Таким образом, имитации алмаза материалом, содержащим металлические добавки или включения, можно распознать по характерному отсутствию плато на зависимостях $\Delta U(F)$, хотя величина сигнала ΔU значительна. Дополнительным преимуществом является возможность применения этого метода для проводящих алмазоподобных структур микроэлектроники.

Представляет интерес вопрос о влиянии толщины t исследуемого образца и матрицы, в которую он вставлен (либо на какой подложке образец размещается при измерениях), на уровень выходного сигнала термопары, что особенно важно для пленочных структур. Другие линейные размеры образца в меньшей степени, чем толщина, влияют на ΔU , поскольку их характерные размеры обычно больше толщины и много больше размеров поверхностного теплового источника (наконечника). В качестве подложки использовались массивные бруски меди и фторопласта, а объектом были стекла различной толщины но одинаковой площади $S = 10 \text{ мм} \times 5 \text{ мм} = 50 \text{ мм}^2$. Выбор подложек обуславливался двумя предельными случаями коэффициентов теплопроводности по отношению к χ стекла, а именно: χ_{сu}>>χ стекла и у фторопласта < и стекла. На рис.3 представлены типичные зависимости ΔU от толщины стекла t при фиксированной мощности нагревателя P для двух массивных подложек из меди и фторопласта. Видно, что размерные эффекты для стекол практически исчезают при г≥1 мм. Наличие зависимости ΔU от толщины образца накладывает дополнительные ограничения на миниатюрность кристаллов при их идентификации по методу теплопроводности в датчиках, построенных по принципу "Diamond Probe".

 Корнилов Н.И., Солодова Ю.П. Ювелирные камни. М., 1986.
 Шепелевич В.Г. // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1988. Т.24. №4. C.542.

3. Устройства автоматики и робототехники на эффекте Холла: Учебн. пособие / В.И.Прокошин, В.Г.Шепелевич, В.А.Ярмолович. Мн., 1991.

4. Справочник по триботехнике / Под ред. М.Хебды, А.В.Чичинадзе. М., 1989. Т.1.

5. Справочник по электротехническим материалам / Под ред. Ю.В.Корицкого, В.В.Пасынкова, Б.М.Тареева. Л., 1988. Т.3.

Поступила в редакцию 19.05.97.

УДК 621.315.592

П.И.ГАЙДУК, В.С.ТИШКОВ, С.Ю.ШИРЯЕВ, А.Н.ЛАРСЕН (ДАНИЯ), Ф.Ф.КОМАРОВ

ЭВОЛЮЦИЯ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ИМПЛАНТИРОВАННЫХ МЫШЬЯКОМ СЛОЯХ SiterGer

The transformation of structural defects in high-dose arsenic-implanted, epitaxially grown, relaxed Si_{1,x}Ge_x ($x \le 0.5$) during rapid thermal annealing (RTA) has been investigated by TEM as a function of the composition x. The formation of the monoclinic GeAs precipitates was revealed at high RTA temperature. The precipitates were found to be coexisted with dislocations in the alloys with x=0,15=0,25 but not coexisted in the alloys with x=0,4=0,5. The three-dimensional defects of a new type (so called hair-like defects) were registered in the alloys with x=0,15=0,25. Such defects were not observed earlier in silicon and are supposed to be a result of comprehensive interaction between dislocations and GeAs precipitates.

Зависимость типа и концентрации дефектов структуры от стехиометрического состава сплавов Si_{1-x}Ge_x после ионной имплантации ионов мышьяка и быстрого термического отжига (БТО) интересна по ряду причин. Во-первых, существуют серьезные различия в накоплении и отжиге дефектов в имплантированных слоях Si и Ge. Хорошо известно, что БТО аморфизованных при имплантации слоев Si сопровождается формированием мелких дислокационных петель (ДП) при 700-800°С, которые трансформируются в большие ДП и дислокации при 900-1000°С и полностью отжигаются при

1050-1100°С [1-3]. В противоположность этому высокодозная имплантация тяжелых ионов в Ge формирует в приповерхностной области неоднородные дефектные структуры переменной плотности [4], которые практически невозможно устранить при последующем отжиге. Поэтому с точки зрения структуры несомненый интерес представляют сплавы Si_{1.7}Ge, с различным x. Во-вторых, в [5] говорилось о формировании преципитатов GeAs в сплавах Si_{0,5}Ge_{0,5} после имплантации As⁺ до дозы 6x10¹⁶см⁻², которая соответствует пиковой концентрации примеси 10²²см⁻³. Нами также сообщалось о формировании преципитатов GeAs в релаксированном Si_{0.4}Ge_{0.6} после БТО [6]. Установлено, в частности, что в сплаве Si₀₄Ge₀₆ мышьяк выделяется в моноклинную GeAs фазу при пиковой концентрации As по крайней мере на порялок меньшей, чем в случае чистого кремния [7]. Это свидетельствует о том, что критическая концентрация зарождения преципитатов должна зависеть от содержания Ge в сплаве SiGe. Неожиданным в [6] явился тот факт, что появление преципитатов GeAs в сплаве Si_{0.6}Ge_{0.4} сопровождалось полным отжитом дефектов дислокационного типа. Это существенно отличается от результатов структурных исследований слоев Si, в которых преципитаты сосуществуют с дислокациями [7].

Целью настоящей работы явилось расширение исследований эволюции дефектов структуры в сплавах $Si_{1-x}Ge_x$ на диапазон композиционного состава 0,15< x<0,5. Это позволило провести систематические исследования взаимодействия преципитатов и дислокаций в имплантированных слоях $Si_{1-x}Ge_x$ при БТО.

Материал и методика

Использованные образцы представляли собой релаксированные эпитаксиальные слои сплавов Si_{1-x}Ge_x толциной 2 мкм, выращенные методом молекулярно-лучевой эпитаксии на буферных слоях с композиционноварьируемым составом. Рост проводился на пластинах (001) Si с использованием установки VG Semicon V80. Детали роста были подробно описаны в [8]. Слои имели следующий композиционный состав: x=0,15; 0,25; 0,4; 0,45 и 0,5 и низкую концентрацию ростовых дислокаций (<10⁶ см⁻²); качество слоев контролировалось с помощью методов резерфордовского обратного рассеяния и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

Имплантацию ионов As⁺ проводили при комнатной температуре до дозы $8 \cdot 10^{15}$ см⁻² при разориентации пластины на 7°. Энергия ионов выбиралась между 160 и 180 кэВ с тем, чтобы достичь параметров, близких к профилю распределения примеси в образцах с различным композиционным составом (пиковая концентрация порядка $9 \cdot 10^{20}$ As/см³ и средний проецированный пробет ионов 100 нм). Для сравнения: пластины монокристаллического (001) Si были имплантированы ионами As⁺ с энергией 150 кэВ до дозы $8 \cdot 10^{15}$ см⁻². ПЭМ-исследования подтвердили высокую гомогенность аморфизованных имплантацией слоев: ни в одном из режимов имплантации не обнаружено формирование дефектных структур, характерных для Ge [4]. Все имплантированые образцы были затем обработаны в установке для БТО в атмосфере аргона в течение 15 с при температуре, равной 0,55–0,8 температуры плавления (T_{nn}) соответствующих сплавов. Дефекты структуры исследовались с помощью методов ПЭМ в направлениях plan-view и cross-section с использованием микроскопа Phillips CH20, работающего при 200 кэВ.

Результаты и их обсуждение

Установлено, что трансформация дефектов структуры в слоях Si_{1-x}Ge_x сильно зависит от композиционного состава сплавов и температуры БТО. Это иллюстрируется репрезентативными результатами ПЭМ-исследований, представленными на рис. 1,2. Светлопольные и темнопольные ПЭМ-изображения

структуры получены от имплантированных слоев различного состава после отжига при сопоставимых температурах по отношению к температуре плавления (T_{пл}) сплавов. БТО при сравнительно низких температурах (0,6-0,65 T_{пл}) (рис.1а) приводит к формированию полных и частичных дислокационных петель (ДП) и стержнеобразных дефектов со средним размером (10 нм) и высокой плотностью (10¹²-10¹³ см⁻²). ПЭМ-исследования образцов в геометрии cross-section показали, что дефекты расположены на глубине 120-180 нм от поверхности и, очевидно, являются результатом отжига имплантационных нарушений, расположенных глубже первоначального аморфного слоя. Подобные дефекты наблюдались ранее в аморфизованных мышьяком слоях Si после БТО при 800-900°С [2,3]. Обнаружено, что после БТО с температурой 0,7 $T_{n\pi}$ и выше для двух интервалов по x (x=0,15-0,25 и x=0,4-0,5) структура слоев качественно различается. Увеличение температуры БТО до 0,7 Т_{пп} приводит к увеличению размеров ДП и, как результат, к формированию болыших ДП и дислокаций (рис. 16, 2a). Как видно из представленных микрофотографий наиболее существенная трансформация дефектов структуры происходит с увеличением х с 0,25 до 0,5. Важной отличительной чертой структуры сплавов Si_{1-r}Ge_r с x=0,4-0,5, отожженных при 750°C (0,7 $T_{\pi\pi}$), является формирование междоузельных дефектов упаковки (ДУ) ярко выраженной гексагональной формы; появление подобных ДУ свидетельствует о недосышении слоя собственными междоузельными атомами (СМА) внутри слоя [9].

Ускорение отжига дислокаций в сплавах с *x*=0,4-0,5 достаточно хорошо прослеживается и при сравнительном анализе результатов, представленных на рис. 1*в*,*е* и рис. 2*б*,*в*.

1. В соответствии с недавно опубликованными результатами [6], в слоях Si_{1-x}Ge_x с 0,4< x<0,5 после БТО при T=900°С (0,8 T_{пл}) формируются сферические дефекты с большой плотностью (10¹⁰см⁻²) и средним диаметром около 10-30 нм (рис.26). С использованием методов рентгеновского микроанализа и просвечивающей электронной микродифракции установлено, что эти дефекты являются преципитатами GeAs с моноклинной кристаллической структурой (детали анализа можно найти в [6]). Вместе с тем в слоях не было обнаружено признаков существования дефектов дислокационного типа (см. рис.26). Следующий экспериментальный результат указывает на пороговый характер отжига дислокаций и формирование преципитатов в сплавах Si_{1-x}Ge_x (x=0,4-0,5). Слои после БТО при 850°С содержат невысокую плотность дислокационных петель (около 10⁷см⁻²), но не содержат выделений GeAs (см. рис.26). Структура противоположного характера (присутствие GeAs и отсутствие ДП) характерна для имплантированных слоев после БТО при 875°С (см. рис.2в). Этот результат свидетельствует не только о пороговом характере формирования выделений, но и о возможном влиянии процесса зарождения преципитатов на ускоренный отжиг дефектов дислокационного типа. Пороговый характер формирования выделений GeAs подтверждается также данными таблицы. Здесь приведены результаты оценки количества атомов As, находящихся в составе выделений GeAs. При расчетах мы учитывали, что элементарная ячейка моноклинного GeAs содержит 12 атомов As и объем ячейки равен 0,55 им³ [10]. Из приведенных данных видно, что количество атомов As в составе выделений GeAs (N_{As}) резко возрастает в узком температурном интервале между 850 и 900°С. Дальнейшее увеличение температуры (вплоть до 1000°С) не приводит к значительному росту инкорпорированного в GeAs мышьяка; рост среднего размера преципитатов сопровождается в этом случае уменышением их плотности. Другой важной особенностью является возрастание N_{AS} с увеличением x; этот факт, очевидно, отражает зависимость растворимости мышьяка в Si_{1-x}Ge_x от x.

Средний размер прецинитатов (d_{npeu}), их поверхнастная копцентрация (n_{npeu}) и количество инкорпорированного в преципитаты мышьяка (N_{As}) в зависимости от композиции сплава x, а также температуры и длительности БТО (T_a и t_a)

x	T _a , C	t _a ,C	<i>d</i> _{пред} ,нм	H _{Bpell} , CM- ²	$N_{\rm Ap}$ cm ⁻²
0,4	850	2-15	выделений не обнаружено		
0,4	875	15	18	5,7e09	· 3,7e14
0,4	900	2	20	1,2e10	1,1e15
0,4	900	15	26	7,3e09	1,4e15
0,45	850	2-15	выделений не обнаружено		
0,45	900	15	25	1,0e10	1,7e15
0,45	1000	15	36	3,3e09	1,7e15
0,5	850	2-15	выделений не обнаружено		
0,5	875	15	20	5,2e09	4,6e14
0.5	900	15	28	9.0e09	2.2e15







Рис. 1. Темнопольные (*a*, б) и светлопольные (*в*, *г*) ПЭМ-изображения структуры слоев Si_{0.75}Ge_{0.25}, полученных после имплантации мышьяка и БТО при 700°С (*a*), 820°С (б) и 950°С (*в*, *г*). Cross-section микрофотография (*г*) показывает поперечный вид ВДП на различных этапах их эволюции.

2. Совершенно иной характер развития дефектов структуры обнаружен в сплавах с x=0,15-0,25, отожженных при сходных (по отношению к $T_{n,3}$) температурах БТО (см. рис. 1*в*,*г*). В этом случае можно выделить вторичные дефекты трех типов:

- отдельные дислокации и дислокационные петли;

– гетерогенные и гомогенные преципитаты сравнительно малого размера (5–10 нм), некоторые из них указаны стрелками на рис.1*в.е.* Электроннодифракционный анализ области, содержащей преципитаты, позволил установить присутствие экстра-рефлексов, обусловленных дифракцией на моноклинной фазе GeAs.

— объемные дефекты структуры совершенно нового типа со сложной внутренней структурой впервые обнаружены в слоях Si_{0,75}Ge_{0,25} после отжига при 950°С. В последующем мы будем называть их волосоподобные дефекты.

Как видно из рис. 1*в*, внутренняя структура таких дефектов включает дислокационные конфигурации (дефект А) или дислокационные конфигурации (дефект Б), которые декорированы малыми преципитатами. Изображение дефекта Б в поперечном сечении (см. рис. 1*г*) показывает, что волосоподобные дефекты имеют форму полуэллипсоидов, распространенных от поверхности до глубины 120–200 нм. Зарождение волосоподобных дефектов, по-видимому, тесно связано с взаимодействием между дислокациями и преципитатами. Этот вывод следует из следующих основных наблюдений: во-первых, анализ контраста дефектов, обозначенных как "В" на микрофотографиях на рис. 1*в,г,* позволяет считать, что эти дефекты находятся на первоначальной стадии формирования волосоподобных дефектов. На ПЭМ-изображениях таких дефектов можно различить как контраст от преципитата, присоединенного к исходной дислокации (или ДП), так и контраст, обусловленный новыми дислокациями, зарождающимися вокруг преципитатов. Во-вторых, волосоподобные дефекты не были зарегистрированы вокруг гомогенных преципитатов как в сплавах с x=0,15-0,25 (см. рис. 1*в*), так и x=0,4-0,5 (см. рис. 2*в*). Вместе с тем необходимо отметить, что гомогенные преципитаты также становятся источником дислокаций при более высоких температурах БТО (1000–1050°С).





0.35 MRM

Рис.2. Темнопольное (*a*) и светлопольные ($\delta_{, \theta}$) ПЭМ-изображения структуры слоев Si_{0,55}Gc_{0,45}, полученных после имплантации мыньяка и БТО при 750°С (*a*), 850°С (δ) и 875°С (θ).

Результаты ПЭМ-исследований могут быть суммированы (рис.3). Здесь мы определили температуру формирования преципитатов (Тпрец) и температуру отжига дислокаций (T_{men}). Первая определяется как минимальная температура, при которой зарегистрировано формирование выделений второй фазы (GeAs). Т_{лисл} можно определить как относительно узкий температурный интервал, в котором плотность дефектов дислокационного типа уменьшается на несколько порядков (или до их полного отжига). Как следует из рис.3, температура отжига дислокаций уменьшается с ростом х быстрее, чем $T_{\text{прец}}$. В интервале 0,15<*x*<0,25 температура Т_{прец}<Т_{лисл}, тогда как для 0,4<*x*<0,5 Т_{прец}>Т_{лисл}. Это, очевидно, приводит к преимущественному зарождению и росту выделений в сплавах с x=0.15-0.25 на дефектах дислокационного типа и может объяснить различия в эволюции дефектов, описанные ранее. Так, в сплавах с x=0,15-0,25 выделения GeAs зарождаются и растут в условиях, когда дислокации в слое еще существуют. Это приводит к более энергетически выгодному зарождению выделений на дислокациях и ускоренному перераспределению атомов As (одного из компонентов преципитатов GeAs) вдоль дислокационных трубок. Больший средний размер преципитатов, присоединенных к дислокациям, (см. рис.1в) подтверждает это заключение. В свою очередь, преципитаты GeAs влияют

на эволюцию дислокаций, поскольку играют роль малоподвижных препятствий для их перемещения и являются источником размножения дислокаций. Мы предполагаем, что волосоподобные дефекты являются результатом таких взаимодействий между дислокациями и выделениями. Другой важный результат, который следует из анализа данных рис.3 заключается в различии температуры отжига дислокаций ($T_{\rm дисл}$) относительно температуры плавления сплавов с разным композиционным составом. Значение $T_{\rm дисл}$ составляет 0,8 $T_{\rm ил}$ для сплавов с 0 < x < 0,25 и около 0,75 $T_{\rm пл}$ для сплавов с x=0,4-0,5. Наблюдаемый ход зависимости $T_{\rm дисл}$ от x можно объяснить двояким образом. Отклонения точек, полученных для сплавов с x=0,15-0,25, с одной стороны, могут являться следствием замедления дислокациям [9]. С другой стороны, возможно, что существенное ускорение дислокациям [9]. С другой стороны, возможно, что существенное ускорение дислокационных вакансий в сплавах с x=0,4-0,5 определяется инжекцией неравновесных вакансий в условиях интенсивного роста выделений GeAs и стоком дислокаций на образующиеся границы фаз. Однако мы не исключаем возможности того, что зависимость $T_{\rm дисл}$ от x имеет более сложный характер.



Рис.3. Температурные зависимости отжига дислокаций (**O**) и формирования выделений GeAs (**■**) от композиционного состава сплава Si_{1-x}Ge_x.

Таким образом, в работе проведены исследования структурного состояния слоев Si_{1-x}Ge_x сплавов (0,15<x<0,5) после высокодозной имплантации ионов As⁺ и последующего БТО. Установлено существование двух интервалов стехиометрического состава (0,15<x<0,25 и 0,4<x<0,5), в которых имеются качественные отличия в структуре слоев. Предполагается, что такие отличия связаны с различными зависимостями температуры отжига дислокаций и температуры формирования выделений второй фазы (GeAs) от стехиометрического состава (x). Впервые обнаружено формирование новых дефектов структуры (волосоподобных дефектов) в сплавах с x=0,15-0,25. Природа таких дефектов связана, по-видимому, с взаимодействием между исходными дислокациями и выделениями GeAs фазы.

Настоящая работа выполнялась при финансовом содействии Фонда фундаментальных исследований Беларуси (грант №Т96-159), а также в рамках NATO Linkage Grant №940672. Авторы выражают благодарность Джону Хансену за помощь в приготовлении GeSi сплавов методом МЛЭ.

1. Fair R.B. Rapid Thermal Processing: Science and Technology / Ed. by R.B.Fair. Boston, 1993. P.169.

2. Shiryaev S.Yu., Nylandsted Larsen A., Schwartz Sorensen E., Tidemand-Petersson P. // Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. 1987. B 19/20. P.507.

3. Gaiduk P.I., Nylandsted Larsen A. // J. Appl. Phys. 1990. V.68. P.5081.

4. Holland O.W., Appleton B.R., Narayan J. // J. Appl. Phys. 1983. V.54. P.2295.

5. Fan T.W., Zou L., Wang Z.G. et al. // Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. 1996. B 119. P.510.

6. Tishkov V.S., Gaiduk P.I., Shiryaev S.Yu., Nylandsted Larsen A. // Appl. Phys. Lett. 1996. V.68. P.655.

7. Nobili D., Solmi S., Parisini A.et al. // Phys. Rev. 1994. B49. P.2477.
8. Nylandsted Larsen A., Lundsgaard Hansen J., Schou-.Jensen R.et al. // Phys. Scripta. 1993. V.54. P.208.

9. Fridel J. Dislocations. New York, 1964.

10. Hansen M. Constitution of Binary Alloys. New York, 1958. P.156.

Поступила в редакцию 09.06.97.

УДК 621.315.592

О.П.ЕРМОЛАЕВ, В.В.ЛИТВИНОВ, С.А.ХАКИМ (Египет)

ПРЫЖКОВАЯ ПРОВОДИМОСТЬ ВБЛИЗИ ПЕРЕХОДА ДИЭЛЕКТРИК-МЕТАЛЛ В ГЕРМАНИИ, "ЛЕГИРОВАННОМ" РАДИАЦИОННЫМИ ДЕФЕКТАМИ

The low temperature (down to \sim 1,6K) electric conductivity of germanium "doped" by radiation defects is investigated in the region of the dielectric-metal transition. The conclusion is made that the dielectric-metal transition is a Mott transition.

В последние десятилетия исследование электронных явлений в неупорядоченных системах заняло одно из центральных мест в физике конденсированной среды. Это обусловлено как практическим применением таких систем, так и успехами теоретического описания неупорядоченного состояния.

Особое место в физике неупорядоченных систем занимает проблема перехода диэлектрик-металл (ПДМ) и связанное с этим изменение электронных свойств. Обычно в качестве модели для изучения ПДМ использовались полупроводниковые материалы, легированные металлургически в процессе выращивания. Основными объектами являлись хорошо изученные полупроводники IV группы Ge и Si, легированные примесями III и V групп. Концентрация примеси, однородность ее распределения и степень компенсации отличаются для различных образцов вблизи ПДМ. Более высокая однородность распределения примесей получается при трансмутационном легировании полупроводников.

Особый интерес вызывают исследования низкотемпературной проводимости и ПДМ в кристаллических полупроводниках, свойства которых полностью определяются радиационными дефектами (РД). Удобным объектом для экспериментального изучения явлений прыжковой проводимости и перехода диэлектрик-металл может служить германий, структурно разупорядоченный радиацией. Облучение кристаллического германия быстрыми реакторными нейтронами приводит к тому, что после *n-p*-конверсии свойства материала определяются мелкими радиационными акцепторами с уровнями E_F+0,016 эВ [1]. Таким образом, варьировать концентрацию радиационных акцепторов в одном образце можно достаточно плавно и в очень широких пределах (вплоть до перехода в металлическое состояние), изменяя интегральный поток быстрых реакторных нейтронов. Однородность полученного таким способом материала высока вследствие достаточно малых сечений взаимодействия быстрых нейтронов с германием. Исследование отжига такого материала позволяет изучать и ПДМ с "металлической" стороны на "диэлектрическую" в одном и том же образце.

Настоящая работа посвящена изучению особенностей прыжковой проводимости в области перехода диэлектрик-металл в германии, "легированном" радиационными дефектами с уровнями E_{ν} +0,016 эВ.

Эксперименты проводились на образцах германия с концентрацией сурьмы 3·10¹³ см⁻³. Образцы облучались различными флюенсами быстрых