

УДК 537.35

©1993

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИСЛОКАЦИЙ В ГЕРМАНИИ ПО СПЕКТРАМ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ

*А. Н. Изотов, А. И. Коллюбакин, С. А. Шевченко, Э. А. Штейнман*

В монокристаллах германия, содержащих прямолинейные сегменты дислокаций с дефектами упаковки различной ширины, исследовано влияние величины сдвигового напряжения  $\tau$ , действующего на частичные дислокации, на форму спектров дислокационной фотолюминесценции (ДФЛ). Выведена формула, связывающая номер  $n$  крайних узких линий в спектрах ДФЛ с величиной  $\tau$ . Сравнение экспериментальной и теоретической зависимостей  $n(\tau)$  позволило определить энергию дефектов упаковки  $\gamma = 90 \pm 20$  эрг/см и равновесное расщепление  $R_0 = 5 \pm 1$  нм дислокаций. Полученные значения структурных параметров дислокаций хорошо совпадают со значениями, полученными из электронно-микроскопических исследований.

В [1-3] было показано, что спектр дислокационной фотолюминесценции германия (ДФЛ), содержащего достаточно длинные ( $\geq 100$  нм) прямолинейные сегменты расщепленных дислокаций с дефектами упаковки (ДУ) различной ширины, содержит набор узких линий. Положение этих линий можно описать формулой

$$E_n = E_0 - A \exp(-ng), \quad (1)$$

отражающей связь между энергией  $E_n$  и номером  $n$  для всех линий ДФЛ. Здесь  $E_0 = 0.512$  эВ,  $A = 0.141$  эВ,  $g = 0.167$  [2]. Каждая линия соответствует рекомбинации на  $60^\circ$  дислокациях с определенной шириной ДУ, причем равновесному расщеплению  $R_0$  соответствует линия с энергией около 512 мэВ, обозначаемая нами  $d8$ .

Использованная в [3] методика приготовления образцов с дислокациями позволяет изменять расщепление дислокаций контролируемым образом — только увеличивать или только уменьшать его, причем дислокации как целое остаются неподвижными. Это позволяет рассчитать изменение величины расщепления, которая должна получаться при заданной внешней нагрузке. Находя это же изменение по спектрам ДФЛ на основе установленной ранее [1-3] связи между спектрами ДФЛ и гистограммами расщепления, можно определить такие важные параметры расщепленных дислокаций, как равновесную ширину ДУ  $R_0$  и его энергию  $\gamma$ . Оказалось, что определенные таким необычным способом структурные характеристики дислокаций хорошо согласуются с результатами электронно-микроскопических исследований.

## 1. Методика

Монокристаллы Ge  $n$ -типа с  $N_d = 2 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$  и  $p$ -типа с  $N_a = 2 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$ , ограниченные плоскостями (111), (12 $\bar{3}$ ) и ( $\bar{5}$ 41), пластически сжимались вдоль направления [12 $\bar{3}$ ] при 700° С на 0.2–1% и поддавливались с внешней нагрузкой 30 МПа в течение 5 мин при 400° (1 стадия). При этих условиях работала одна система скольжения с вектором Бюргера полных дислокаций  $\mathbf{B} = [10\bar{1}]$  и плоскостью скольжения (1 $\bar{1}$ 1). Из этих кристаллов вырезались образцы, ориентированные так, чтобы длинная ось была перпендикулярна  $\mathbf{B}$  и составляла угол  $\alpha = \pm 45^\circ$  с плоскостью скольжения (1 $\bar{1}$ 1).

На II стадии образцы сжимались при 200° С приложенной вдоль этой оси внешней нагрузкой  $\sigma$ . В этих условиях ненулевое сдвиговое напряжение  $\tau$  действует только на частичные дислокации, а нулевое — на полные (так как  $\sigma \perp \mathbf{B}$ ). При этом дислокации как целое неподвижны, а ДУ либо расширяется ( $\alpha = 45^\circ$ ), либо сужается ( $\alpha = -45^\circ$ ) [2,3]. Образцы охлаждались под нагрузкой до комнатной температуры со скоростью 2° в минуту. При этом неравновесные ширины ДУ «замораживались». Более детальное описание данной методики приведено в [3].

Спектры ДФЛ нормированы на чувствительность приемника.

## 2. Эксперимент

Из рис. 1 следует, что после I стадии деформации в спектрах ДФЛ имеется только линия  $d\delta$ , соответствующая равновесному расщеплению. После II стадии узкие линии появляются в основном только с коротковолновой стороны от линии  $d\delta$  при расширении ДУ и с длинноволновой — при его сужении, что впервые наблюдалось в [2]. Чем больше приложенная нагрузка, тем больше новых линий появляется в спектре, т.е. тем больше отклоняется величина расщепления от равновесной.

Чтобы убедиться, что за время II стадии деформации успевают устанавливаться неравновесные расщепления, соответствующие данной внешней нагрузке  $\sigma$ , применялись и другие условия нагружения образцов на этой стадии.

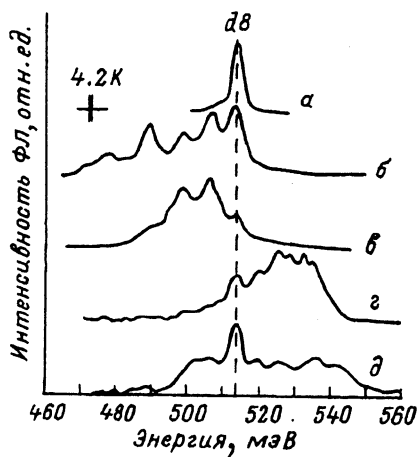


Рис. 1. Спектры ДФЛ германия  $p$ -типа с  $N_a = 1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ .

Сдвиговое напряжение  $\tau$ , действующее на частичные дислокации (МПа): 0 (а), -200 (б), -140 (в), 125 (г), 190 (д). Штриховая линия показывает положение линии  $d\delta$ .

1) Нагрузка  $\sigma$  прикладывалась к образцам при  $300^\circ \text{C}$  с последующим охлаждением под этой нагрузкой до комнатной температуры.

2) Образцы выдерживались при  $200^\circ \text{C}$  под нагрузкой  $\sigma$  в течение 10 ч с последующим охлаждением под этой нагрузкой.

3) Образцы выдерживались при  $200^\circ \text{C}$  в течение 1 ч под нагрузкой, превышающей  $\sigma$  в 1.2–2 раза; затем внешняя нагрузка снижалась до величины  $\sigma$  и образцы охлаждались под этой нагрузкой.

При всех использованных способах деформации на II стадии для данного значения  $\sigma$  спектры ДФЛ практически совпадали. Это позволяет говорить о том, что процесс установления неравновесных расщеплений под действием  $\sigma$  успевает завершиться, т.е. время этого процесса не превышает нескольких минут при  $200^\circ \text{C}$ .

Для оценки влияния неоднородности приложения  $\tau$  спектры ДФЛ снимались с разных боковых граней образцов. Образцы с изменениями в спектре, эквивалентными изменениям сдвигового напряжения  $\tau$  более чем на  $\pm 15\%$ , не учитывались. Таким образом, неопределенность величины  $\tau$  не превышает  $\pm 15\%$ .

### 3. Обсуждение

После приложения нагрузки на II стадии деформации частичные дислокации двигались только в течение короткого времени, необходимого для установления величины расщепления, соответствующей данному значению  $\tau$ . Выполнение условия  $\sigma \perp \mathbf{b}$  означает неподвижность полных и частичных дислокаций в процессе охлаждения образцов на II стадии деформации. Поэтому для установления связи между линиями спектров ДФЛ и величинами сдвиговых напряжений  $\tau$  ниже рассматривается статический случай.

Сдвиговое напряжение  $\tau$ , действующее на частичную дислокацию с вектором Бюргерса  $\mathbf{b}$  при внешней нагрузке  $\sigma$ , равно

$$\tau = \sigma \cos \beta \sin \alpha. \quad (2)$$

Здесь  $\beta$  — угол между осью сжатия и  $\mathbf{b}$ . Легко найти, что  $\cos \beta = \cos \varphi \cos \alpha$ , где  $\varphi$  — угол между  $\mathbf{b}$  и проекцией  $\sigma$  на плоскость скольжения. В нашем случае  $\varphi = 60^\circ$ . Тогда

$$\tau = \pm \sigma/4, \quad (3)$$

т.е. фактор Шмида для частичных дислокаций равен 0.25. Знак  $\tau$  получается положительным для  $\alpha = 45^\circ$ , при нагрузке, приводящей к расширению ДУ.

Баланс сил, действующих на частичные дислокации, записывается (см., например, [4]) в виде уравнения

$$\tau b + c/R = \gamma. \quad (4)$$

Здесь  $b$  — модуль  $\mathbf{b}$  ( $b = 0.23 \text{ нм}$  в Ge),  $R$  — расстояние между частичными дислокациями, а коэффициент  $c$  определяется модулями упругости кристалла. Уравнение (4) является приблизительным, так как  $R$  меняется дискретно с шагом  $d$ , равным расстоянию между долинами рельефа Пайерлса в направлении, перпендикулярном линии дислокации:  $R = Nd + d_0$  ( $d_0$  появляется ввиду необходимости учета влияния неупругости при малых  $R$ ). Для Ge  $d = 0.346 \text{ нм}$ .

$n = \text{Ge}, N_a = 2 \cdot 10^{13}$					$p = \text{Ge}, N_d = 1 \cdot 10^{14}$					
$\tau$	-130	-50	75	150	-200	-140	-110	-55	125	190
$n$	4	5	6-7	17-19	4	5	5-6	6-7	14	17-19
$(n-8)/\tau$	0.031	0.041	0.067	0.053	0.020	0.021	0.023	0.027	0.048	0.050

В [3] показано, что между номером  $n$  каждой линии ДФЛ и соответствующим ей целым числом  $N$  существует простая связь  $N = n + \Delta$ , причем  $\Delta$  нам неизвестна. Тогда уравнение (4) преобразуется в

$$\tau b + c/d(n + \Delta_1) = \gamma, \quad (5)$$

где  $\Delta_1 = \Delta + d_0/d$ . Поскольку равновесному расщеплению соответствует линия  $d8$  ( $n = 8$ ), т.е.  $R_0 = d(8 + \Delta_1)$ , то при  $\tau = 0$  получаем

$$\gamma = c/d(8 + \Delta_1). \quad (6)$$

Из (5) и (6) следует

$$(n - 8)/\tau = (n + \Delta_1)b/\gamma. \quad (7)$$

Таким образом, формула (7) устанавливает связь между номером линии ДФЛ  $n$  и величиной  $\tau$ .

Однако из рис. 1 видно, что данной внешней нагрузке соответствует не одна, а несколько линий. Поскольку выше было показано, что полученные спектры соответствуют заданному значению  $\sigma$ , мы заключаем, что формуле (7) соответствуют только крайние линии, наиболее удаленные от равновесной линии  $d8$ . Все остальные линии обусловлены, по-видимому, действием различных препятствий, мешающих движению дислокаций.

Что касается точности определения номера  $n$  крайней линии, то необходимо отметить следующее. Во-первых,  $\tau$  может изменяться непрерывно, а  $R$  только дискретно. Уже поэтому для  $n$  мы должны приписать формальную ошибку  $\pm 0.5$ , если даже она находится из спектра точно. Во-вторых, часто вблизи края спад спектра не слишком резок, что не позволяет выбрать однозначно номер крайней линии. Отсюда возникает ошибка  $\pm 0.5$  для длинноволновых линий (например,  $n = 5 \div 6$ ) и  $\pm 1$  или

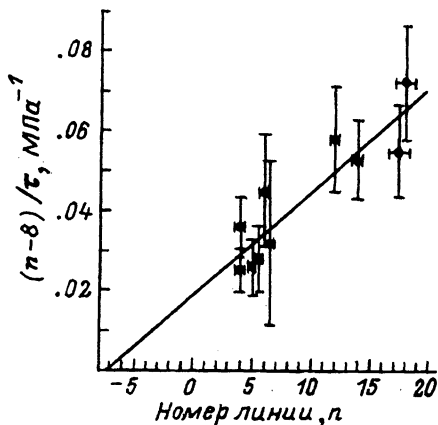


Рис. 2. Экспериментально определенная величина  $(n-8)/\tau$  как функция номера  $n$  крайней линии в спектре ДФЛ для  $\tau$ , изменяющегося от -200 до 190 МПа.

$\pm 2$  для коротковолновых линий (поскольку последние ближе расположены друг к другу). В-третьих, линии с номерами  $n > 14$  (уширенный ДУ) начинают перекрываться и величину  $n$  нельзя точно подсчитать. В этих случаях номер линий с вышеуказанной точностью определялся по энергии коротковолновой границы спектра исходя из формулы (1).

С учетом всего этого в таблице приведены значения номеров крайних линий спектров ДФЛ при различных  $\tau$  (с указанием ошибки для  $n$ ) для двух серий образцов.

Используя определенные таким образом значения  $n$  и соответствующие им значения  $\tau$ , можно построить экспериментальную зависимость  $(n - 8)/\tau$  как функцию  $n$ . Из рис. 2 видно, что экспериментальные точки удовлетворительно ложатся на прямую, проведенную методом наименьших квадратов. В соответствии с формулой (7) по наклону этой прямой находится значение  $b/\gamma$ , а из ее пересечения с осью абсцисс — значение  $\Delta_1$ , т.е. величина равновесного расщепления дислокаций  $R_0$ . По параметрам прямой линии мы получили значения  $\gamma = 90 \pm 20$  эрг/см<sup>2</sup> и  $\Delta_1 = 6 \pm 3$ , откуда  $R_0 = 5 \pm 1$  нм.

Обычно ширину ДУ дислокаций  $R_0$  определяют по электронно-микроскопическим исследованиям. Для  $60^\circ$  дислокаций в Ge  $R_0 = 5 \pm 1$  нм [5-7], что хорошо согласуется с полученными нами величинами  $R_0$ . Значение  $\gamma$  после этого вычисляется с использованием теоретической связи между  $\gamma$  и  $R_0$  [4]. Для ДУ типа вычитания в Ge  $\gamma = 70 \pm 25$  эрг/см<sup>2</sup> [5-7]. Величина  $\gamma$ , полученная нами прямым методом, также хорошо согласуется с этим значением.

Совпадение в пределах ошибок величин равновесного расщепления и энергии дефекта упаковки дислокаций, определенных в данной работе нетрадиционным методом, с электронно-микроскопическими данными позволяет количественно подтвердить модель, используемую нами для объяснения природы узких линий в спектрах ДФЛ.

В целом можно заключить, что спектр ДФЛ действительно отражает распределение ДУ по размерам, что в некоторых случаях единственный спектр ДФЛ ввиду своей интегральности для объема примерно  $0.5 \times 0.5 \times 0.01$  мм может заменить десятки электронно-микроскопических фотографий, которые необходимы для накопления статистики по тому же объему образца и получение которых является довольно трудоемкой задачей.

#### Список литературы

- [1] Изотов А.Н., Колюбакин А.И., Шевченко С.А., Штейнман Э.А. // ДАН СССР. 1989. Т. 305. № 5. С. 1104-1106.
- [2] Izotov A.N., Kolyubakin A.I., Shevchenko S.A., Steinman E.A. // Proc. Int. Conf. Sci. and Techn. of Defect Control in Semicond. Yokohama, Japan, 1990. P. 1447-1452.
- [3] Izotov A.N., Kolyubakin A.I., Shevchenko S.A., Steinman E.A. // Phys. Stat. Sol. (a). 1992. V. 130. N 1. P. 193-198.
- [4] Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций: Пер. с англ. М., 1972. 599 с.
- [5] Gomez A., Cockayne D.J.H., Hirsch P.B., Vitek V. // Phil. Mag. 1975. V. 31. N 1. P. 105-113.
- [6] Carter C.B. // Comptes rendus du Colloque International du C.N.R.S. Dislocations: Core struct. and phys. properties. Aussios, France, 1984. P. 227-251.
- [7] Shevchenko S.A., Khodos I.I., Snigireva I.I. // Phys. Stat. Sol. (a). 1985. V. 91. N 2. P. 523-531.

Институт физики твердого тела РАН  
Черноголовка  
Московская область

Поступило в Редакцию  
26 ноября 1992 г.