

## ДИФРАКЦИЯ И РАССЕЯНИЕ ИОНИЗИРУЮЩИХ ИЗЛУЧЕНИЙ

УДК 538.911

### ИСПОЛЬЗОВАНИЕ БЕЛОГО СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

© 2011 г. Т. С. Аргунова, А. Г. Забродский, Л. М. Сорокин, Н. В. Абросимов<sup>1,2</sup>, Дж. Х. Дже<sup>3</sup>

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

E-mail: argunova2002@mail.ru

<sup>1</sup>Институт роста кристаллов, Берлин, Германия

<sup>2</sup>Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Россия

<sup>3</sup>Университет науки и технологии, Поханг, Корея

Поступила в редакцию 16.03.2011 г.

Немонохроматическое (“белое”) синхротронное излучение с высокой пространственной когерентностью позволяет одновременно использовать разные виды взаимодействия рентгеновских лучей с веществом: дифракцию, преломление, поглощение, флуоресценцию. При этом изучение структуры материалов осуществляется путем регистрации в реальном времени высокоразрешающих изображений разных типов в идентичных условиях. Описано применение рентгеновских изображений для изучения структурного качества монокристаллических твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , выращенных методом Чохральского. Проведен анализ формирования и эволюции дефектной структуры в зависимости от содержания германия, а также связи структуры со свойствами. Эксперименты выполнены на источнике синхротронного излучения Pohang Light Source в г. Поханге, Республика Корея.

#### ВВЕДЕНИЕ

Источники синхротронного излучения (СИ) третьего поколения имеют малые угловые размеры и обеспечивают пучки с высокой пространственной когерентностью. Благодаря высокой интенсивности, непрерывному спектру, малой расходимости, поляризации и временной структуре СИ идеально подходит для регистрации разных типов изображений внутренней структуры материалов и тканей: дифракционных, фазово-контрастных, томографических. Разнообразие свойств СИ и простота экспериментального оборудования делает немонахроматический рентгеновский пучок функциональным и эффективным. Изображения можно получать в реальном времени, в натуральных условиях эксплуатации, *in-situ* и в процессе динамических экспериментов. Комплексную структурную информацию можно извлечь в процессе одного эксперимента, в одной геометрии и в идентичных условиях. Дифракционные изображения чувствительны к деформациям кристаллической решетки. Фазово-контрастные изображения фиксируют как слабые, так и резкие изменения показателя преломления и имеют разрешение на микроуровне. Томография реконструирует трехмерные изображения, полученные в основном благодаря поглощению. Однако скачки показателя преломления на краях объектов усиливают контраст.

Метод получения дифракционных изображений — топография — стала синхротронной с появлением первых источников СИ [1, 2]. На лабораторных источниках этот метод работает медленно и имеет ограничения по поглощению. Благодаря коротким экспозициям, возможности получать много отражений одновременно и менять поляризацию белое СИ идеально подходит для топографии. Вследствие большого расстояния источник–образец пучок становится широким и покрывает довольно большую площадь на образце. Временная структура СИ позволяет изучать циклические процессы. Общие принципы и примеры применения синхротронной топографии описаны в [3].

Первые фазово-контрастные изображения наблюдали в монохроматическом СИ с относительной шириной спектральной линии менее чем  $10^{-5}$  [4, 5]. Однако вскоре было показано, что для получения когерентных изображений от объектов с относительно малыми поперечными размерами такая большая степень монохроматичности не требуется [6]. Изображения можно получить с помощью монохроматора низкого разрешения [7] или даже совсем без монохроматора, т.е. в белом пучке СИ [8].

В данной работе дифракционные и фазово-контрастные изображения были получены от монокристаллов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  с целью исследования дефектов их структуры. Кристаллы высокого структурного качества диаметром до 50 мм и содер-

жанием Ge до 15% выращивают методом Чохральского [9]. Эти кристаллы находят применение в разных областях физики и техники: в синхротронной оптике [10], астрономии [11], солнечной энергетике [12] и электронике [13, 14]. В SiGe-электронике [15], как альтернатива эпитаксии, технология прямого сращивания кристаллических пластин SiGe и Si обеспечивает формирование структур SiGe/Si, перспективных как для  $p$ - $n$ -переходов [16], так и для подложек [17].

Исследование включало выявление границ двойников, анализ дислокаций, оценку плотности их распределения, эволюцию дефектной структуры с увеличением содержания германия и сравнение структуры со свойствами. Обнаружено, что с увеличением содержания Ge плотность дислокаций увеличивается от  $<10^2$  до  $10^6$  см $^{-2}$  при  $\sim 8$  ат. %. Однако двойникование приводит к понижению плотности дислокаций. В местах скопления дислокаций формируют малоугловые границы зерен, и материал становится структурно-неоднородным. Сравнение показало, что указанное выше ухудшение кристаллического совершенства не сказывается на измеренных при комнатной температуре свойствах. В направлениях, перпендикулярных оси роста, исследованный материал однороден по составу. Удельное электрическое сопротивление в структурно-неоднородных образцах ( $\geq 8$  ат. % Ge) практически постоянно по площади образцов.

### ОБЪЕКТЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЙ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Монокристаллы Si $_{1-x}$ Ge $_x$  диаметром 42 мм выращены методом Чохральского в Институте роста кристаллов (Германия). Концентрация германия изменялась от  $\sim 2$  до 8.5 ат. %. Образцы легированы бором до концентрации  $10^{15}$  см $^{-3}$  и имели  $p$ -тип проводимости. Они содержали кислород на уровне  $10^{17}$  см $^{-3}$ . Направление роста имело ориентацию  $\langle 111 \rangle$  (для  $0.02 < x < 0.08$ ) и  $\langle 100 \rangle$  ( $x = 0.085$ ). Образцы вырезались перпендикулярно направлению роста и полировались с обеих сторон до толщины 0.4 мм.

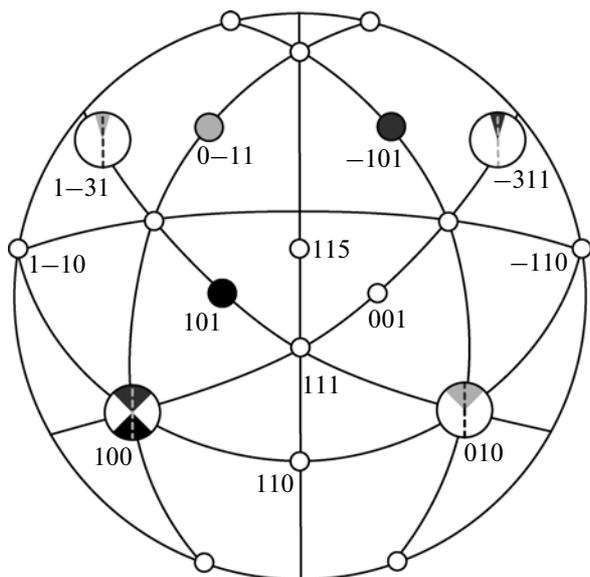
Эксперименты проводились на станции 7B2 – Рентгеновская микроскопия – источника СИ 3-го поколения Pohang Light Source в г. Поханге, Республика Корея. Поворотный магнит обеспечивал эффективный размер источника  $160 \times 60$  мкм ( $H \times V$ ) на расстоянии 34 м от образца. В исходном спектре энергия изменялась от 6 до 40 кэВ. Между источником и образцом не было никаких оптических элементов. Эффективный спектр определялся поглощением в Be окне и в самом образце [18].

Держатель образца обеспечивал трансляцию вдоль трех осей координат с точностью  $\pm 0.1$  мм, плюс наклоны и повороты образца. Точность поворотов гониометра была  $0.001^\circ$ . Расстояние от детектора до образца изменялось от 5 мм до 1.5 м.

Детектирование изображений осуществлялось несколькими способами. Фазово-контрастные изображения всегда записывались на детектор путем преобразования рентгеновских квантов в видимый свет. Для преобразования служил кристалл-сцинтиллятор CdWO $_4$  толщиной 200 мкм. Матрица приборов с зарядовой связью (charge coupled devices, CCD) имела размер  $1600 \times 1200$  пикселей и чувствительность 14 бит. Увеличение изображений осуществлялось перед регистрацией при помощи объектива со сменными линзами. В зависимости от увеличения объектива и расстояния от сцинтиллятора до детектора размер поля зрения изменялся в широких пределах: от нескольких миллиметров до десятков микрон. Для изображений высокого разрешения размер пиксела был равен 0.194 мкм. Расстояние от сцинтиллятора до образца выбиралось из интервала 6–10 см.

Топограммы в геометриях Лауэ или Брэгга записывались либо на пленку, либо на детектор. Высокорастворимая пленка KODAK SR-45 устанавливалась на расстоянии 8–12 см за образцом. Размер пучка на образце был  $10 \times 10$  мм $^2$ . Увеличение фрагментов топограмм осуществлялось с помощью оптического микроскопа. При записи на детектор размер поля зрения был не более чем  $1.5 \times 1.5$  мм $^2$ . С техническими деталями брэгг-дифракционного эксперимента в комбинации “сцинтиллятор-CCD” можно ознакомиться в [19].

В немонахроматическом излучении несколько дифрагированных пучков регистрируются одновременно, и изображения в разных отражениях были использованы для определения векторов Бюргера дислокаций  $\mathbf{b}$  по следующим правилам. Известно, что смешанная дислокация состоит из винтовой и краевой компонент и ее плоскость скольжения определяется произведением  $\mathbf{b} \times \mathbf{l}$ , где  $\mathbf{l}$  – вектор линии дислокации. Контраст смешанной дислокации уменьшается при  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  (1) (когда ширина чисто винтовой дислокации равна нулю) и зависит от угла между векторами  $\mathbf{g}$  и  $\mathbf{b} \times \mathbf{l}$ , потому что краевая дислокация гаснет, если, кроме того,  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l} = 0$  (2). Относительную видимость изображений дислокаций можно представить с помощью диаграммы [20], показанной на рис. 1. Диаграмма соответствует ориентации поверхности образца (115), действующими отражениями являются 200, 020,  $\bar{3}11$  и  $\bar{1}\bar{3}1$  (изменение ориентации оси роста кристаллов с  $\langle 111 \rangle$  на  $\langle 115 \rangle$  имело место при двойниковании и рассмотрено ниже). Каждый сектор в пределах действующих отраже-



**Рис. 1.** Диаграмма видимости дислокаций для систем скольжения, показанных на рис. 3. Направления вектора Бюргерса  $\mathbf{b}$  отмечены разным цветом. Действующие отражения: 200, 020,  $\bar{3}11$  и  $1\bar{3}1$ . Угловая ширина секторов показывает относительную видимость дислокаций с выбранным  $\mathbf{b}$  в данном отражении.

ний имеет один из трех цветов, соответствующих трем возможным направлениям вектора Бюргерса: черный для  $[101]$ ; темно-серый для  $[\bar{1}01]$  и светло-серый для  $[0\bar{1}1]$ . Угловая ширина каждого из секторов характеризует относительную яркость изображения дислокации в данном отражении. Прерывистая вертикальная линия соответствует остаточному контрасту. При этом правило (2) работает следующим образом. Предположим, что вектор Бюргерса дислокации  $\mathbf{b} \parallel [\bar{1}01]$ . Такая

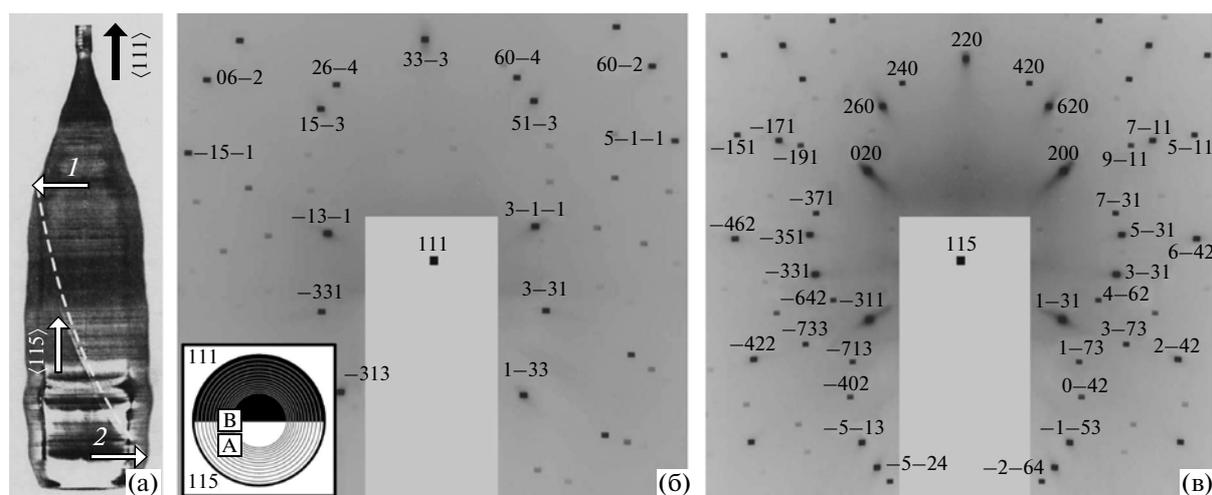
дислокации хороша видна при  $\mathbf{g}_1 = \bar{3}11$ , когда  $\angle(\mathbf{g}, \mathbf{b}) \approx 31.8^\circ$ ; и имеет остаточный контраст при  $\mathbf{g}_2 = 1\bar{3}1$ . Поскольку  $\mathbf{b}$  лежит в плоскости  $(111)$  и оба вектора  $\mathbf{g}_1$  и  $\mathbf{g}_2$  имеют равные углы с направлением  $[111]$ , видимость дислокации зависит от (1) и не зависит от (2).

Диаграмма для ориентации  $(111)$  рассмотрена в [21] и используется далее без представления.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

**Выявление двойников.** Обычно при выращивании кристаллов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  методом Чохральского ось роста сохраняет постоянную ориентацию. Однако в некоторых случаях для направления вытягивания  $\langle 111 \rangle$  происходит смена ориентации оси роста. При этом на поверхности були появляется характерный рельеф, вызванный формированием двойниковой границы. Для выявления границы в объеме образцов, определения ориентации двойника и анализа дислокаций в кристаллах с двойником применялась рентгеновская топография.

На рис. 2а показано изображение були, претерпевшей двойникование. Первоначальное направление вытягивания  $\langle 111 \rangle$  отмечено вертикальной стрелкой, расположенной в верхней части рисунка, рядом с шейкой були. Горизонтальные стрелки 1 и 2 указывают в начало и в конец прерывистой линии, проведенной параллельно выходу границы двойника на поверхности були. Кристалл был разрезан на пластины перпендикулярно направлению вытягивания, и пластины из средней части слитка были исследованы следующим образом.



**Рис. 2.** Изображение кристалла с двойником (а) и лауэграммы (б), (в). Стрелки 1 и 2 указывают в начало и в конец линии, проведенной параллельно выходу границы двойника. Направление вытягивания изменяет ориентацию с  $\langle 111 \rangle$  на  $\langle 115 \rangle$  (а). Ось  $\langle 111 \rangle$  параллельна пучку. Положение пучка на образце – область В – показано на вставке (б). Ось  $\langle 115 \rangle$  параллельна пучку, и пучок находится в области А (в).

Сначала с помощью съемки лауэграмм каждая из пластин юстировалась на держателе до тех пор, пока ось зоны плоскостей, параллельных поверхности, не ложилась вдоль пучка. При этом входные щели ограничивали площадь пучка до  $\sim 2 \times 2 \text{ мм}^2$ , и расстояние от пленки до образца было 6–8 см. Затем щели открывались, обеспечивая пучок площадью  $\sim 10 \times 10 \text{ мм}^2$ , а пленка отодвигалась на расстояние 10–12 см, чтобы близко расположенные изображения не перекрывались. В когерентном излучении каждое крупное “лауэ-пятно” становится высококонтрастной топограммой. Путем трансляции образца как в вертикальном, так и в горизонтальном направлениях можно покрыть пучком всю площадь образца. Поскольку величина экспозиции не превышает нескольких секунд и на каждой пленке регистрируется множество отражений одновременно, ориентация образца и регистрация топограмм происходят при значительной экономии времени по сравнению с лабораторными исследованиями.

Компьютерная программа для расчета лауэграмм была написана на языке ACL [22], работающего под управлением интерпретатора на языке Java. Программа позволяла проводить расчет и построение лауэграмм и стереографических проекций; а также совмещать расчетные лауэграммы с экспериментальными.

На рис. 2б и 2в можно видеть лауэграммы от кристаллической пластины  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ , приготовленной из той части слитка, где граница двойника пересекает ось були. Диаграмма образца показана на вставке (рис. 2б). На диаграмме изменение ориентации оси роста представлено путем изменения цвета пластины с черного на белый. Концентрические окружности символизируют полосы сегрегации Ge. Изображения полос сегрегации всегда присутствуют на рентгеновских топограммах кристаллов, выращенных методом Чохральского, вследствие порождаемой ими деформации решетки. Полосы обусловлены микрофлуктуациями скорости выращивания и высоким коэффициентом сегрегации Ge в Si. Положения пучка на образце при широко открытых щелях изображены квадратами A и B, топограммы от областей A и B представлены на рис. 3.

Расшифровка лауэграмм позволила установить новую ориентацию направления выращивания. Первоначальную ориентацию  $\langle 111 \rangle$  подтверждает лауэграмма на рис. 2б, измеренная в пределах области B. (Следует отметить, что площадь пучка при съемке лауэграмм была примерно в 5 раз меньше, чем при съемке топограмм; поэтому лауэграммы разной симметрии, полученные в пределах области B, не перекрывались.) Лауэграмма на рис. 2в, полученная от области A, выявляет новую ориентацию оси роста:  $\langle 115 \rangle$ .

Выход границы двойника на поверхность образца можно зафиксировать с достаточной точно-

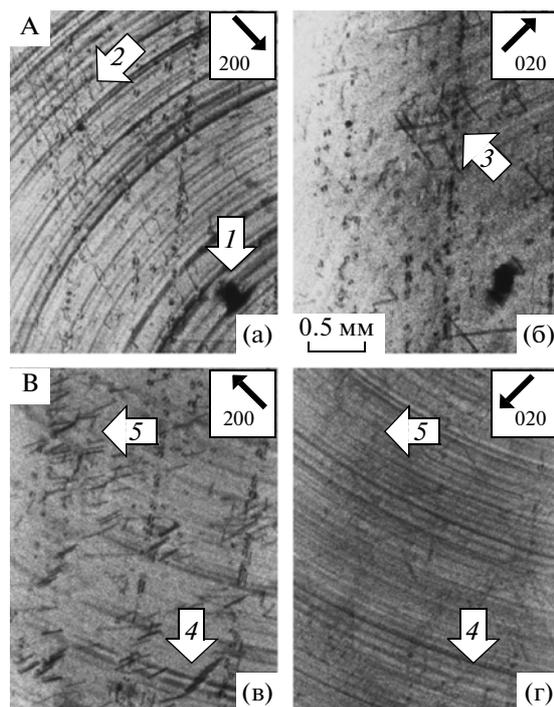


Рис. 3. Топограммы в разных отражениях, полученные от кристалла с двойником  $\text{Si}_{0.948}\text{Ge}_{0.052} \langle 111 \rangle / \langle 115 \rangle$ . Диаграмма образца и положения пучка на образце A и B показаны на вставке, рис. 2б.

стью. Для этого после юстировки образца и перед съемкой лауэ-топограмм нужно записать изображение образца на детектор (без дифракции), выбрав поле зрения максимально большим (в нашем случае  $\approx 4 \times 4 \text{ мм}^2$ ). По серии изображений, измеренных в режиме автоматического сканирования образца с быстрым затвором детектора, составляют изображение всего образца. При съемке топограмм положение и размер пучка соотносят с изображением образца.

**Анализ дислокаций.** Отражения, показанные на рис. 2в, использованы для определения векторов Бюргерса  $\mathbf{b}$  дислокаций в кристалле с двойником. Поскольку видимость изображения дислокации зависит от угла между векторами  $\mathbf{b}$  и  $\mathbf{g}$ , оценка плотности распределения дислокаций проводилась также по нескольким отражениям. На рис. 3 можно видеть изображения дислокаций, расположенных в пределах областей A и B на рис. 2б. Плотность распределения дислокаций изменяется между отражениями 200 (рис. 3а) и 020 (рис. 3б) от области A или между отражениями 200 (рис. 3в) и 020 (рис. 3г) от области B. Группа дислокаций в A, отмеченная стрелкой 2, отчетливо видна в отражении 200 (рис. 3а) и не видна в 020 (рис. 3б), что позволяет определить направление вектора Бюргерса этих дислокаций:  $[\bar{1}01]$ . Контраст их изображений в других отражениях, на рисунке не показанных, не противоречит утверждению, что дислокации скользят в плоскости (111). Дислока-

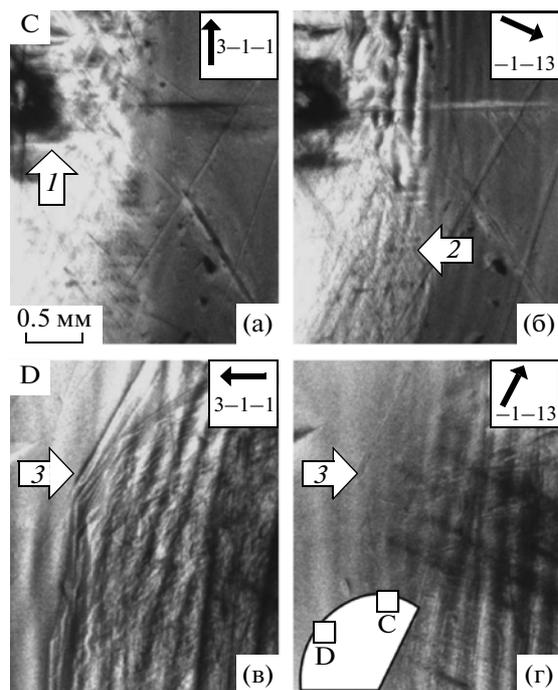


Рис. 4. Топограммы в разных отражениях, полученные от кристалла  $\text{Si}_{0.96}\text{Ge}_{0.04}$  (111). Диаграмма образца и положения пучка на образце  $C$  и  $D$  показаны на вставке (г).

ции в  $A$ , принадлежащие другой системе скольжения, отмечены стрелкой 3 (рис. 3б). Они хорошо видны в отражении  $020$  (рис. 3б), не видны в  $200$  (рис. 3а) и, кроме того, не различимы в  $\bar{3}11$  (на рисунке не показанном), что позволяет отнести их вектор Бюргерса к направлению  $[0\bar{1}1]$ . Источником дислокаций может быть источник Франка–Рида в области  $A$ , изображение которого отмечено стрелкой 1 (рис. 3а). Стрелками 4 и 5 отмечены скопления дислокаций в области  $B$ . Яркие в отражении  $200$  (рис. 3в), эти дислокации имеют исчезающе слабый контраст в отражении  $020$  (рис. 3г). Одинаковая бледность их изображе-

Таблица 1. Сравнение плотности распределения  $60^\circ$  дислокаций для кристаллов  $\text{Si}_{0.948}\text{Ge}_{0.052}$   $\langle 111 \rangle / \langle 115 \rangle$  и  $\text{Si}_{0.96}\text{Ge}_{0.04}$  (111)

$\text{Si}_{0.948}\text{Ge}_{0.052} \langle 111 \rangle / \langle 115 \rangle$	
Система скольжения	Плотность распределения, $\text{см}^{-2}$
$[101], (\bar{1}\bar{1}1)$	$\sim 10^2$
$[0\bar{1}1], (111)$	$\sim 10^2$
$[\bar{1}01], (111)$	$\sim 10^2$
$\text{Si}_{0.96}\text{Ge}_{0.04} (111)$	
$[0\bar{1}\bar{1}], (111)$	$\sim 10^4 - 10^5$
$[\bar{1}\bar{1}0], (111)$	$\sim 10^4 - 10^5$

ний в отражениях  $\bar{1}\bar{3}1$  и  $\bar{3}11$  позволяет отнести их к системе скольжения  $[101], (\bar{1}\bar{1}1)$ .

Было проведено сравнение плотности распределения дислокаций в кристаллах с двойником и без двойника. Содержание Ge в исследованном кристалле с двойником было 5.2 ат. %. Для сравнения был выбран кристалл с осью роста  $\langle 111 \rangle$  и близким содержанием Ge: 4 ат. %. На рис. 4 показаны топограммы типичного образца, изготовленного из такого кристалла; а положения пучка на образце –  $C$  и  $D$  – отмечены на вставке (рис. 4г). На источник Франка–Рида в области  $C$  указывает стрелка 1 (рис. 4а). Можно видеть, что положение источника связано с полосами сегрегации германия. Плотность дислокаций поблизости от источника велика и не разрешается на изображениях отдельных дислокаций. На расстоянии от источника плотность падает до  $\sim 10^4 - 10^5 \text{ см}^{-2}$ , и можно видеть петли дислокаций, скользящие в плоскости (111). Дислокации в области  $C$ , на которые указывает стрелка 2, видны в отражении  $\bar{1}\bar{1}\bar{3}$  (рис. 4б) и практически неразличимы в  $3\bar{1}\bar{1}$  (рис. 4а), что позволяет отнести их к системе скольжения  $[0\bar{1}\bar{1}], (111)$ . Кроме того, на топограммах (рис. 4а и 4б) от области  $C$  присутствуют полосы скольжения дислокаций, распространяющиеся с периферии слитка. В области  $D$  стрелка 3 направлена в сторону скопления дислокаций, имеющих яркий контраст в отражении  $3\bar{1}\bar{1}$  (рис. 4в). Их остаточный контраст в отражении  $\bar{1}\bar{1}\bar{3}$  (рис. 4г) не противоречит принадлежности этих дислокаций к системе скольжения  $[\bar{1}\bar{1}0], (111)$ .

Результаты сравнения плотности дислокаций в кристаллах с двойником и без двойника приведены в табл. 1, из которой видно, что в кристаллах, претерпевших двойникование в процессе роста, плотность распределения ростовых дислокаций ниже.

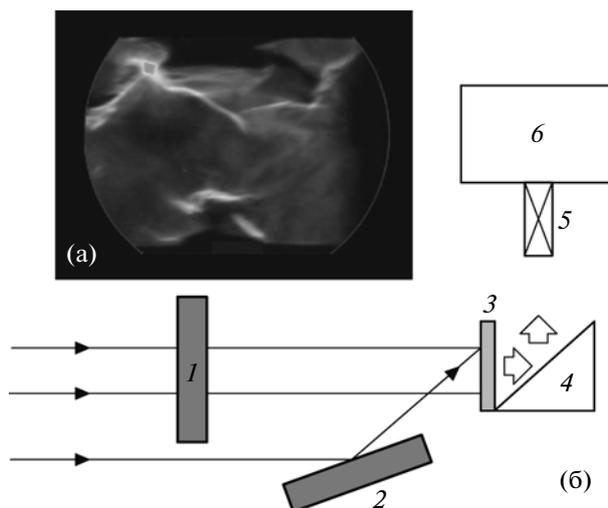
*Эволюция дефектной структуры с ростом концентрации германия.* Проведено сравнительное исследование дефектов в кристаллах  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  при  $0.02 \leq x \leq 0.085$ . В интервале концентраций  $0.02 \leq x < 0.04$  дислокации не наблюдались. Топограммы таких кристаллов демонстрировали неоднородное распределение упругих напряжений, вызванных сегрегацией германия. При  $x \approx 0.04$  на распределение дислокаций влияли другие дефекты структуры, например ростовые двойники или капли германия, попавшие на периферию слитков. В кристаллах с двойником ростовых дислокаций было меньше. Можно предположить, что формирование границ двойников способствовало релаксации напряжений. Испарение Ge с поверхности расплава и осаждение его на поверхности кристалла приводили к возникновению дислокаций несоответствия на боковой поверхности.

В поле термоупругих напряжений дислокации скользили с поверхности в объем слитка. Изображения полос скольжения можно видеть на рис. 4а, 4б. Влияние этого эффекта усиливалось с ростом концентрации Ge в расплаве. Качество образцов, вырезанных из области термоудара, т.е. из той части були, где она отрывается от расплава, заметно уступало качеству кристалла в целом.

В интервале концентраций  $0.04 < x \leq 0.08$  росло как количество источников дислокаций, так и их активность. Расположение таких источников связано с полосами сегрегации Ge, как на рис. 4а. Можно предположить, что с ростом Ge его распределение в полосах становится фрагментарным, что вызывает локальное увеличение деформации, обусловленной несоответствием параметров кристаллической решетки и коэффициентов теплового расширения сегрегации и окружающего материала. В поле термоупругих напряжений размножение дислокаций до  $\sim 10^4 - 10^5 \text{ см}^{-2}$  (рис. 4, табл. 1) происходит по механизму Франка–Рида.

Образцы с содержанием германия  $0.08 < x \leq 0.085$  были исследованы особенно тщательно в трех схемах получения изображений: в дифракционной топографии в геометрии Лауэ, в геометрии Брэгга и в фазовом контрасте (рис. 5). Топограммы в геометрии Лауэ регистрировались на пленку. Изображения в геометрии Брэгга записывались на детектор путем преобразования рентгеновских квантов в видимый свет. Фазово-контрастные изображения измерялись таким же путем: сцинтиллятор служил для преобразования, а CCD детектор – для записи распределения интенсивности. Для фокусировки света сцинтиллятора на матрицу детектора применялись линзы. При этом такой недостаток, как ограничение поля зрения, компенсировался увеличением разрешения.

Лауэ-топограммы позволяли быстро оценить структурное качество образца в целом с привязкой к положению пучка на образце. Хотя размер пучка заметно уступал размеру пластины SiGe, высокая интенсивность пучка обеспечивала короткие экспозиции ( $\sim 1-5$  с), а непрерывный спектр давал возможность измерять много отражений одновременно. На рис. 6 представлены топограммы образца  $\text{Si}_{0.915}\text{Ge}_{0.085}$ . Сравнив их с топограммами образцов  $\text{Si}_{0.948}\text{Ge}_{0.052}$  и  $\text{Si}_{0.96}\text{Ge}_{0.04}$  на рис. 3 и 4, можно сделать вывод, что для концентраций  $0.08 < x \leq 0.085$  плотность дислокаций стала на 2–3 порядка больше. Расстояние между дислокациями сократилось, и перекрытие упругих полей препятствует формированию изображений отдельных дислокаций. Перестраиваясь, дислокации образовывали границы зерен, что привело к увеличению разориентаций. Поведение контраста границ в разных отражениях не противоречило определению их как границ наклона [21].



**Рис. 5.** Рентгеновская топограмма в геометрии Брэгга от образца  $\text{Si}_{0.915}\text{Ge}_{0.085}$ , записанная на детектор (а). Схема получения дифракционных и фазово-контрастных изображений в процессе одного эксперимента (б): 1 – положение образца в режиме фазового контраста, 2 – положение образца при измерении топограммы; 3 – кристалл-сцинтиллятор, 4 – зеркало, 5 – объектив, 6 – детектор.

Границы зерен можно видеть и на топограмме в геометрии Брэгга, показанной на рис. 5а. Процедура измерения топограммы становится ясной из рис. 5б. Образец установлен на держателе в положении 2; кристалл-сцинтиллятор 3 и зеркало 4 смонтированы на одной стойке и отдельно от образца; детектор 6 с объективом 5 расположен на третьей стойке. Перемещая держатель образца и систему сцинтиллятор-ССД, добиваются возбуждения свечения сцинтиллятора под воздействием пучка, дифрагированного образцом. Тонкая настройка проводится путем малых поворотов образца и наклонов сцинтиллятора. Чтобы сфокусировать изображение на матрицу детектора, объектив над зеркалом перемещают в вертикальном направлении. В этой схеме оптимальные контраст и разрешение изображения соответствуют углу падения  $\sim 30^\circ$  [19]. Таким образом, по сравнению с пленкой количество отражений, которые можно записать на детектор, ограничено. Тем не менее наблюдение за отражением в реальном времени позволяет быстро находить нужное место и оптимизировать изображение. Увеличение дает возможность разрешать тонкие детали. Однако самым большим преимуществом цифровой регистрации является получение дифракционных и фазово-контрастных изображений в реальном времени и с привязкой к положению на образце.

На топограмме (рис. 5) можно видеть границы зерен – линии белого контраста – и области нулевого (черного) контраста; при этом первые группируются вокруг последних. Относительно природы областей нулевого контраста можно сделать

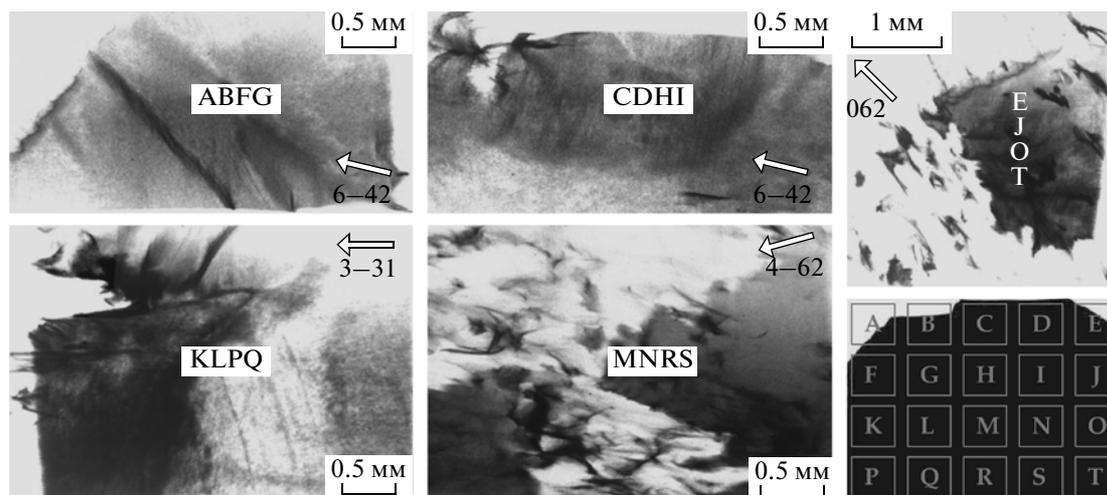


Рис. 6. Топограммы, полученные в разных отражениях от образца  $\text{Si}_{0.915}\text{Ge}_{0.085}$ . На контуре образца буквами  $A, B, C \dots T$  отмечены области измерения содержания Ge и электрического сопротивления.

следующие предположения. Небольшие различия межплоскостных расстояний (например, между сегрегацией Ge и матрицей) или слабые разориентации решетки не могут быть причиной того, что отраженные от этих областей лучи не попадают на сканителлятор, потому что в полихроматическом излучении каждый набор межплоскостных расстояний находит свою длину волны, удовлетворяющую условию брэгговского отражения. Если различия параметров решетки большие или разориентации велики, исчезновение контраста возможно. Для того чтобы проверить, не являются ли области нулевого контраста включениями Ge, образец был исследован методом получения фазово-контрастных изображений. Из положения брэгговского отражения 2 на рис. 5б образец переводили в положение 1 и измеряли изображения по всей площади и на разных расстояниях от детектора. С ростом расстояния от детектора усиливается контраст на краях фазовых объектов. Варьируя увеличение объектива в ближнем поле, можно изучать их форму [23]. Плотность Ge в  $\sim 2-3$  раза больше плотности Si, и включения Ge размером несколько микрон можно диагностировать. Однако фазовые изображения демонстрировали однородный контраст. Оставалось предположить, что области нулевого контраста состояли из мелких блоков, разделен-

ных большеугловыми границами. В этом случае малая доля интенсивности, рассеянной в направлении сканителлятора, была недостаточна для формирования изображения. Мозаичная структура могла возникнуть при пересечении плоскостей скольжения дислокаций, распределенных с высокой плотностью в разных системах скольжения.

*Сравнение структуры со свойствами.* Для сравнения со свойствами составлены карты распределения дефектов. Пример такой карты для образца  $\text{Si}_{0.915}\text{Ge}_{0.085}$  показан на рис. 6. В качестве свойств были выбраны содержание германия и электрическое сопротивление. Распределение Ge по площади образца измерено методом EDX (Energy Dispersive X-ray Analysis) на установке JEOL JSM-6330F FESEM. На рис. 6 в правом нижнем углу можно видеть квадраты с буквами  $A, B, C \dots T$ , нанесенные на контур образца. Квадратами отмечены области измерения состава. В пределах каждой области сделано несколько измерений. Листовое сопротивление  $R$  измерено четырехзондовым методом, удельное объемное сопротивление  $\rho_v$  рассчитано из  $R$ . Средние значения, полученные из измерений как состава, так и сопротивления, представлены в табл. 2.

Рисунок 6 демонстрирует, как дефектная структура изменяется в пределах образца. Распределение дефектов, более однородное в верхней и

Таблица 2. Распределение состава и электрического сопротивления по площади образца  $\text{Si}_{0.915}\text{Ge}_{0.085}$  (100)

Области A–J	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Ge, ат. %	9.0	8.7	8.8	8.6	8.7	8.7	8.7	8.7	8.8	7.8
$R, \Omega$		88		111			76		71	
Области K–T	K	L	M	N	O	P	Q	R	S	T
Ge, ат. %	8.9	8.8	8.6	8.6	8.5	8.8	8.5	8.6	8.7	8.9
$R, \Omega$		75		73		113	84	90	91	94

левой частях пластины (области *ABFG*, *CDHI* и *KLPO*), становится существенно неоднородным внизу и справа (в области *MNRS* и особенно в *EJOT*), где появляются большеугольные границы зерен, а размер самих зерен уменьшается. Плотность дислокаций в границах увеличивается. Если среднюю плотность между границами можно приблизительно оценить как  $\sim 10^6 \text{ см}^{-2}$ , то в границах она на 2–3 порядка выше. При этом доля площади с большой плотностью дислокаций в несовершенных частях образца существенно выше.

Однако сравнение рис. 6 с табл. 2 показывает, что распределение состава по площади образца не коррелирует с изменением плотности дислокаций. Разброс значений, представленных в таблице, находится в пределах точности метода EDX. Можно сделать вывод, что неоднородность состава не является причиной структурной неоднородности. Далее отклонения значений  $R$  от среднего по образцу находятся в пределах  $\pm 5\%$ . Удельное объемное сопротивление, рассчитанное для областей *MNRS* и *EJOT*, составляет  $\rho_v^1 = 2.44 \text{ } \Omega \text{ см}$ . В то же время для сравнительно однородной области *ABFG* оно равно  $\rho_v^2 = 2.26 \text{ } \Omega \text{ см}$ . При таком изменении  $\rho_v$  едва ли можно говорить о его корреляции со структурой.

Следует отметить, что в целом подход к изучению свойств в корреляции со структурой перспективен, потому что помогает понять поведение тех свойств, которые испытывают заметные изменения в пределах образца.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На примере монокристаллов твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  продемонстрирована эффективность использования немонокристаллического (“белого”) СИ для комплексного исследования дефектов кристаллической структуры.

Свойства СИ позволяют значительно экономить время, затрачиваемое на эксперименты. Получение дифракционных и фазово-контрастных изображений в реальном времени и в идентичных условиях позволяет получать наиболее полную информацию о структурных свойствах материала в процессе одного эксперимента. Белое СИ дает возможность оценить структурное качество материала, выявить фазовые неоднородности и реконструировать их трехмерные изображения. В перспективе возможно применение флуоресценции наряду с дифракцией и преломлением, что позволит реализовать аналитические методы в белом СИ.

Эпитаксиальные твердые растворы Si–Ge прочно заняли свое место в электронике. Результаты данной работы показывают перспективность использования и монокристаллических твердых растворов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ . Это связано с тем,

что в области составов  $0.085 \leq x \leq 0.1$  плотность дислокаций в монокристаллах на 2 порядка меньше, чем в эпитаксиальных слоях. Кроме того, при прямом сращивании кристаллов  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  и Si напряжения несоответствия полностью релаксируют, а прорастающих дислокаций нет. Например, изготовление виртуальных подложек для полевых транзисторов по технологии прямого сращивания  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  и Si [17] может существенно упростить производство этих приборов.

Синхротронные эксперименты поддержаны программой Creative Research Initiatives (Functional X-ray Imaging) MEST/KOSEF, Республика Корея.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Tuomi T., Naukkarinen K., Rabe P. // Phys. Status Solidi. A. 1974. V. 25. P. 93.
2. Ковальчук М.В., Кон В.Г. Методы структурного анализа. М.: Изд-во ИК АН СССР, 1989. С. 162.
3. Боуэн Д.К., Таннер Б.К. Высокорастворимая рентгеновская дифрактометрия и топография. СПб.: Наука, 2002. 274 с.
4. Snigirev A., Snigireva I., Kohn V. et al. // Rev. Sci. Instrum. 1995. V. 66. P. 5486.
5. Cloetens P., Barrett R., Baruchel J. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1996. V. 29. P. 133.
6. Margaritondo G., Tromba G. // J. Appl. Phys. 1999. V. 85. P. 3406.
7. Hwu Y., Hsieh H.H., Lu M.J. et al. // J. Appl. Phys. 1999. V. 86. P. 4613.
8. Argunova T.S., Gutkin M.Yu., Je J.H. et al. // J. Mater. Res. 2002. V. 17. P. 2705.
9. Abrosimov N., Rossolenko S., Thieme W. et al. // J. Cryst. Growth 1997. V. 174. P. 182.
10. Smither R., Abu Saleem K., Beno M. et al. // Rev. Sci. Instrum. 2005. V. 76. P. 123107.
11. Abrosimov N. V. // Exp. Astron. 2005. V. 20. P. 185.
12. Patin A., Abrosimov N., Maliński M. et al. // Solid Energy Mat. Sol C. 2002. V. 72. P. 579.
13. Gaworzewski P., Tittelbach-Helmrich K., Penner U. et al. // J. Appl. Phys. 1998. V. 83. P. 5258.
14. Грехов И.В., Белякова Е.И., Костина Л.С. и др. // ПЖТФ 2008. Т. 34. С. 66.
15. Harame D.L., Koester S.J., Freeman G. et al. // Appl. Surf. Sci. 2004. V. 224. P. 9.
16. Аргунова Т.С., Белякова Е.И., Грехов И.В. и др. // ФТП. 2007. Т. 41. С. 700.
17. Грехов И.В., Костина Л.С., Аргунова Т.С. и др. // ФТП. 2010. Т. 44. С. 1135.
18. Аргунова Т.С., Кон В.Г., Je J.H. // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтр. исслед. 2008. № 12. С. 48.
19. Yi J.M., Seol S.K., Je J.H. et al. // Nucl. Instrum. Methods A. 2005. V. 551. P. 152.
20. Lang A. // J. Phys. D: Appl. Phys. 1993. V. 26. P. A1.
21. Argunova T.S., Jung J.W., Je J.H. et al. // J. Phys. D: Appl. Phys. 2009. V. 42. P. 085404.
22. <http://vkacl.narod.ru>
23. Кон В.Г., Аргунова Т.С., Je J.H. // Поверхность. Рентген., синхротрон. и нейтр. исслед. 2011. № 1. С. 5.