10^4\text{ см}^{-2}$  увеличение интегральной интенсивности стандартными методами рентгеноструктурного анализа обнаружить практически невозможно [7]. Таким образом, можно заключить, что пластическая деформация, которой были подвергнуты образцы, вызвала увеличение плотности дислокаций в среднем по поверхности не более  $10^4\text{ см}^{-2}$ .

В гониометрическую приставку поочередно помещали те же образцы, но измерения проводили в системе неподвижного детектора и подвижного образца, как показано на рис. 2. Направление падающего излучения ориентировалось в интервале углов, близких к углу Брэгга. Рентгенограммы для образцов Ge и Si, полученные этим методом, приведены на рис. 3.



**Рис. 2.** Схема эксперимента в системе подвижный образец–неподвижный детектор. Точками на гранях образца изображены выходы на поверхность кристалла дислокационных полупетель. Их плотность велика у ребер и понижена в центре граней

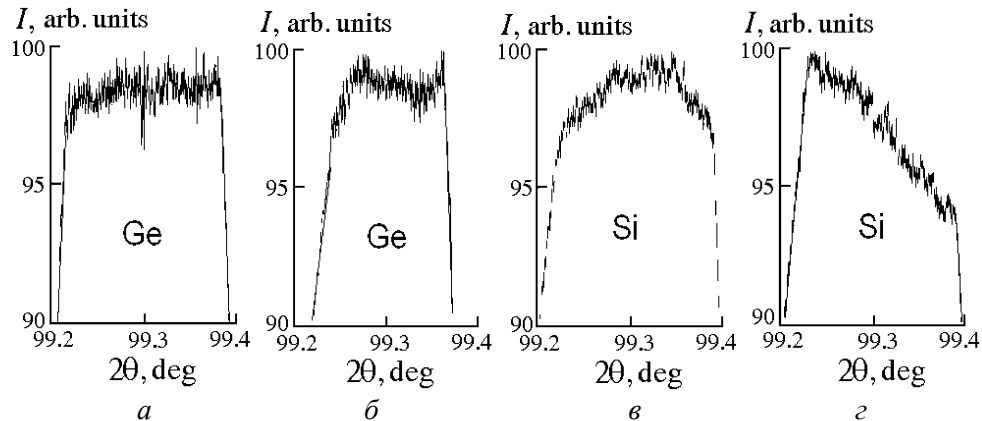
Кривые распределения интенсивности дифрагированного излучения по углу склонения счетчика могут характеризовать увеличение плотности дефектов.

Из динамической теории рассеяния рентгеновских лучей следует, что величина длины экстинкции, характеризующей глубину проникновения рентгеновских лучей в кристалл при углах склонения, достаточно близких к углу Брэгга, составляет обычно всего несколько микрометров. Таким образом, можно утверждать, что полученные рентгенограммы несут информацию именно о приповерхностном слое образца на толщинах порядка нескольких микрометров.

Как видно из рис. 3, б, г, распределения интенсивностей пучков, отраженных от поверхностей деформированных кристаллов, имеют более резкие перепады. Так, для недеформированного образца германия кривая интенсивности имеет форму плато, а у деформированного образца такого относительного равенства интенсивностей уже не наблюдается.

Объяснить появление резких спадов в интенсивности волны, отраженной от поверхности деформированного кристалла, можно следующим образом. Присутствие в кристалле разного типа дефектов, как источников некогерентного рассеяния, приводит к ослаблению интенсивности отраженной волны в

определенных направлениях (см. рис. 2). Таким образом, увеличение плотности дефектов, ослабляющих интенсивность отраженной волны преимущественно в одном направлении, приводит к возникновению на полученных рентгенограммах участков с резким спадом интенсивности. По относительному контрасту на такой кривой можно фиксировать сам факт увеличения плотности дефектов, но дать количественную оценку этой величины затруднительно.



**Рис. 3.** Кривые распределения интенсивности отраженного излучения в максимуме рентгеновского пика: *a* – Ge недеформированный, *б* – Ge после деформации, *в* – образец Si после деформации, *г* – тот же образец Si после удаления химическим травлением дефектного поверхностного слоя толщиной 100  $\mu\text{m}$ .

1. P.J. Halfpenny, G.S. Green, B.K. Tanner, J. Phys. **D26**, 1 4A–C, A65 (1993).
  2. A.P. Petracov, N.A. Tikhonov, S.V. Shilov, A.V. Shirokov, Поверхность 1 4, 321 (1996).
  3. Н.К. Сорокина, Вестник Мордовского университета № 3, 48 (1996).
  4. В.А. Сухинин, Л.М. Герт, Д.С. Горный, Заводская лаборатория **49**, № 7, 40 (1983).
  5. В.А. Надточий, Н.К. Нечволод, Д.Г. Сущенко, ФТВД **11**, № 1, 104 (2001).
  6. В.П. Алехин, Физика прочности и пластичности поверхностных слоев материалов, Наука, Москва (1983).
  7. В.И. Иверонов, Г.П. Ревкевич, Теория рассеяния рентгеновских лучей, Московский университет (1972).
  8. А.М. Афанасьев, П.А. Александров, Р.М. Имамов, Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев, Наука, Москва (1989).
- V.A. Nadtochy, I.V. Zhikharev, N.N. Golodenko, N.S. Kiselev

#### X-RAY INVESTIGATION OF STRUCTURE DEFECTS IN SUBSURFACE LAYERS OF GERMANIUM AND SILICIUM SINGLE CRYSTALS DEFORMED AT 310 K

X-ray diffraction method in standard Bragg geometry was used to investigate the density of defects in subsurface layers of deformed Ge and Si single crystals. X-ray maxima distribution was explored in the movable sample and motionless detector system. It was shown that intensity distributions of X-ray beams reflected from the surfaces of deformed and undeformed samples were different. Qualitative estimation of defects density in deformed crystal

can be made by examination of X-ray reflexes intensity distributions on deformed and undeformed samples.

**Fig. 1.** Optical microscopy image of lateral face (111) of Ge single crystal ( $\times 800$ ). Dislocations loops coming to surface are seen

**Fig. 2.** Movable sample and motionless detector scheme. The outlets of the dislocations half-loops on crystal faces are shown by the points. The dislocation density is high at the edges and low at centers of the faces

**Fig. 3.** The intensity distributions of reflected radiation in X-ray peak maximum:  $\dot{a}$  – undeformed Ge;  $\acute{a}$  – Ge after deformation;  $\hat{a}$  – Si after deformation;  $\tilde{a}$  – the same Si single crystal after chemical etching of 100  $\mu\text{m}$  layer