

УДК 537.311.33(075.8)+621.38(075.8)

П.И. ГАЙДУК

## ФОРМИРОВАНИЕ И ОТЖИГ ТРЕКОВЫХ ДЕФЕКТОВ В ТОНКИХ СЛОЯХ СПЛАВА $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$

Using a transmission electron microscopy, clear evidence is found that track formation in SiGe alloy layers during irradiation with 2,7-GeV  $^{238}\text{U}$  ions strongly depends on the thickness of the sample. Amorphous tracks of diameter of  $\sim 5$  nm are formed at the edge of a wedge-shaped sample ( $15 \div 20$  nm thick). The structure of the tracks is crystalline and the tracks contain clusters of point defects and dislocation loops if the samples are thicker ( $30 \div 40$  nm and  $\sim 70$  nm). The results are ascribed to higher thermal-spike temperatures in thin layers due to restricted energy dissipation and increased surface scattering of excited electrons.

Одним из наиболее интересных проявлений имплантации быстрых тяжелых ионов является формирование треков – длинных, узких, прямолинейных цилиндрических областей с модифицированным структурно-фазовым составом, трассирующих траекторию иона. Как правило, формирование треков наступает при превышении электронных потерь энергии ионов  $S_e$  над соответствующей пороговой величиной [1]. В случае полупроводников критерий трекообразования не столь однозначен и может сильно зависеть от структурных и электронных свойств материала [1–7]. Несмотря на легкость радиационного дефектообразования при ядерном торможении ионов, полупроводники имеют неожиданно низкую чувствительность к электронным потерям  $S_e$ . К настоящему времени известны исследования треков в сложных полупроводниках [2–6]. Неоднократно показана структурная нечувствительность Si и Ge к прохождению тяжелых ионов МэВ–ГэВ-диапазона энергий [1, 7]. В [8–10] сообщалось о формировании треков в SiGe-сплавах. В частности, было установлено, что при прохождении высокоэнергетичных ионов  $^{238}\text{U}$  ( $0,7 \div 2,7$  ГэВ) через приповерхностные слои  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -сплавов происходит формирование трековых дефектов структуры. В приповерхностной области, где электронные потери  $S_e$  превалируют над ядерными  $S_n$ , дефекты выстраиваются в цепочки, которые коррелируют с траекториями ионов. Цепочки дефектов (треки) прерывистые; их концентрация, морфология, внутренняя структура сильно зависят от скорости ионов и композиционного состава  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -сплава [9, 10]. Методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) высокого (атомного) разрешения, ПЭМ в двухлучевых условиях при большом отклонении пучка электронов от точных дифракционных условий ( $s \gg 0$ ), а также резерфордского обратного рассеяния каналированных ионов установлено [8–10], что треки, сформированные при облучении массивных образцов, имеют преимущественно кристаллическую структуру.

В наших исследованиях [8, 11] предложена модель формирования треков в SiGe-сплавах, учитывающая плавление материала в ограниченной в пределах 10÷20 нм области вокруг траектории движения ионов и формирование дефектов структуры при последующей сверхбыстрой рекристаллизации расплава. В настоящей работе для проверки этой модели проводилось исследование процессов формирования трековых дефектов в тонких слоях SiGe-сплавов. В качестве рабочей гипотезы предполагалось, что пространственное ограничение зоны возбуждения, а также включение дополнительного канала поверхностной релаксации возбужденных электронов должно сопровождаться как возрастанием температуры внутри трека, так и ухудшением условий для последующей кристаллизации зоны расплава. Следовательно, при уменьшении толщины облучаемого образца ожидается увеличение вероятности формирования трековых дефектов.

### Методика эксперимента

Слои эпитаксиального сплава  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  ( $0 < x < 1$ ) толщиной 2 мкм выращивали на пластинах (001)-Si *p*-типа проводимости методом молекулярно-лучевой эпитаксии на установке VG Semicon V80. Для релаксации напряжений использовали буферные слои переменного состава [12]. Эпитаксиальные слои высокого структурного качества содержали низкую плотность ростовых дислокаций ( $10^5 \div 10^6 \text{ см}^{-2}$ ). Для изучения эффекта толщины на формирование треков в SiGe-сплавах при их облучении быстрыми тяжелыми ионами исходные структуры представляли собой специально приготовленные клинообразные образцы. Для этого часть образцов полученных гетероэпитаксиальных структур Si/SiGe утоняли с обратной стороны в полирующем травителе  $\text{HNO}_3 : \text{HF}$  (7:1) до формирования отверстия в центре образца. Прилегающие к нему участки имели форму клина. Затем эти образцы фиксировали эпоксидным клеем на микроскопических предметных сеточках и помещали в камеру ускорителя. Образцы облучали ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,64 ГэВ до дозы  $(1 \div 5) \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$  с плотностью тока  $2 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2} \text{ с}^{-1}$

при 300 °С. Часть образцов дополнительно отжигали в печи при температуре 200÷600 °С в течение 20÷60 мин в атмосфере сухого азота. Имплантированные слои исследовали с помощью методов просвечивающей электронной микроскопии в планарном (ПВ-ПЭМ) или поперечном (Х-ПЭМ) сечениях с использованием прибора Philips CM-20. Для демонстрации трековой корреляции дефектов по глубине образцы наклонялись в колонне микроскопа по отношению к пучку электронов на угол  $\sim 5^\circ$ .

### Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены светлопольные микрофотографии (центральная и нижняя), полученные от двух областей клиновидного образца сплава  $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$  различной толщины. Рис. 1 *а* схематически иллюстрирует поперечное сечение образца с указанием качественно различающихся областей. Микрофотография (рис. 1 *б*) получена в двухлучевых условиях формирования изображения с действующим рефлексом типа  $g = 020$  при отклонении от точных брэгговских условий дифракции  $s \sim 0,05 \text{ нм}^{-1}$ ; толщина, которая в этом случае может быть определена по экстинкционным (толщинным) контурам, составляет около 20 нм в пересчете на период экстинкции [13, 14].

Микрофотография (рис. 1 *б*) демонстрирует округлые по форме дефекты, диаметр и внутренняя структура которых сильно зависят от толщины образца. Анализ ПЭМ-изображений, полученных в различных дифракционных условиях, а также исследования в режиме высокого (атомного) разрешения показали, что диаметр треков, локализованных на краю клинообразного образца (толщина образца до 20 нм, зона А), составляет около 4÷7 нм, а внутренняя структура трека характеризуется аморфным строением.

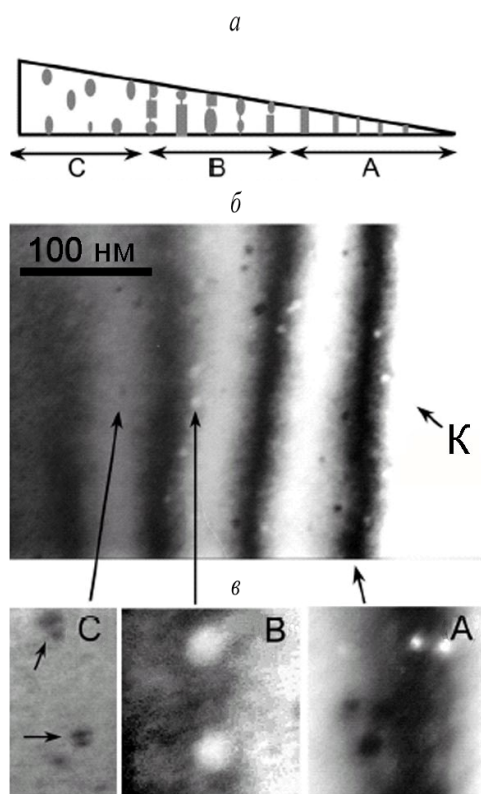


Рис. 1. ПЭМ-изображения планарного сечения клинообразного образца  $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$ -сплава, облученного ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,64 ГэВ: *а* – эскиз поперечного сечения образца с указанием зон различной толщины: А (15÷20 нм), В (30÷40 нм) и С (~70 нм); *б* – панорамное изображение, включающее все три зоны; *в* – увеличенные изображения трековых дефектов, полученные соответственно в зонах А, В и С; стрелка К указывает на край образца

Треки представляют собой темные пятна на светлой стороне толщинного экстинкционного контура, обращенной к толстой стороне клина, и светлые пятна – на темной стороне контура, обращенной к тонкому участку клина. Такое поведение интенсивности в окрестности толщинных контуров обычно объясняется формированием дифракционного контраста на частицах, имеющих плотность меньше, чем окружающая матрица, т. е. на частицах аморфного вещества или нанопорах [13, 14]. Изображение высокого разрешения (рис. 2), полученное от одного из таких дефектов, показывает, что частица действительно состоит из аморфного материала. При этом большинство частиц имеют почти округлую форму с тенденцией ее трансформации к фасетированной (вдоль (111)-плоскостей) форме ядра трека, аналогичная эволюция ранее нами регистрировалась в толстых образцах [8].

Границы раздела между частицами и матричным кристаллом не являются атомно резкими, что можно объяснить частичной кристаллизацией аморфного материала непосредственно на границе раздела или даже внутри треков. Плотность треков с аморфной структурой ядра составляла около  $5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , что хорошо согласуется с дозой облучения. Поэтому можно сделать вывод, что прохождение ионов  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,64 ГэВ через сплавы SiGe приводит к формированию треков с аморфной структурой ядра, если толщина слоев составляет около 20 нм или менее.

При увеличении толщины слоев до 30÷50 нм (см. рис. 1, зона В) средний размер точек с чернотелым контрастом увеличивается до 7÷12 нм, а граница между точками и матрицей становится все более размытой. ПЭМ-исследования в обычном, дифракционном, режиме формирования контраста, а также в режиме высокого (атомного) разрешения решетки показывают, что структура ядра трека плавно изменяется от аморфной до смешанной аморфно-кристаллической и далее – до кристаллической с большим количеством точечных дефектов и диффузной границей раздела между треком и матрицей. В этой зоне количество треков также полностью соответствует дозе облучения.

Наконец, при дальнейшем увеличении толщины слоя до более чем ~ 60÷70 нм (см. рис. 1, зона С) плотность точек стремительно уменьшается, а внутренняя структура ядра трека становится кристаллической с большим количеством точечных дефектов и их кластеров; при этом часть треков трансформируется в мелкие дислокационные петли (см. рис. 1, зона С), что полностью соответствует результатам наших более ранних исследований треков в массивных материалах [8–10]. В дополнение необходимо отметить, что треки приобретают прерывистый характер, как это видно из светлопольного Х-ПЭМ-изображения на рис. 3. Фотография микроструктуры демонстрирует последовательность отдельных черных точек, распределенных вдоль параллельных ионных траекторий и соединенных друг с другом узкими перемычками серого контраста. На ПЭМ-изображении в поперечном сечении видно, что точки распределены вдоль траектории достаточно случайным образом; по крайней мере не обнаружено какой-либо периодичности в их распределении (см., например, треки 1–4 на рис. 3).

Как показано в [8–10], формируемые в массивных SiGe-сплавах треки имеют, как правило, кристаллическое строение, хотя и содержат высокую плотность дефектов. Поскольку форма треков цилиндрическая с весьма малым диаметром (порядка несколько нанометров), можно ожидать, что дефекты внутри трека нестабильны и отжигаются при последующей термообработке при относительно невысоких температурах. На рис. 4 отражены два основных эффекта, происходящих в слоях с треками при увеличении температуры термического отжига. Во-первых, уже при низких температурах отжига (150÷200 °С) наблюдаются существенные морфологические изменения формы треков. Так, на светлопольных ПЭМ-микрофотографиях пропадают черные точки наимень-

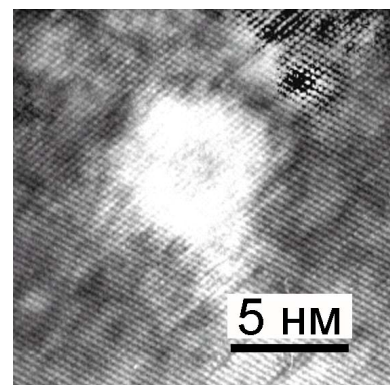


Рис. 2. ПЭМ-изображение высокого разрешения трека в слое  $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ -сплава, облученного ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,64 ГэВ. Изображение получено в планарной геометрии и показывает типичную атомную структуру трека в тонкой области образца (зона А)

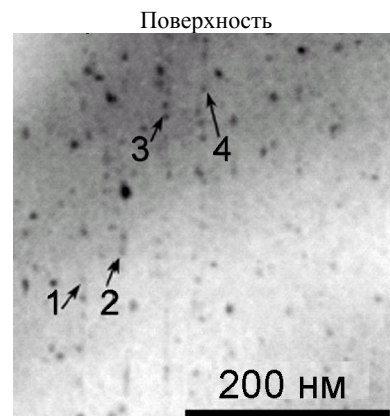


Рис. 3. Светлопольное ПЭМ-изображение в поперечном сечении, полученное от толстого слоя  $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ -сплава, облученного ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,64 ГэВ. Треки (некоторые из них указаны стрелками 1–4) состоят из точек, упорядоченных вдоль вертикальных ионных траекторий

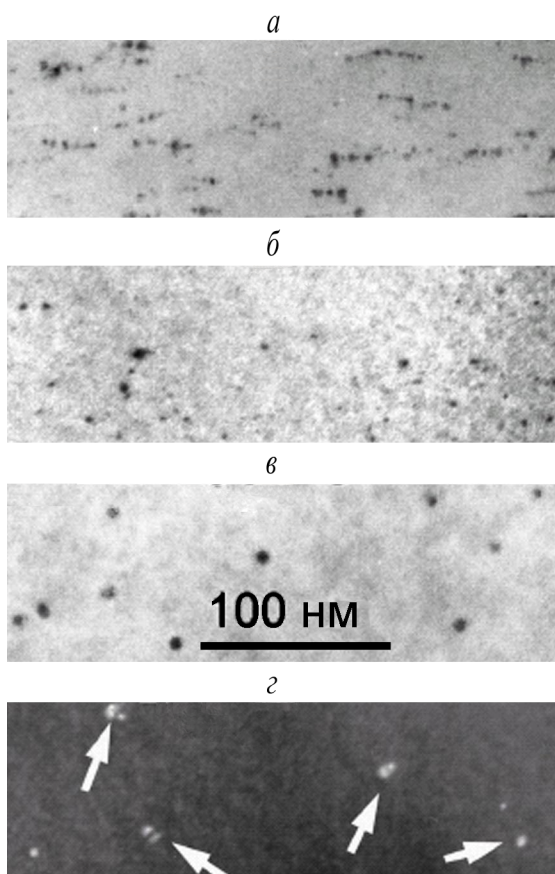


Рис. 4. ПЭМ-изображения структуры слоев  $\text{Si}_{0.5}\text{Ge}_{0.5}$ -сплава, облученных ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 0,8 ГэВ, дозой  $5 \cdot 10^{11} \text{ см}^{-2}$  (а) и отожженных при 200 °С (б), 300 °С (в) или 400 °С (г) в течение 10 мин: а–в – светлопольные ПЭМ-изображения, г – темнопольное ПЭМ-изображение в слабом пучке

ставляет 4÷7 нм. При увеличении толщины слоев (до ~ 30÷40 нм и далее – до ~ 70 нм) треки приобретают прерывистый характер, становятся кристаллическими и содержат в своем ядре кластеры точечных дефектов и дислокационные петли. Дополнительная термообработка при относительно невысоких температурах приводит к постепенному отжигу трековых дефектов.

Результаты ПЭМ-исследований подтверждают, что формирование треков в слоях SiGe-сплавов является следствием зарождения и развития термических пиков. В модели термопика [15] принимается, что энергия, теряемая ионом на возбуждение электронной подсистемы, термализуется в области трека, что приводит к ее разогреву и при достижении порогового значения – плавлению. Пороговое значение потерь энергии зависит от материала мишени, степени совершенства кристаллической структуры и отражает эффективность механизма, который преобразует энергию электронных возбуждений в движение атомов по сравнению с конкурирующими механизмами, за счет которых происходит диссипация энергий возбуждений в объем кристалла. Именно конкурирующие механизмы диссипации энергии в объем кристалла существенно различаются в тонких и массивных образцах. Другими словами, зависимость трекообразования от толщины образцов можно интерпретировать ограниченной теплоемкостью окружающего трек материала, что приводит к разогреву ядра трека до большей температуры. Более того, пространственная близость поверхности в тонких образцах способствует усилению механизма диссипации энергии возбужденных электронов, связанному с поверхностной рекомбинацией носителей заряда. Известно [16, 17], что механизм поверхностной рекомбинации может иметь решающее значение в процессах, происходящих вблизи границ раздела. Эти процессы ограничивают диффузию возбужденных электронов, а следовательно, и энергетические потоки, приводя к возрастанию температуры в области прохождения иона, усилению вероятности плавления окружающего материала и в конечном итоге к формированию треков.

ших размеров, а также исчезает серый контраст, трассирующий траекторию ионов между отдельными ярко выраженными точками прерывистых треков (сравним рис. 4 а и 4 б). Во-вторых, увеличение температуры до 300 °С и далее до 400 °С приводит к значительному уменьшению плотности отдельных точек малого размера, а также к трансформации черных точек большего размера в полные дислокационные петли междоузельной природы с вектором Бюргерса типа  $a/2 \langle 110 \rangle$  (обозначены стрелками на рис. 4 г).

Однако при дальнейшем увеличении температуры дислокационные петли постепенно исчезают в процессе реакции с дефектами вакансионного типа и последующего объемного растворения. После отжига при 500 °С в течение 30 мин в слоях не обнаружено сколько-нибудь значительных концентраций дефектов, связанных с треками. Таким образом, термическая эволюция и отжиг трековых дефектов происходит при температуре значительно более низкой, чем отжиг аморфной фазы и дислокационных дефектов, обычно формируемых в ионно-имплантированных слоях кремния.

Обобщая полученные результаты, можно сделать заключение, что толщина образцов оказывает существенное влияние на форму, внутреннюю структуру, морфологическое строение треков в SiGe-сплавах при прохождении ионов  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,7 ГэВ в режиме с преобладанием электронных потерь энергии. В очень тонких слоях (толщиной до 15÷20 нм) треки имеют аморфную структуру, их количество соответствует дозе облучения, средний диаметр треков со-



С использованием просвечивающей электронной микроскопии показано, что при облучении слоев SiGe-сплавов ионами  $^{238}\text{U}$  с энергией 2,7 ГэВ происходит формирование треков; при этом их структура, состав и морфология сильно зависят от толщины образца. Образование треков с аморфным ядром диаметром около 5 нм характерно для тонких (менее 15÷20 нм) образцов. При увеличении толщины до 30÷70 нм треки становятся кристаллическими и содержат кластеры точечных дефектов и дислокационные петли. При дополнительной термической обработке сплавов SiGe с треками происходит их отжиг при сравнительно невысоких температурах. Результаты структурных исследований интерпретированы с учетом более высоких температур, достигаемых в треках из-за пространственного ограничения зоны возбуждения и включения дополнительного канала поверхностной релаксации возбужденных электронов.

Автор выражает искреннюю признательность К. Траутман, А.Н. Ларсену и Дж.Л. Хансену за содействие при проведении экспериментальных исследований и полезные обсуждения. Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования Республики Беларусь (проект 20051092) и БРФФИ (проект T08P-184).

1. Toulemonde M., Dufour C., Paumier E. // Phys. Rev. 1992. Vol. B 46. P. 14362.
2. Vetter J., Scholz R., Dobrev D., Nistor L. // Nucl. Instr. Meth. B. 1998. Vol. B 141. P. 747.
3. Herre O., Wesch W., Wendler E. et al. // Phys. Rev. B. 1998. Vol. 58. P. 4832.
4. Gaiduk P.I., Komarov F.F., Tishkov V.S. et al. // Ibid. 2000. Vol. 61. № 23. P. 15785.
5. Gaiduk P.I., Komarov F.F., Wesch W. // Nucl. Instr. Meth. B. 2000. Vol. 164-165. № 1-4. P. 377.
6. Szenes G., Horváth Z.E., Pécz B. et al. // Phys. Rev. B. 2000. Vol. 65. P. 045206.
7. Marie P., Levalois M., Paumieret E. // J. Appl. Phys. 1996. Vol. 79. P. 7555.
8. Gaiduk P.I., Larsen A.N., Trautmann C., Toulemonde M. // Phys. Rev. B. 2002. Vol. 66. P. 045316.
9. Gaiduk P.I., Larsen A.N., Hansen J.L. et al. // Appl. Phys. Lett. 2003. Vol. 83. P. 1746.
10. Gaiduk P.I., Trautmann C., Toulemonde M. et al. // Physica B: Condensed Matter. 2003. Vol. 340-342. P. 808.
11. Гайдук П.И. // Дис. ... д-ра физ.-мат. наук. Мн., 2005. 280 с.
12. Gaiduk P.I., Larsen A.N., Hansen J.L. // Thin Solid Films. 2000. Vol. 367. № 1-2. P. 120.
13. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М., 1968.
14. Томас Г., Гориндж М. Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. М., 1983.
15. Комаров Ф.Ф., Комаров А.Ф. Физические процессы при ионной имплантации в твердые тела. Мн., 2001.
16. Зи С. Физика полупроводниковых приборов: в 2 кн. М., 1984.
17. Lee M.L., Fitzgerald E.A., Bulsara M.T. et al. // J. Appl. Phys. 2005. Vol. 97. P. 011101.

Поступила в редакцию 23.12.08.

**Петр Иванович Гайдук** – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физической электроники.