

Symetria odkształceń sieci monokryształów o orientacji $\langle 111 \rangle$ otrzymanych metodą Czochralskiego

1. WSTĘP

Regularność rozkładu parametrów materiałowych /m.in. odkształceń sieci/ często bywa istotnym kryterium oceny jakości monokryształów.

W niniejszej pracy dokonano próby oceny symetrii odkształceń sieci w kryształach GaP i Si wyciąganych metodą Czochralskiego w kierunku $[111]$

Badania przeprowadzono za pomocą metody elastooptycznej oraz metody rentgenowskiej topografii dwukrystalicznej.

2. METODYKA BADAŃ

2.1. Materiały stosowane do badań

Próbki GaP, niedomieszkowane i domieszkowane siarką do poziomu $10^{17}/\text{cm}^3$, pochodziły z monokryształów otrzymanych w Zakładzie Związków Półprzewodnikowych ITME.

Próbki Si pochodziły z monokryształów typu "n" o średnicy 3 cali, uzyskanych w CNPME. Do badań specjalnie dobierano materiał z końcowych części kryształów Si, zawierający zwiększone koncentracje defektów

Próbki pomiarowe w postaci płytek płasko-równoległych wycinano prostopadle do kierunku wzrostu kryształu. W przypadku GaP badano płytki o grubości 1 mm, w przypadku Si - płytki o grubości 2 mm.

Powierzchnie czołowe płytek polerowano mechaniczno-chemicznie.

Badania elastooptyczne prowadzono również na odcinkach monokryształów GaP o grubości ok. 80 mm.

2.2. Układy pomiarowe

Badania elastooptyczne przeprowadzono w układzie polaryskopu liniowego, którego konstrukcja i opis działania są podane między innymi w pracach [1,2]. Rejestracji obrazów polaryskopowych w przypadku GaP dokonywano bezpośrednio w układzie za pomocą kamery fotograficznej. Do badań Si stosowano układ z torem telewizyjnym rejestrując obrazy polaryskopowe za pomocą kamery fotograficznej z ekranu monitora telewizyjnego.

Badania rentgenograficzne przeprowadzono za pomocą precyzyjnego typu spektrometru rentgenowskiego opracowanego przez R. Bubakovą [3,4]. Topogramy rentgenowskie wykonywano w układach 511^V , -333^S i $53I^V$, -531^V przy zastosowaniu promieniowania $Cu K_{\alpha}$ i monochromatora krzemowego o dużej rozdzielczości. Zastosowane układy rentgenowskie można traktować jako równoległe również w przypadku GaP.

2.3. Analiza symetrii odkształceń

W układzie polaryskopu liniowego odkształcenia sieci kryształu o symetrii osiowej dają obraz /tzw. obraz polaryskopowy/ o symetrii czterokrotnej. Występuje tutaj bowiem układ dwóch krzyżujących się izoklin /charakterystyczny ciemny krzyż na jasnym tle próbki/, tj. miejsc geometrycznych punktów, w których kierunki naprężeń głównych pokrywają się lub są prostopadłe do osi przepuszczania analizatora [5]. W obrazach polaryskopowych uzyskiwanych w układzie polaryskopu liniowego, oprócz izoklin mogą również występować izochromy, tj. linie będące miejscem geometrycznym punktów, w których lokalne wielkości odkształceń sieci kryształu wywołują skręcenie płaszczyzny polaryzacji wiązki o pełną wielokrotność kąta 180° , tak, że promieniowanie przechodzące przez te punkty jest wygaszane przez analizator. Izokliny w większości przypadków można łatwo odróżnić od izochrom. W tym celu przy niezmiennym kierunku osi przepuszczania polaryzatora i analizatora należy obrócić badaną próbkę o pewien kąt względem jej pierwotnego położenia. Linie obracające się razem z próbką są izochromami, w przeciwieństwie do izoklin, których położenie zwłaszcza dla próbek o dużej symetrii osiowej pozostaje niezmiennie względem osi przepuszczania analizatora.

Stopień symetrii układu izoklin i izochrom umożliwia w metodzie elastooptycznej ocenę symetrii rozkładu naprężeń /odkształceń/ w badanej próbce.

Metoda spektrometru dwukrystalicznego ujawnia jedynie dezorientację sieci leżącą w płaszczyźnie odbicia, natomiast nie wykazuje jednocześnie anizotropii w zakresie ujawniania zmian stałej sieci. Ta właściwość metody spektrometrycznej pozwala między innymi na łatwe wyodrębnienie obu składowych odkształceń, przez wykonanie serii zdjęć w różnych położeniach /azymutach/ próbki [6]. Tak np. niezmienniczość obrazu w różnych położeniach świadczy o osiowym charakterze odkształceń i zmian stałej sieci.

Pomiędzy obydwoma metodami występują tak znaczne różnice, że porównywanie wyników obu metod w większości przypadków jest dość trudne. Obydwie metody należy traktować jako wzajemnie uzupełniające się. Tak np. metoda elastooptyczna ujawnia bezpośrednio istnienie naprężeń /lub różnicy naprężeń głównych/ o określonych wielkościach i kierunkach. Jest natomiast w niewielkim stopniu czuła na dezorientację i w małym zakresie ujawnia elastyczne wygięcie próbki. Metoda topografii dwukrystalicznej ujawnia łączny efekt dezorientacji i zmian

stałej sieci, niezależnie od tego, czy są one powodowane przez domieszkowanie, konfigurację defektów, czy też odkształcenia. Spektrometr dwukrystaliczny umożliwia również rozdzielenie poszczególnych dyslokacji. Z oszacowań teoretycznych i bezpośrednich porównań wynika, że przy ujawnianiu odkształceń metoda spektrometryczna jest nieco czulsza /2-3 razy/ od metody polaryskopowej.

3. WYNIKI EKSPERYMENTALNE

W polaryskopowych obrazach badanych kryształów lub płytek półprzewodników w wielu przypadkach obserwowano charakterystyczny układ krzyżujących się izoklin, świadczący o symetrii osiowej odkształceń /rys. 1/.

Jednakże w niektórych przypadkach kryształów lub płytek GaP i Si obserwowano pewne figury geometryczne o symetrii zbliżonej do symetrii 3-krotnej. Na rys. 2 pokazano przykładowo polaryskopowe obrazy kryształu GaP o orientacji [111], uzyskane podczas obrotu kryształu wokół osi w układzie polaryskopu.

Łatwo zauważyć, że w obrazach pokazanych na rys. 2 można wyróżnić obszar centralny z charakterystycznymi trzema sektorami, który w czasie obrotu porusza się wraz z kryształem. Zbliżona sytuacja zachodzi w zewnętrznym obszarze kryształu, którego obraz ma kształt nieregularnych pierścieni, przypominających rozety o symetrii 3-krotnej. Podobny układ odkształceń występował również w innych kryształach i był jeszcze łatwiej ujawniany za pomocą metody topografii dwukrystalicznej /rys. 3/. Na rys. 4 pokazano przykładowo obrazy płytki GaP, w której trójsektorowa struktura odkształceń wewnątrz kryształu jest łatwo wykrywalna za pomocą obydwu metod.

Regularność trójsektorowych struktur pokazanych na rys. 2+4 sugeruje, iż w tym przypadku symetria odkształceń jest związana z układem frontu wzrostu kryształu względem płaszczyzn sieciowych.

Na rys. 5a i 6 pokazano polaryskopowe obrazy płytek GaP, wyciętych odpowiednio z początku /od strony zarodki/ i z końca kryształu, którego obrazy są pokazane na rys. 2. Regularność symetrii odkształceń w płytce GaP pochodzącej z początku kryształu jest nieco większa niż w płytce wyciętej z końca kryształu. Ponadto w obrazie płytki GaP pochodzącej z końca kryształu oprócz elementów o symetrii 4-krotnej, wskazujących na osiowo-symetryczny stan odkształceń /krzyżujące się izokliny/, można wyróżnić pewne figury o symetrii 3-krotnej /zewnętrzny pierścień izochromy o kształcie rozety/.

Na rys. 5b pokazano topogram rentgenowski płytki GaP wyciętej z początku kryształu, której obraz polaryskopowy jest przedstawiony na rys. 5a. Na rysunku tym są widoczne pierścienie segregacyjne układające się koncentrycznie wokół osi kryształu. Obecność tych pierścieni wskazuje na periodyczność zmian stałej sieci, związaną najprawdopodobniej ze zmianą poziomu domieszkowania kryształu lub jego składu

chemicznego. Na rysunku tym są widoczne również pasma poślizgu dyslokacji, które przecinając się tworzą figury geometryczne o symetrii 3-krotnej /np. trójkąt równoboczny widoczny zarówno na topogramie rentgenowskim jak również w obrazie polaryskopowym /rys. 5a/.

Obrazy rentgenowskie próbek o przewadze symetrii osiowej odkształceń, dających charakterystyczny krzyż izoklin w metodzie elastooptycznej, mogą mieć różny charakter. Można tu wyróżnić dwa przypadki:

- obraz jest zawężony w wyniku silnego wygięcia próbki,
- w obrazie jest widoczny układ wielu pasm poślizgu dyslokacji, powodujący między innymi wychodzenie z refleksów fragmentów płytki położonych pomiędzy pasmami. Wspomniane pasma są skupione w pobliżu brzegowej części kryształu. Zagęszczenie tych pasm powoduje, że wypadkowa symetria w obrazie jest zbliżona do symetrii osiowej.

Dowodem osiowego charakteru symetrii odkształceń w topografii dwukrystalicznej jest również /jak w metodzie elastooptycznej/ niezmienniczość charakteru obrazu przy obrotach próbki.

Na rys. 7a pokazano przykładowo polaryskopowy obraz płytki GaP, wskazujący na osiowo-symetryczny charakter odkształceń. Topogram rentgenowski tej płytki, przedstawiony na rys. 7b, wskazuje na znaczne wygięcie płytki /obraz zawężony/ z wyjątkiem części centralnej.

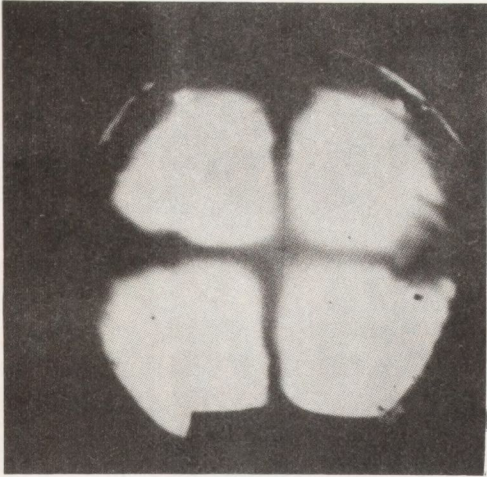
Podobna sytuacja jest widoczna na obrazach płytki Si, pokazanych na rys. 8. W obrazach tych są widoczne ponadto liczne pasma poślizgu dyslokacji, które przecinając się tworzą figury o kształcie zbliżonym do sześciokąta foremnego, tj. figury geometrycznej o symetrii 3-krotnej.

Na rys. 9a pokazano polaryskopowy obraz płytki GaP, w którym /zwłaszcza w pobliżu krawędzi płytki/ są widoczne liczne pasma poślizgu dyslokacji. Z topogramu rentgenowskiego tej płytki, przedstawionego na rys. 9b wynika, że w płytce występuje duża gęstość pasm poślizgu dyslokacji o symetrii zbliżonej do symetrii 3-krotnej, przy czym wypadkowa symetria odkształceń jest zbliżona do symetrii osiowej, co również potwierdza obraz polaryskopowy.

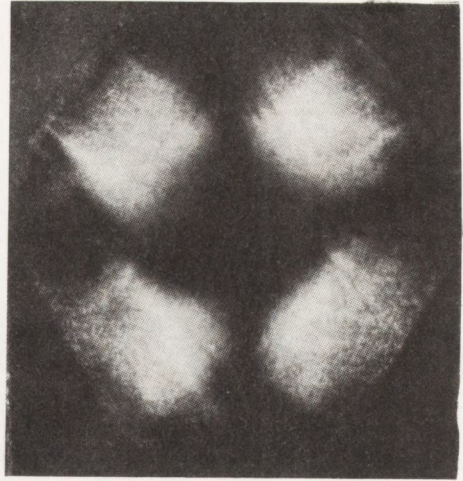
4. PODSUMOWANIE

Wyniki badań autorów zamieszczone w niniejszej pracy wykazują, iż rozkład odkształceń w monokryształach o orientacji [111], uzyskiwanych metodą Czochralskiego, jest w znacznym stopniu kształtowany anizotropią materiału oraz osiowym rozkładem gradientów temperatury. Istotną rolę odgrywa tu jednak przypadkowość przy tworzeniu się różnych defektów, a zwłaszcza dyslokacji.

Warunki termodynamiczne procesu krystalizacji w metodzie Czochralskiego z założenia powinny sprzyjać uzyskiwaniu osiowej symetrii rozkładu danego parametru materiałowego w płaszczyźnie prostopadłej do



a) Si

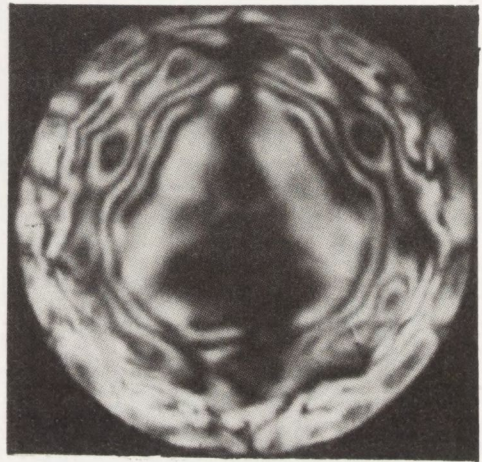


b) GaP

Rys. 1. Polaryskopowe obrazy płytek półprzewodników, wyciętych prostopadłe do osi wyciągnięcia kryształu [111]



a) 0°



b) -20°

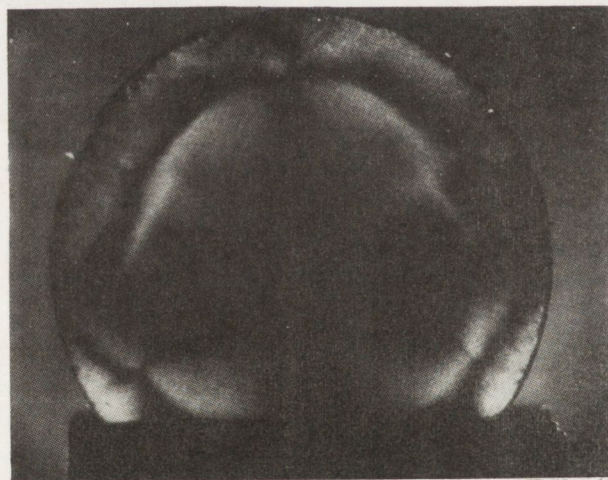


c) +20°

Rys. 2. Polaryskopowe obrazy kryształu GaP o orientacji [111], uzyskane podczas obrotu kryształu wokół osi o kąt (względem centralnego położenia) zaznaczony na rysunku. Długość kryształu 58 mm, średnica kryształu 34 mm



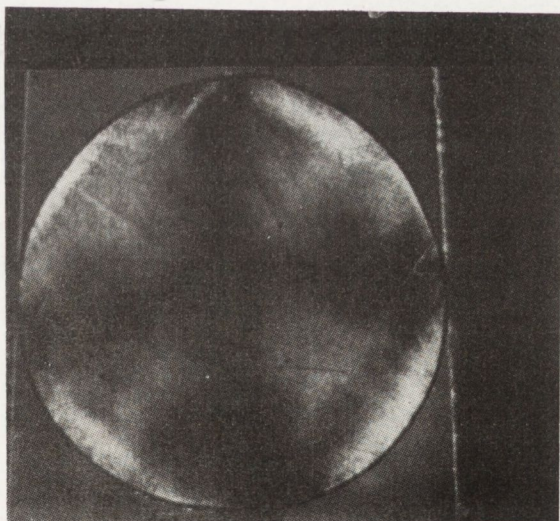
Rys. 3. Przykładowy topogram rentgenowski płytki GaP ujawniający trójsektorową strukturę odkształceń wewnątrz kryształu



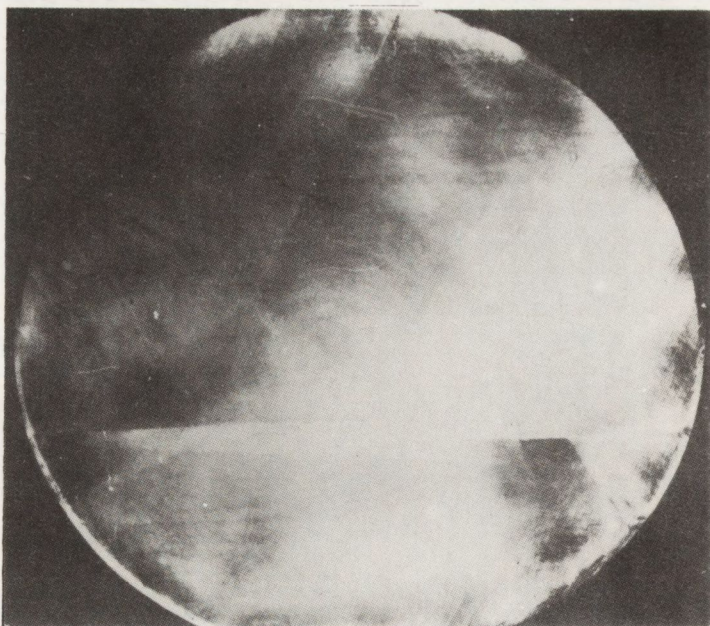
Rys. 4. a) Polaryskopowy obraz płytki GaP z widoczną charakterystyczną strukturą trójsektorową w obrazie centralnym



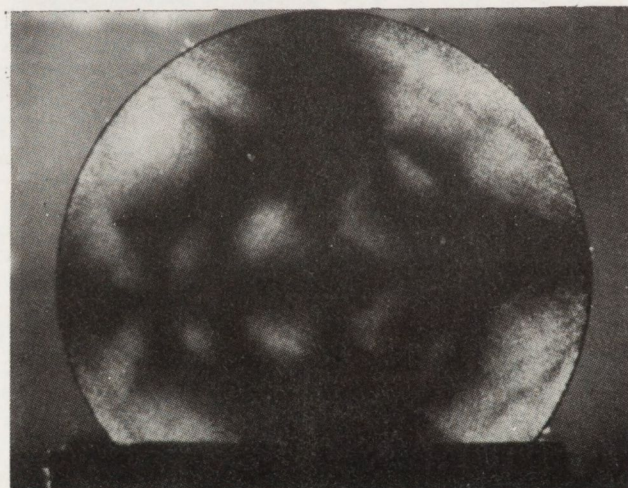
Rys. 4. b) Topogram rentgenowski płytki GaP



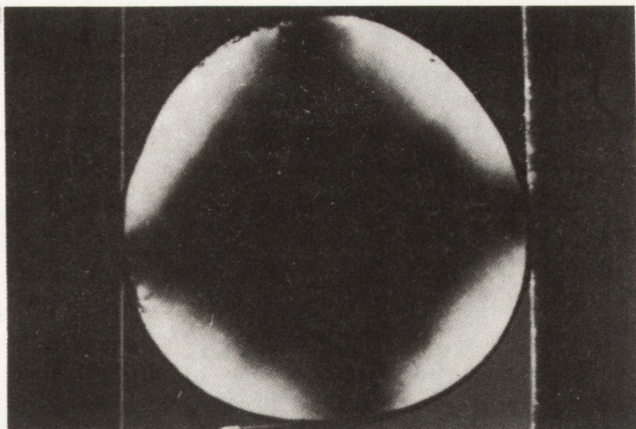
Rys. 5. a) Polaryskopowy obraz płytki GaP wyciętej z początku kryształu, którego obrazy pokazano na rys. 2



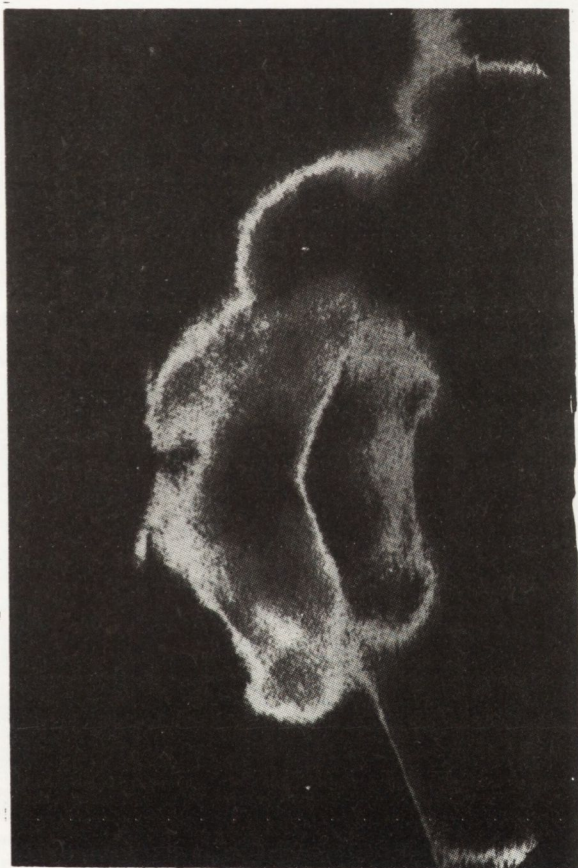
Rys. 5. b) Topogram rentgenowski płytki GaP



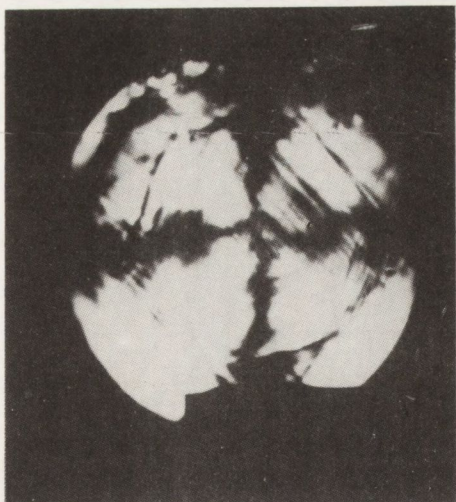
Rys. 6. Polaryskopowy obraz płytki GaP wyciętej z końca kryształu, którego obrazy pokazano na rys. 2



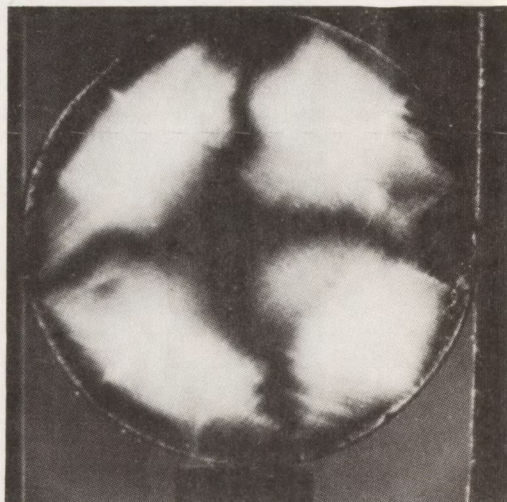
Rys. 7. a) Polaryskopowy obraz płytki GaP wskazujący na osiowo-symetryczny charakter odkształceń



Rys. 7. b) Topogram rentgenowski płytki GaP



Rys. 8. a) Polaryskopowy obraz płytki Si wskazujący na osiowo-symetryczny charakter odkształceń oraz dużą gęstość pasm poślizgu dyslokacji



Rys. 9. a) Polaryskopowy obraz płytki GaP z dużą gęstością pasm poślizgu dyslokacji



Rys. 9. b) Topogram rentgenowski płytki GaP

Rys. 8. b) Topogram rentgenowski płytki Si

osi wyciągania kryształu. W znacznej części zbadanych próbek GaP i Si stwierdzono istnienie odkształceń o symetrii osiowej.

Jednakże w wielu przypadkach figury geometryczne występujące w obrazach polaryskopowych lub topogramach rentgenowskich charakteryzowały się symetrią zbliżoną do 3-krotnej. Stwierdzono również przypadki o symetrii "mieszanej" z przewagą jednego z typów symetrii, gdzie w obrazach występowały figury o symetrii 3-krotnej oraz figury charakterystyczne dla symetrii osiowej. Zdaniem autorów na zjawisko to w przeważającym stopniu wpływa kierunek wyciągania kryształu. Oś [111], będąca osią anizotropową w kryształach układu regularnego, do którego należą GaP i Si, wymusza w określonych przypadkach powstawanie anizotropii frontu krystalizacji - a co za tym idzie anizotropii rozkładu odkształceń, pomimo tego, że warunki termiczne powinny sprzyjać osiągnięciu osiowej symetrii rozkładu parametrów materiałowych.

Wyniki przedstawione w niniejszej pracy wykazują, że zastosowanie przez autorów jednocześnie obydwu metod do badania materiałów półprzewodnikowych okazało się celowe, gdyż metody te wzajemnie się uzupełniają i umożliwiają dokonanie bardziej jednoznacznej interpretacji obserwowanych zjawisk. Metoda elastooptyczna umożliwia w szczególności bezpośrednio ujawnienie odkształceń elastycznych, natomiast metoda rentgenowska - ujawnienie wygięć i dezorientacji, a także łatwiejsze rozpoznanie defektów. W niniejszej pracy przedstawiono przykłady, gdy to samo zjawisko /np. występowanie trójsektorowej struktury odkształceń w GaP/ jest łatwo stwierdzalne obydwoma metodami. Jednakże autorzy dysponują materiałem doświadczalnym, z którego wynika, iż niejednokrotnie dane zjawisko lub efekt może być łatwo stwierdzone lub zinterpretowane jedynie przy użyciu jednej ze stosowanych metod.

LITERATURA

- 1.. Adamkiewicz G., Bajor A., Materiały Elektroniczne, 3 /51/, 1985, 19.
- 2.. Bajor A., Adamkiewicz G., Prace ITME, 16, 1985.
- 3.. Bubakova R., Czech. J. Phys. B, 12, 1968, 695.
- 4.. Szmíd Z., Ler B., Deluga A., Bubakova R., Drahoukoupil J., Fingerland A., Elektron Technology, 6, 1973, 31.
- 5.. Doroszkiewicz R.S., Elastooptyka, PWN, W-wa 1975.
- 6.. Renninger M., Z. Naturforsch., 16A, 1961, 1110.

/Tekst dostarczony 1986.09.04/