

УДК 548.4 : 620.187 : 539.26/27

© 1990

## КОЭСИТНАЯ ПРИРОДА СТЕРЖНЕОБРАЗНЫХ ДЕФЕКТОВ В ВЫРАЩЕННОМ ПО ЧОХРАЛЬСКОМУ И ОТОЖЖЕННОМ КРЕМНИИ

К. Л. Мальшев, А. Е. Романов, А. А. Ситникова, Л. М. Сорокин

Сопоставляются две континуальные модели стержнеобразного дефекта (СД), возникающего в процессе преципитации кислорода при низкотемпературном отжиге ( $T=750^\circ\text{C}$ ) выращенных по Чохральскому кристаллов кремния. С этой целью сравниваются расчетные и экспериментальные электронно-микроскопические изображения СД. В обеих моделях реализовано предположение о том, что дефект является включением в алмазной решетке коэсита — фазы высокого давления  $\text{SiO}_2$ . Основной вывод работы — в состав СД должна входить не только кристаллическая, но и аморфная фаза  $\text{SiO}_2$  — получен при согласовании размеров дефекта (из эксперимента) с теоретической оценкой, которую дает условие стабильности фазы коэсита при фиксированном несоответствии решеток матрицы и включения. Для одной из моделей удается достигнуть удовлетворительного совпадения с экспериментом.

Стержнеобразные дефекты (СД) характерны для кристаллов с алмазной решеткой [1-3], в частности для кремния — материала, активно используемого в приборостроении. С возникновением СД можно связывать изменение электропроводности при отжиге образцов [1, 4], что и оказывается причиной внимания к этим дефектам. С другой стороны, в выращенном по Чохральскому кремнии кислород в силу своего большого содержания является самой существенной из электрически пассивных примесей. В процессе низкотемпературного отжига ( $650^\circ\text{C}$ ) наблюдается уменьшение концентрации межузельного кислорода [4], что приводит к предположению: атомы кислорода и кремния образуют комплексы, являющиеся основой СД. Значительная по сравнению с поперечными размерами протяженность СД (соответственно десятки ангстрем и микроны) дает возможность изучать структуру его поперечного сечения средствами высокоразрешающей электронной микроскопии. Из анализа изображений прямого разрешения получено, что дефект может быть включением коэсита (фазы высокого давления  $\text{SiO}_2$ ) [4, 5].

Наблюдение в [4, 5] было осуществлено для поверхности кремния, параллельной (011). При этом изучалась атомная структура сечения СД, лежащего перпендикулярно плоскости (011) (т. е. имеющего направление залегания  $[0\bar{1}1]$ ). Профиль сечения СД имеет вытянутость в указанной плоскости, благодаря чему дефект в целом характеризуется не только направлением залегания, но и плоскостью залегания (100) (сечение вытянуто вдоль  $[0\bar{1}1]$ ). Изучив расположение атомных рядов на картинах прямого разрешения, авторы [4, 5] приписали дефекту вектор смещения  $\mathbf{R} \approx a/3 [100]$ , аналогичный по смыслу вектору Бюргера призматической дислокационной петли междоузельного типа (подразаумевается, что плоскость петли совпадает с плоскостью залегания СД). Следует считать закономерным [6, 7], что в процессе преципитации кислорода при отжиге кремния возникают СД с плоскостью залегания  $\{100\}$  и вектором смещения  $\mathbf{R}$ , пропорциональным вектору  $a \langle 100 \rangle$ .

В [4, 5] была установлена ориентация коэсита относительно матрицы кремния:  $\mathbf{a}_{\text{коэс}} \parallel [011]_{\text{Si}}$ ,  $\mathbf{c}_{\text{коэс}} \parallel [0\bar{1}1]_{\text{Si}}$ . (Информация по кристаллографии имеется в [8], где сказано, что коэсит имеет моноклинную псевдогексагональную структуру, отвечающую пространственной группе  $B2/b$ ,

и элементарную ячейку с параметрами  $a=b=7.17$ ,  $c=12.38$  Å,  $\gamma=120.0^\circ$ ). Для доказательства коэзитной природы СД и проверки правильности выбора ориентации в указанных работах при помощи многослоевого метода был проведен расчет прямых изображений сечения дефекта. Однако из-за того, что только одно сечение СД доступно наблюдению, совпадение расчетных и ЭМ изображений не может считаться достаточным для проверки структурных предположений [9]. В такой ситуации выявляются преимущества независимой проверки кристаллографических предположений путем построения непрерывных моделей и изучения расчетного и экспериментального дифракционного контраста. Заметим, что описываемая ниже модель Б может оказаться полезной также и при изучении СД радиационного происхождения [2], так как разные (в смысле происхождения) СД могут иметь общие закономерности формирования, отражаемые сходством моделей.

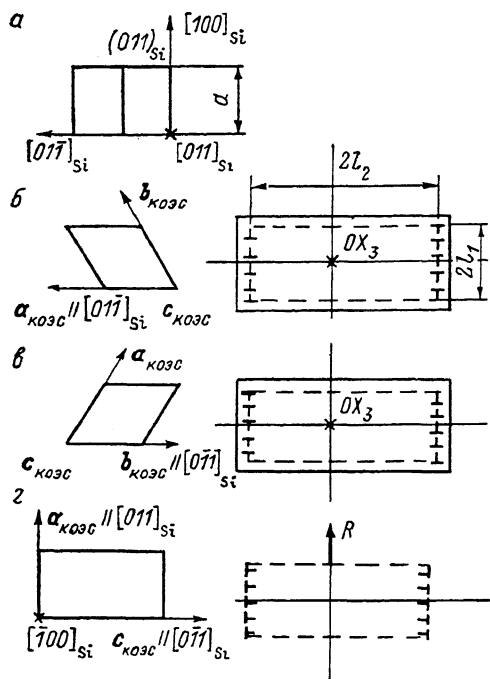


Рис. 1. Проекция элементарной ячейки кремния на плоскость  $(011)_{Si}$  (а) и проекции элементарной ячейки коэзита на плоскость  $(011)_{Si}$  вдоль  $c_{коэс}$  (б, в) и  $[a_{коэс} \times c_{коэс}]$  (г).

Рядом изображены соответствующие непрерывные модели. Стенки дислокаций обозначены стандартно. Сплошная линия (в виде прямоугольника) соответствует дислокационным призматическим петлям, коаксиальным вдоль  $Ox_3$  (б, в). Штрихи — контур сечения СД.

чены непрерывные модели СД: рассматривается изотропное приближение теории упругости; модуль сдвига  $\mu$  и коэффициент Пуассона  $\nu$  матрицы и включения одинаковые<sup>1</sup> (принято для кремния  $\mu=6.41 \cdot 10^{11}$  дин/см<sup>2</sup>,  $\nu=0.215$  [11]), влияние свободной поверхности кристалла на поле напряжений не учитывается, вклад в напряжения от концов СД считается малым (сильная вытянутость дефекта), что позволяет совершить переход к плоской задаче. Геометрические параметры указаны на рис. 1 ( $a=5.43$  Å). Для сопоставления с расчетом используются ЭМ изображения СД, находящихся в выращенном по Чохральскому кремнии с содержанием кислорода  $\sim 10^{18}$  см<sup>-3</sup>, подвергнутом термообработке при 750 °С в течение 1 ч. Перейдем к описанию моделей.

В предлагаемой работе с помощью методов дислокационной теории упругости построены две модели СД. Модель А основана на результатах предыдущей статьи авторов [10], в модели Б использованы выводы [4, 5].

Сформулируем основные допущения, в условиях которых полу-

сформулируем основные допущения, в условиях которых полу-

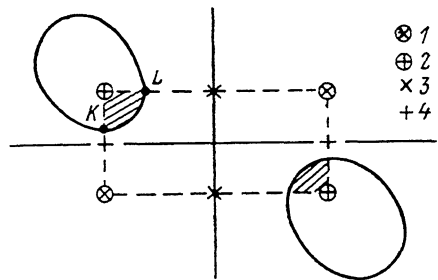


Рис. 2. Максимум и минимум в модели А (1 и 2) и в модели Б (3 и 4).

Штрихи — сечение СД.

<sup>1</sup> Характерные размеры, используемые в задаче, не противоречат такому допущению (имеется в виду отношение сторон сечения СД к толщине образца).

Модель А. Ориентация решетки коэсита в модели следующая:  $\mathbf{c} \parallel [011]_{Si}$ ,  $\mathbf{a} \parallel [0\bar{1}\bar{1}]_{Si}$  (рис. 1, а, б) или  $\mathbf{c} \parallel [011]_{Si}$ ,  $\mathbf{b} \parallel [0\bar{1}\bar{1}]_{Si}$  (рис. 1, а, в). Для предложенных ориентаций определим параметр несоответствия  $\omega_{hkl} = \Delta d/d$  ( $h, k, l$  — индексы Миллера направления в матрице, вдоль которого определяется несоответствие;  $d$  — величина периода в матрице вдоль  $\langle hkl \rangle$ ;  $\Delta d$  — разность соответствующих периодов для матрицы и включения). Имеем  $\omega_{011} = (12.38 - 7.68)/7.68 \approx 0.61$ ,  $\omega_{0\bar{1}\bar{1}} = (7.17 - 7.68)/7.68 \approx -0.07$ ,  $\omega_{100} = (6.21 - 5.43)/5.43 \approx 0.14$ . Несоответствие углов между  $\mathbf{a}$  и  $\mathbf{b}$  в коэситах и  $[100]$  и  $[0\bar{1}\bar{1}]$  в кремнии охарактеризуем  $\omega_\gamma = 7.17 \cos 60^\circ / 5.43 \approx 0.66$ . Из сравнения  $\omega_{hkl}$  и  $\omega_\gamma$  можно заключить, что для данной ориентации коэсита существенный вклад в деформирование матрицы принадлежит несоответствию параметров решетки вдоль  $[011]_{Si}$  и несоответствию кристаллографических углов. Пренебрегая значениями  $\omega_{0\bar{1}\bar{1}}$  и  $\omega_{100}$ , можно описать поле упругих напряжений вокруг дефекта суперпозицией решения для коаксиальных прямоугольных призматических петель (учет линейного несоответствия) и решения для двух конечных дислокационных стенок противоположного знака (рис. 1, в, г). Иначе говоря, вклад несоответствия углов в поле напряжений вокруг дефекта описывается решением дисклинационного типа [12].

Модель Б. В модели ориентация коэсита характеризуется  $\mathbf{a} \parallel [011]_{Si}$ ,  $\mathbf{c} \parallel [0\bar{1}\bar{1}]_{Si}$  (рис. 1, а, г). Однако подход к вычислению  $\omega$  будет несколько иным. Авторы [4, 5] считают, что сопряжение кристаллографических плоскостей на границах «матрица—включение», параллельных  $(100)_{Si}$ , некогерентное (имеются «оборванные» ряды атомов), но искажения плоскостей при этом малы, так как некогерентность снимает напряжения, которые возникли бы при соединении плоскостей. В ограничивающих дефект плоскостях, параллельных  $(0\bar{1}\bar{1})_{Si}$ , сопряжение матрицы и преципитата остается когерентным, а деформирование матрицы оказывается таким, что можно ввести эффективный вектор смещения  $\mathbf{R} \approx a/3 [100]$  (рис. 1, г). В этом случае поля напряжений для модели можно построить при помощи двух конечных рядов краевых дислокаций. Значение несоответствия  $\omega_{100} = (6.21 - 5.43)/5.43 \approx 0.14$ .

Ниже приведены выражения для компонент тензора упругой дисторсии  $\beta_{i,j}$  в рассматриваемых моделях (именно  $\beta_{i,j}$  непосредственно фигурирует в расчете дифракционного контраста в рамках двухволнового приближения для распространения электронов в кристалле; использованную при выводе формул процедуру, а также необходимые литературные указания можно найти в [10])

$$\beta_{\pi} = \pm \frac{\omega}{2\pi} \frac{\nu}{1-\nu} \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & 0 \\ S_{12} & -S_{11} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad \tilde{\beta}_{\pi} = \beta_{\pi} \pm \omega \begin{pmatrix} -\frac{\nu}{1-\nu} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}, \quad (1)$$

$$\beta_c = \pm \frac{\omega}{2\pi} \begin{pmatrix} -S_{12} & S_{11} & 0 \\ -S_{11} & -S_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \pm \frac{\omega}{2\pi} \frac{1}{2(1-\nu)} \begin{pmatrix} S_{12} - T_{12} & -T_{11} & 0 \\ -T_{11} & S_{12} + T_{12} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad (2)$$

$$\beta_p = \pm \frac{\omega}{2\pi} \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & 0 \\ -S_{12} & S_{11} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \pm \frac{\omega}{2\pi} \frac{1}{2(1-\nu)} \begin{pmatrix} -T_{11} & S_{12} + T_{12} & 0 \\ S_{12} + T_{12} & -2S_{11} + T_{11} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad (3)$$

где индексы «П», «С», «Р» означают петли, стенки, ряды;  $\tilde{\beta}_{\pi}$  — дисторсия внутри дефекта ( $\beta_c$  и  $\beta_p$  пригодны как в матрице, так и внутри СД). Верхний знак в  $\beta_{\pi}$  и  $\beta_p$  соответствует дефекту вакансионного типа, нижний — междоузельного. Два знака для  $\beta_c$  отражают имеющийся произвол в ориентации коэсита при  $\mathbf{c} \parallel [011]_{Si}$  (рис. 1, в, б),  $\omega$  — параметр несоответствия. В (1)–(3) использованы следующие вспомогательные функции:

$$S_{11}(x_1, x_2) = Q_1(l_1 + x_1, l_2 + x_2) + Q_1(l_1 + x_1, l_2 - x_2) + Q_1(l_1 - x_1, l_2 + x_2) + Q_1(l_1 - x_1, l_2 - x_2),$$

$$S_{12}(x_1, x_2) = -Q_2(l_1 + x_1, l_2 + x_2) + Q_2(l_1 + x_1, l_2 - x_2) + Q_2(l_1 - x_1, l_2 + x_2) - Q_2(l_1 - x_1, l_2 - x_2),$$

$$T_{11}(x_1, x_2) = Q_3(l_1 + x_1, l_2 + x_2) + Q_3(l_1 + x_1, l_2 - x_2) + Q_3(l_1 - x_1, l_2 + x_2) + Q_3(l_1 - x_1, l_2 - x_2),$$

$$T_{12}(x_1, x_2) = -Q_4(l_1 + x_1, l_2 + x_2) + Q_4(l_1 + x_1, l_2 - x_2) + Q_4(l_1 - x_1, l_2 + x_2) - Q_4(l_1 - x_1, l_2 - x_2),$$

где

$$Q_1(x_1, x_2) = \operatorname{arctg} \frac{x_1}{x_2}, \quad Q_2(x_1, x_2) = \frac{1}{2} \ln(x_1^2 + x_2^2), \quad Q_3(x_1, x_2) = \frac{x_1 x_2}{x_1^2 + x_2^2},$$

$$Q_4(x_1, x_2) = \frac{x_2^2}{x_1^2 + x_2^2}.$$

Используя формулы (1)–(3), запишем окончательные решения для моделей

$$A) \beta = \beta_{\pi} + \beta_c, \quad \omega = 0.61,$$

$$B) \beta = \beta_p, \quad \omega = 0.14.$$

(В дальнейшем будут выбраны нижние знаки для дефектов междоузельного типа, знак перекоса в  $\beta_c$  будет оговорен особо).

Полученные соотношения для  $\beta_{i,j}$  зависят от двух варьируемых ( $l_1$  и  $l_2$ ) и двух фиксированных ( $\nu$ ,  $\omega$ ) параметров. Для определения области допустимых значений длин сторон сечения следует принять во внимание возможность трансформации коэзита в кварц в процессе роста дефекта. Известно [4], что коэзит, находящийся внутри некоторого объема, будет стабильной фазой, если гидростатическое давление (ГД) во всех точках этого объема (сжимаемого!) по своей абсолютной величине больше некоторого критического значения  $P_{\kappa} = 26.5$  кбар (для рассматриваемого случая отжига при  $T = 650$  °С). Запишем ГД  $P$  (одна треть следа тензора напряжений) в предлагаемых моделях

$$P^A = -\frac{\mu\omega}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} (q \mp S_{12}), \quad (4)$$

$$P^B = -\frac{\mu\omega}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} S_{11}, \quad (5)$$

где

$$q = \begin{cases} 2\pi, & |x_1| \leq l_1, \quad |x_2| \leq l_2, \\ 0, & |x_1| > l_1, \quad |x_2| > l_2. \end{cases}$$

(Верхний знак в  $P^A$  соответствует варианту на рис. 1, б, нижний — на рис. 1, в; вклад петель — междоузельного типа. Рассмотрим поведение  $P^A, B$  в прямоугольнике  $|x_1| \leq l_1, |x_2| \leq l_2$ .)

Как видно из формул для  $S_{12}$ , функция  $P^A$  не определена в угловых точках контура из-за стремления в них к бесконечности. Внутри сечения СД  $P^A$  принимает конечные значения. Имеющаяся расходимость — следствие идеального характера моделей, возникающих при использовании непрерывных рядов дислокаций. Определим вид геометрического места точек, для которых выполняется равенство  $P^A = -P_{\kappa}$ , принимающее в результате тождественных преобразований и с использованием (4) вид

$$\exp \left[ \pm \left( 4\pi - \frac{6\pi}{\mu\omega} \frac{1-\nu}{1+\nu} P_{\kappa} \right) \right] = \frac{[(l_1 + x_1)^2 + (l_2 - x_2)^2][(l_1 - x_1)^2 + (l_2 + x_2)^2]}{[(l_1 + x_1)^2 + (l_2 + x_2)^2][(l_1 - x_1)^2 + (l_2 - x_2)^2]}. \quad (6)$$

Обозначим левую часть (6) для кратности  $\nu$ . Для выбранных выше  $\mu$  и  $\omega$  имеем

$$\nu = \exp(\pm(4\pi - 0.504/\omega))|_{\omega=0.61} = \exp(\pm 11.74)$$

Пусть для определенности взят нижний знак (рис. 1, в) в  $\nu$ . Уравнение (6) описывает кривую четвертого порядка овал — Кассини, которая в рас-



сматриваемом случае распадается на две несвязные компоненты, условно изображенные на рис. 2 ((6) приводится к каноническому виду [13] ортогональным преобразованием). Определим координаты точек  $K$  и  $L$  и ортогональный размер участков, отсекаемых кривой (заштрихованы на рис. 2). Внутри этих участков выполняется условие стабильности коэсита ( $|P^A| > P_K$ ). Величина  $\nu$  практически мала. Следовательно, можем считать  $\nu \ll 1$  и для  $x_1 = l_1$  переписать (6) так:

$$x_2^4 + 2(l_1^2 - l_2^2)x_2^2 + 8l_1^2 l_2(1 + 2\nu)x_2 + l_2^2(l_2^2 + 4l_1^2) = 0. \quad (7)$$

Решение (7) представим в виде ряда по степеням  $\sqrt{\nu}$ , ограничимся двумя первыми членами, и получим

$$x_2 \approx -l_2 + \frac{2l_1 l_2}{\sqrt{l_1^2 + l_2^2}} \sqrt{\nu}.$$

Аналогичным образом для  $x_2 = -l_2$  из (6) следует

$$x_1 \approx l_1 + \frac{2l_1 l_2}{\sqrt{l_1^2 + l_2^2}} \sqrt{\nu}.$$

Видим, что длины отсекаемых точками  $K$  и  $L$  отрезков равны  $2l_1 \sqrt{\nu} / \sqrt{1 + (l_1/l_2)^2}$  и малы по сравнению с размерами сечения СД, если  $l_1$  и  $l_2$  одинакового порядка (так как  $\sqrt{\nu} \approx \exp(-5.87) \approx 0.0028$ ). Условие стабильности коэсита выполняется, таким образом, в малой окрестности двух угловых точек. Площадь этих окрестностей можно пренебрегать по сравнению с площадью сечения при любом отношении  $l_1/l_2$ . Это означает, что для модели А (второй вариант модели рассматривается аналогично) практически во всем объеме СД может происходить трансформация коэсита в другие кристаллические или аморфные фазы  $\text{SiO}_2$ . Никаких ограничений при этом не возникает.

Анализ поведения  $P^B$  проще. Данная функция также не определена в угловых точках контура, так как  $S_{11}$  стремится в них к конечным пределам, зависящим от пути приближения к предельной точке. Свое наибольшее и наименьшее значения  $P^B$  принимает на границе контура (рис. 2)

$$P_{\text{мин}}(0, \pm l_2) = -\frac{2\mu\omega}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} \left[ \arctg \frac{l_1}{2l_2} + \frac{\pi}{2} \right],$$

$$P_{\text{макс}}(\pm l_1, 0) = -\frac{2\mu\omega}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} \left[ \arctg \frac{2l_1}{l_2} \right].$$

Внутри сечения  $P^B$  отрицательная конечная функция, что соответствует сжатию материала в дефекте. Стабильность коэсита определяется неравенством

$$-P_{\text{макс}} = \frac{2\mu\omega}{3\pi} \frac{1+\nu}{1-\nu} \arctg \frac{2l_1}{l_2} > 26.5. \quad (8)$$

Подставим в (8) конкретные  $\mu$ ,  $\nu$  и  $\omega = 0.14$

$$\left( \omega \arctg \frac{2l_1}{l_2} \right) \Big|_{\omega=0.14} > 0.126 \text{ или } l_1/l_2 > 0.63. \quad (9)$$

Если отношение  $l_1/l_2$  (взятое, например, из эксперимента) удовлетворяет (9), то при использовании модели Б можно считать СД целиком состоящим из коэсита. Заметим, что размер сечения (величины  $2l_1$  и  $2l_2$ ) не имеет значения для стабильности фазы. В случае несоблюдения (9) возможна следующая интерпретация модели Б (именно благодаря независимости условия стабильности от длины каждой стороны). Сечение СД содержит внутри себя участок меньшего размера, отношение длин сторон которого определяется (9). Этот участок соответствует подобью, заполненному коэситом в принятой относительно матрицы ориентации. Остальная часть объема СД может быть заполнена как коэситной (метастабильной), так и другой кристаллической (или аморфной) фазой. Заметим также, что пря-

мое разрешение не показывает одновременного присутствия двух кристаллических фаз в СД [4, 5].

Для предложенных моделей А и Б проведен расчет ЭМ изображений. (Исходные положения этой части работы сформулированы в [10, 14]). Приняты следующие кристаллографические параметры:  $\langle 011 \rangle$  — направление залегания дефектов,  $(100)$  — плоскость залегания,  $g = \{022\}$  — вектор дифракции,  $(001)$  — поверхность просвечиваемого образца. (В данной ориентации СД пересекает верхнюю и нижнюю поверхности кристалла под углом  $45^\circ$ ; в этом состоит существенное отличие от предыдущей работы [10], где дефект располагался параллельно поверхности). Электроны падают нормально поверхности кристалла, экстинкционная длина рассматриваемого отражения  $\xi_g = 757 \text{ \AA}$ , для учета поглощения принято  $\xi_g / \xi'_g = \xi_0 / \xi'_0 = 0.035$ . В расчете толщина кристалла принята  $5\xi_g$ . В экспери-

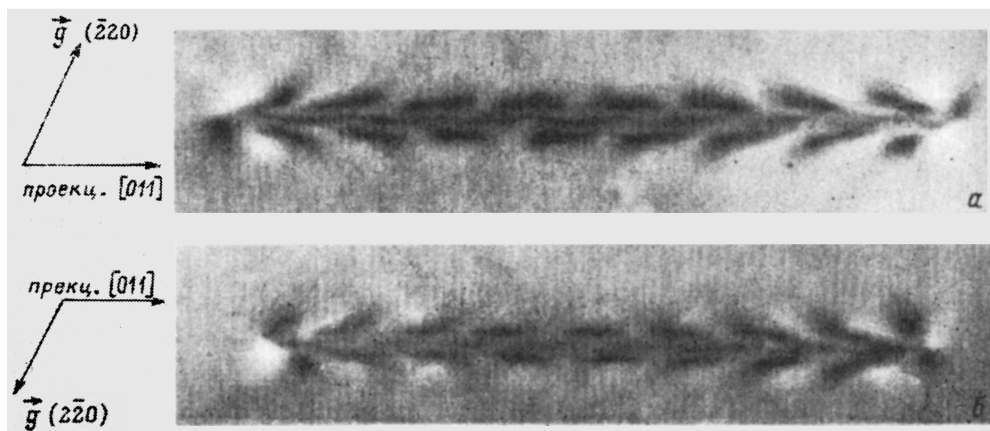


Рис. 3. Экспериментальные изображения СД, соответствующие векторам отражения  $g = (0\bar{2}2)$  (а) и  $g = (02\bar{2})$  (б). Направление залегания дефекта  $[011]$ .

менте (используемом в работе) толщина оценивается  $\sim 8\xi_g$  по числу осцилляций, а выбор расчетного значения связан с ограничениями времени машинного счета и с условием применимости динамического приближения в дифракции. (Разница толщин  $3\xi_g$ , несущественна при сопоставлении). На рис. 3 представлены экспериментальные, а на рис. 4 — расчетные изображения СД.

Для удобства дальнейшего сопоставления выделим (при данных кристаллографических параметрах) с помощью рис. 3 основные детали на экспериментальном изображении СД. Можно считать, что последние состоят из трех рядов темных пятен, сильно вытянутых вдоль общей оси. Внешние пятна можно объединить в пары так, что каждый элемент пары получается из другого осесимметричным отражением относительно среднего ряда пятен и последующим сдвигом вдоль этого ряда приблизительно на половину своей длины. В местах выхода СД на поверхность пятна в парах расположены под углом друг к другу, а в средней части изображения — почти параллельны. Средний ряд пятен выглядит менее интенсивным, чем крайние ряды; для него промежутки между отдельными пятнами малы. Внешние ряды пятен имеют светлый ореол, хорошо заметный около выходов на поверхность. Периодичность ореола дублирует периодичность темных пятен, смена знака отражения приводит к обращению контраста.

Перейдем к анализу расчетных изображений. На рис. 4, а, б представлена модель А (а и б отвечают двум ориентациям коэсита; соответственно рис. 1, б, в), а на рис. 4, в — модель Б. На всех трех изображениях воспроизводятся внешние ряды пятен, но для модели Б эти пятна сдвинуты

в парах, как и в экспериментальном изображении (рис. 3), а для модели А — нет. Кроме того, на рис. 4, б внутренний ряд практически отсутствует, а на рис. 4, а каждое внешнее пятно разделено на две части. Естественно требовать при расчете одновременного изображения внешних и внутренних рядов, чему и отвечает модель Б. В других кристаллографически эквивалентных условиях модель А также воспроизводит или только внешние ряды, или три ряда, но внешние пятна при этом фрагментированы. Расчетные картины, которые иллюстрируют последнее утверждение, опущены, сказанное не служит основанием сосредоточить внимание на модели Б.

Проследим, как влияет на контраст в модели Б изменение дифракционных условий. Смена отражения  $(0\bar{2}2)$  на противоположное  $(02\bar{2})$  или смена направления залегания  $[011]$  на перпендикулярное  $[0\bar{1}1]$  оказываются эквивалентными (соответствуют переходу от рис. 4, в к рис. 4, г), что отражает специфику выбранной кристаллографии: СД наклонены под углом  $45^\circ$  к поверхности образца, плоскость залегания перпендикулярна поверхности, и рассматриваются отражения типа  $\{022\}$ ; оба изменения приводят к одному и тому же углу между осью СД и дифракционным вектором. Физически оба конечных положения оказываются одинаковыми по отношению к пучку падающих электронов. На рис. 4, д показан результат смены плоскости отражения  $(0\bar{2}2)$  на перпендикулярную  $(022)$ .

Теперь поменяем знаки деформации в моделях. Данная работа выполнена для ошибки возбуждения  $s$ , равной нулю. В этом случае смена знака  $\omega$

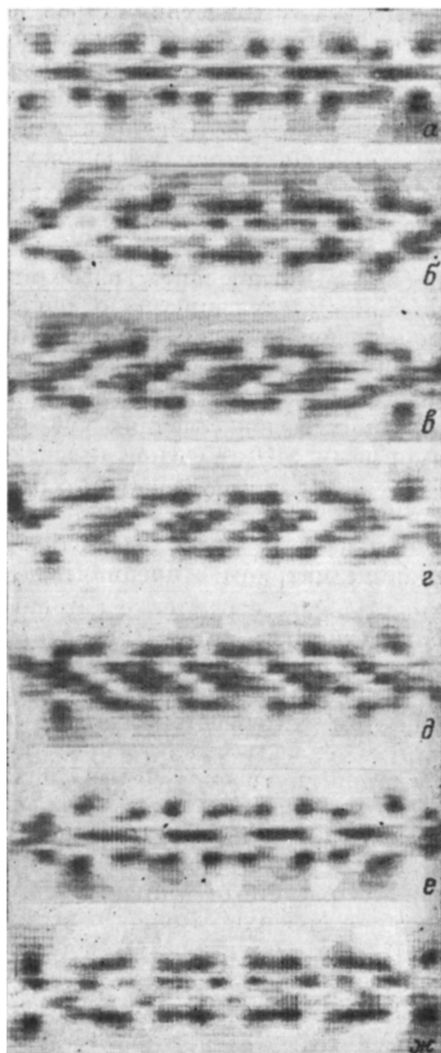


Рис. 4. Расчетные изображения СД для направления залегания  $[011]$ .

Модель А: а (рис. 1, б) и б (рис. 1, в) получены при  $\mathbf{g}=(0\bar{2}2)$ , вклад петель для них междуузельного типа; е и ж — отвечают а и б, вклад петель изменен на вакансионный. Модель Б:  $\mathbf{g}=(0\bar{2}2)$  (в),  $\mathbf{g}=(02\bar{2})$  (г) и  $\mathbf{g}=(022)$  (д). Дефект междуузельного типа.

приводит к такому же результату, как и смена знака отражения, так как безразлично, за счет какого сомножителя меняется знак скалярного произведения  $(\mathbf{g} \cdot \mathbf{R})$  (здесь  $\mathbf{R}$  — соответствующее задаче поле вектора перемещений, скалярное произведение указанного вида фигурирует в дифракционных уравнениях  $[10]$ ). В результате изображение для модели Б оказывается совпадающим с рис. 4, г, для модели А — с рис. 4, е, ж. Модель А реализуется суперпозицией двух полей напряжений (петли и стенки), для каждого из которых возможны два знака деформации. Следовательно, общее число вариантов четыре (рис. 4, а, б и е, ж).

В результате получается, что расчетное изображение на рис. 4, в можно соотнести с экспериментальным изображением на рис. 3, а, рис. 4, г — с рис. 3, б. Совпадение при этом подтверждается не только закономер-

ностями расположения темных полос в трех рядах, но и одинаковым чередованием в черно-белом контрасте у мест выхода дефекта на поверхность. Отсюда можно заключить, что на экспериментальных изображениях виден СД — дефект междоузельного типа с осью залегания, параллельной [011]. На расчетном и экспериментальном изображениях разное количество толщинных осцилляций, что объяснено выше.

Теперь можно продемонстрировать, каким образом из приведенного сопоставления расчета и эксперимента следует основной вывод работы, касающийся коэситной природы СД. Имеется зависимость расчетного контраста от отношения сторон дефекта  $l_1/l_2$  при фиксированной плотности несоответствия  $\omega$ . Например, уменьшением  $l_1/l_2$  можно добиться удаления внешних рядов пятен от внутреннего, что приводит к уширению изображения. Ширина экспериментального изображения составляет  $0.8-0.9\xi_y$ . Размеры  $l_1$  и  $l_2$  подобраны в моделях таким образом, чтобы на рис. 3 соответствующая ширина оказалась такой же. Для модели Б  $2l_1=15$ ,  $2l_2=120 \text{ \AA}$  и  $l_1/l_2=1/8$ . Для модели А  $2l_1=15$ ,  $2l_2=30 \text{ \AA}$  и  $l_1/l_2=1/2$ . Видим, что более адекватная модель Б соответствует СД с ярко выраженной лентообразной формой. Однако величина  $l_1/l_2=1/8$  не удовлетворяет (9) и дефект не может считаться целиком состоящим из коэсита. Выход из положения следующий: надо допустить, что СД образован коэситным «ядром», размер сечения которого диктуется (9) и не превышает по площади  $15 \times 120 \text{ \AA}$ , а остальная часть объема заполнена другой фазой. Как уже отмечалось, прямое разрешение не демонстрирует двух или более кристаллических фаз в сечениях СД, что позволяет считать неизвестную фазу аморфным  $\text{SiO}_2$ . Сечение коэсита поперечной плоскостью можно считать следующим: прямоугольник с размерами  $15 \text{ \AA}$  (вдоль  $x_1$ ) и  $\leq 24 \text{ \AA}$  (вдоль  $x_2$ ).

В рассматриваемых моделях не учитываются детали сопряжения на границе матрицы и преципитата (как и сама детальная форма границы), что отражает стремление авторов выделить общие черты у совокупности конкретных дефектов (см. цитированную литературу по прямому разрешению). Эффективный вектор смещения введен (рис. 2) из чисто визуальных оценок, не все детали в искажении кристаллографических плоскостей при этом учитываются. Такой, оставшийся неучтенным, вклад в деформации может быть ответственным за то, что на экспериментальной микрофотографии внутренняя часть в целом менее интенсивна, чем внешняя, а на расчетных картинах интенсивности внешних и внутренних пятен одинаковы. Наклон пятен во внешних рядах у выходов СД на поверхность (в эксперименте) можно объяснить влиянием свободной поверхности, которое в расчете не учитывалось. (Сам факт наклона в моделях отражен, влияние поверхности могло бы сделать его более заметным).

В работе показано, что сопоставление расчетных и экспериментальных изображений для двух моделей (источником одной является чисто континуальный анализ в сочетании с кристаллографической интерпретацией, источником другой — эксперимент по прямому разрешению атомной структуры поперечного сечения дефекта) приводит к выбору модели Б. Она воспроизводит экспериментально наблюдаемую структуру дифракционного изображения и изменения этого изображения при смене дифракционных условий; оценка гидростатического давления в этой модели приводит к реалистичному выводу о том, что сильно сплюснутый (лентоподобный) дефект должен состоять по крайней мере из двух фаз  $\text{SiO}_2$  (кристаллической и аморфной).

Модель А приводит к менее привлекательным следствиям: в рядах внешних пятен отсутствует относительный сдвиг, может почти исчезнуть внутренний ряд, а оценка ГД показывает, что предположение о коэситной природе для данной модели не самосогласовано. Для модели А коэсит оказывается метастабильной фазой при любом отношении сторон.

Можно считать, что модель Б дает удовлетворительное приближение для описания реального СД. Это приближение уточняет предположение

о коэзитивной природе СД и позволяет идентифицировать приведенные изображения как соответствующие междоузельному преципитату, состоящему из кристаллической и аморфной фаз  $\text{SiO}_2$ .

### Список литературы

- [1] Bartsch H., Hoehl D., Kästner G. // Phys. St. Sol. (a) 1984. V. 83. N 2. P. 543—551.
- [2] Pasemann M., Hoehl D., Aseev A. L., Pchelyakov O. P. // Phys. St. Sol. (a). 1983. V. 80. N 1. P. 135—139.
- [3] Tempelhoff K., Spiegelberg F., Gleichmann R., Wruck D. // Phys. St. Sol. (a). 1979. V. 56. N 1. P. 213—223.
- [4] Bourret A., Thibault-Desseaux V., Seidman D. N. // J. Appl. Phys. 1984. V. 55. N 4. P. 825—836.
- [5] Bender H. // Phys. St. Sol. (a). 1984. V. 86. N 1. P. 245—261.
- [6] Bergholz W., Pirouz P., Hutchison J. L. // Proc. 13th Intern. Conf. Defects in Semicond. Coronado, California, 1984. Publ. of Metallurgical of AIME, P. 717—723.
- [7] Bergholz W., Pirouz P. // J. Appl. Phys. 1985. V. 58. N 9. P. 3419—3424.
- [8] Zoltai T., Buerger M. J. // Z. Kristallogr. 1959. V. 111. N 2. P. 129—141.
- [9] Bender H., Vanhellefont J. // Phys. St. Sol. (a). 1988. V. 107. N 2. P. 455—467.
- [10] Малышев К. Л., Гуткин М. Ю., Романов А. Е., Ситникова А. А., Сорокин Л. М. // ФТТ. 1988. Т. 30. № 7. С. 2040—2045.
- [11] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций. М.: Атомиздат, 1972. 600 с.
- [12] Владимиров В. И., Романов А. Е. Дисклинации в кристаллах. Л.: Наука, 1986. 224 с.
- [13] Бронштейн И. Н., Семяндяев К. А. Справочник по математике. М.: ГИФМЛ, 1954. 608 с.
- [14] Малышев К. Л., Гуткин М. Ю., Романов А. Е., Ситникова А. А., Сорокин Л. М. // Препринт ЛФТИ. 1987. № 1109. 43 с.

Физико-технический институт  
им. А. Ф. Иоффе АН СССР  
Ленинград

Поступило в Редакцию  
7 июня 1989 г.