

## ПЛОТНОСТЬ ДИСЛОКАЦИЙ В ПЛЕНКАХ PbTe, ВЫРАЩЕННЫХ НА ПОДЛОЖКАХ Si (100) И BaF<sub>2</sub> (100) МОДИФИЦИРОВАННЫМ МЕТОДОМ «ГОРЯЧЕЙ СТЕНКИ»

© 2013 А. М. Самойлов, С. В. Беленко, Б. А. Сирадзе, А. С. Тореев, А. И. Донцов, И. В. Филонова

Воронежский государственный университет, Университетская пл., 1, 394006 Воронеж, Россия  
e-mail: kcmf@vsu.ru

Поступила в редакцию 10.07.2013 г.

**Аннотация.** Цель работы заключается в сравнительном изучении влияния степени структурного совершенства подложек Si (100) и BaF<sub>2</sub> (100) и качества их предэпитаксиальной подготовки на величину скалярной плотности дислокаций в пленках PbTe, синтезированных модифицированным методом «горячей стенки» при одинаковых технологических режимах. Установлено, что величина плотности дислокаций зависит, главным образом, от степени структурного совершенства кристаллической структуры подложки и от величины несоответствия периодов идентичности. Качество предэпитаксиальной подготовки влияет на величину плотности дислокаций только для подложек из одного и того же материала. Выдвинуто предположение относительно механизмов роста пленок PbTe на подложках Si (100) и BaF<sub>2</sub> (100).

**Ключевые слова:** дислокация, кристаллическая структура, теллурид свинца, кремний, фторид бария, гетероэпитаксия из паровой фазы, гетероструктуры, метод «фигур травления», рентгенографический анализ.

### ВВЕДЕНИЕ

Интерес к изучению узкозонных полупроводников A<sup>IV</sup>B<sup>VI</sup>, в частности PbTe, не снижается на протяжении практически пятидесяти лет [1—3]. Халькогениды металлов IV A группы Периодической системы являются перспективными материалами при создании активных элементов в различных приборах инфракрасной (ИК) оптоэлектронной техники в средней и дальней области спектра, а также могут использоваться в термоэлектрических преобразователях энергии.

Разработка надежных методов синтеза качественных тонких пленок соединений A<sup>IV</sup>B<sup>VI</sup>, а также методов контроля их структурного совершенства позволит создать гибридные интегральные схемы, одновременно включающие в себя слои, чувствительные к ИК — излучению, а также систему обработки детектируемого сигнала [4].

Степень структурного совершенства исходных материалов в значительной мере влияет на рабочие характеристики любого микроэлектронного прибора [5]. До настоящего времени однозначно не решена проблема влияния дислокаций на энерге-

тический спектр теллурида свинца и его твердых растворов. Создают ли дислокации примесные уровни в запрещенной зоне или нет — этот вопрос все еще находится в стадии изучения. Однозначно установлено, что повышенное содержание дислокаций ухудшает функциональные свойства оптоэлектронных приборов на основе PbTe и его твердых растворов [6]. Направленный синтез пленок теллурида свинца с высокой степенью структурного совершенства на кремниевых подложках остается важной задачей полупроводникового материаловедения, поскольку изучение физико-химических свойств таких гетероструктур актуально не только для решения прикладных задач, но имеет также большое значение с точки зрения фундаментальной науки.

Цель настоящей работы заключается в сравнительном изучении влияния степени структурного совершенства и качества предэпитаксиальной подготовки подложек Si (100) и BaF<sub>2</sub> (100) на величину плотности дислокаций в пленках PbTe, синтезированных модифицированным методом «горячей стенки» при одинаковых технологических режимах.

**МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА**

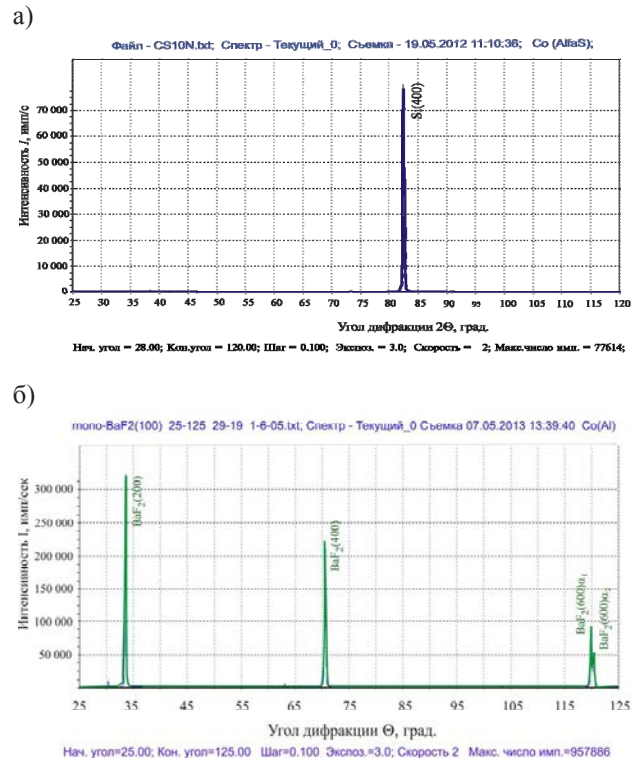
Структурное совершенство гетероэпитаксиальных пленок зависит от целого ряда фундаментальных физических и кристаллохимических параметров [5]. Наиболее значимые из них представлены в табл. 1. Количественная характеристика несоответствия решеток пленки и подложки определяется как относительная разность параметров их кристаллических структур:

$$\epsilon = \frac{b - a}{a} \times 100\%, \quad (1)$$

где *a* — значение параметра кристаллической решетки подложки; *b* — значение параметра кристаллической решетки пленки.

Как видно из табл. 1, для гетероэпитаксиального роста пленок PbTe подложки BaF<sub>2</sub> являются предпочтительными, поскольку обладают заметно более низким значением несоответствия решеток  $\epsilon$  по сравнению с подложками Si и характеризуются совпадением значений коэффициента термического расширения  $\chi$ .

В настоящей работе перед каждым процессом синтеза пленок PbTe проверяли ориентацию выбранных подложек Si и BaF<sub>2</sub> методом рентгеновской дифракции на дифрактометрах ДРОН 4-07 и THERMOTECNO ARLX'pert. Результаты проведенных исследований представлены на рис. 1а и рис. 1б. Как видно из полученных экспериментальных данных, подложки Si (100) и BaF<sub>2</sub> (100) обладают строгой степенью ориентации. Например, дифракционная картина пластин Si (100) характеризуется наличием единственного рефлекса (400). Как показано на рис. 1б, подложки BaF<sub>2</sub> (100) характеризуются достаточно точной ориентацией, поскольку отчетливо прорисованы рефлексы (200), (400) и (600). При этом все значения межплоскостных расстояний обнаруженных рефлексов в преде-



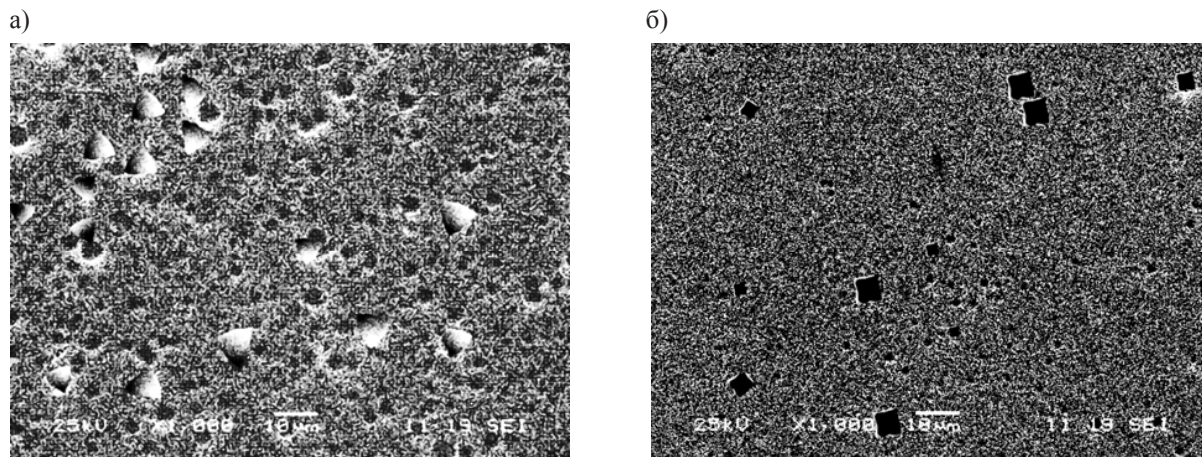
**Рис. 1.** Типичный вид дифрактограмм монокристаллических подложек: а) Si (100); б) BaF<sub>2</sub> (100)

лах погрешности эксперимента совпадали с известными литературными данными [7].

На следующем этапе в настоящей работе провели определение плотности дислокаций в исходных пластинах, предназначенных для гетероэпитаксиального наращивания слоев PbTe. Для оценки плотности дислокаций  $\rho_d$  в монокристаллических пластинах Si с ориентацией (100) и (111) использовали метод селективного травления [8]. В качестве травителя использовалась смесь кислот: HNO<sub>3</sub> (конц.), HF (38%) и CH<sub>3</sub>COOH (ледяная) в объемных соотношениях 3 : 1 : 10. Картины фигур травления (ФТ) дислокационного характера на поверхности пластин Si различной ориентации исследовали при помощи раст-

**Таблица 1.** Основные физические и кристаллохимические параметры, определяющие степень структурного совершенства гетероэпитаксиальных пленок теллурида свинца на различных подложках

Материал	Пространственная группа	Структурный тип	Параметр кристаллической решетки <i>a</i> , нм	Несоответствие параметров решетки $\epsilon$ , %	Коэффициент термического расширения $\chi \times 10^6$ , К <sup>-1</sup>
Si	<i>Fd3m</i>	алмаза	0.54307	18.944	2.6
BaF <sub>2</sub>	<i>Fm3m</i>	флюорита	0.620	4.185	19.8
PbTe	<i>Fm3m</i>	хлорида натрия	0.6459 (5)	—	19.8



**Рис. 2.** Микрофотографии поверхности пластин Si после селективного травления, полученные методом РЭМ: а — Si (100); б — Si (111)

ровой электронной микроскопии (РЭМ) на приборах JEOL-JSA-840 и JEOL-JLM-6430 (рис. 2а и рис. 2б).

После обработки методами математической статистики данные, полученные при помощи се-

лективного травления и РЭМ для подложек Si, представлены в табл. 2. Было установлено, что средняя плотность дислокаций кремниевых подложек составляет:

**Таблица 2.** Результаты исследования скалярной плотности дислокаций монокристаллических пластин Si различной ориентации методом ФТ

№	Образец	Площадь видимого поля, см <sup>2</sup>	Среднее число дислокаций в видимом поле	Средняя плотность дислокаций $\rho_d$ , см <sup>-2</sup>
1a	Si КДБ-100 (100)	$1.26 \times 10^{-4}$	$21 \pm 6$	$(1.67 \pm 0.47) \times 10^5$
1b	Si КЭФ-200 (100)	$1.26 \times 10^{-4}$	$44 \pm 15$	$(3.49 \pm 0.95) \times 10^5$
1c	Si КДБ-100 (100)	$0.53 \times 10^{-4}$	$11 \pm 3$	$(2.08 \pm 0.57) \times 10^5$
1d	Si КЭФ-200 (100)	$0.31 \times 10^{-4}$	$5 \pm 1$	$(1.63 \pm 0.32) \times 10^5$
2a	Si КДБ-100 (100)	$1.26 \times 10^{-4}$	$19 \pm 4$	$(1.51 \pm 0.32) \times 10^5$
2b	Si КДБ-100 (100)		$12 \pm 3$	$(9.52 \pm 2.38) \times 10^4$
3a	Si КЭФ-200 (100)		$11 \pm 3$	$(8.73 \pm 2.38) \times 10^4$
3b	Si КЭФ-200 (100)		$19 \pm 5$	$(1.51 \pm 0.39) \times 10^5$
3c	Si КДБ-100 (100)	$0.31 \times 10^{-4}$	$16 \pm 4$	$(5.16 \pm 1.29) \times 10^5$
4a	Si КЭФ-0.05 (111)	$1.26 \times 10^{-4}$	$12 \pm 3$	$(9.52 \pm 2.38) \times 10^4$
4b	Si КЭФ-0.05 (111)		$21 \pm 5$	$(1.67 \pm 0.39) \times 10^5$
5a	Si КЭФ-0.05 (111)	$1.26 \times 10^{-4}$	$61 \pm 10$	$(4.84 \pm 0.79) \times 10^5$
5b	Si КЭФ-0.05 (111)	$1.26 \times 10^{-4}$	$78 \pm 16$	$(6.19 \pm 1.26) \times 10^5$

а)  $\rho_d(\text{Si}_{100}) = (1.25 \pm 0.65) \times 10^5 \text{ см}^{-2}$  с вероятностью 80% для пластин Si (100);

б)  $\rho_d(\text{Si}_{111}) = (2.77 \pm 1.15) \times 10^5 \text{ см}^{-2}$  с вероятностью 80% для пластин Si (111).

Таким образом, было показано, что подложки Si с ориентациями (111) характеризуются несколько более высокой плотностью ФТ.

Серьезные трудности возникли при изучении дислокационной картины монокристаллических пластин фторида бария. Это соединение характеризуется очень высокой составляющей ионной химической связи, является достаточно хрупким и отличается исключительно низкой растворимостью даже в агрессивных растворителях. Поэтому до настоящего дня не разработаны методики селективного травления монокристаллов BaF<sub>2</sub>.

В настоящей работе для оценки скалярной плотности дислокаций в монокристаллах BaF<sub>2</sub> была использована косвенная методика, основанная на анализе профилей рефлексов, полученных методом рентгеновской дифрактометрии [9]. Как было показано ранее [10], данная методика дает результаты, которые удовлетворительно коррелируют с независимыми данными, полученными при помощи метода ФТ. Кроме того, по утверждению авторов [11], она апробирована для многих твердотельных объектов и отличается высокой надежностью.

Согласно исследованиям М. А. Кривоглаза, уширение рентгеновской линии за счет хаотически распределенных дислокаций пропорционально  $\rho_d$  и  $\text{tg}\Theta_0$  [10, 12]:

$$\beta = b\sqrt{\rho_d} \sqrt{l \times f(v, hkl)} \cdot \text{tg}\theta_0, \quad (2)$$

где  $\beta$  — уширение рентгеновской линии на половине её высоты, рад;  $\rho_d$  — плотность дислокаций, см<sup>-2</sup>;  $\Theta_0$  — угол дифракции, град;  $b = na\langle hkl \rangle$  — модуль вектора Бюргерса дислокации;  $l$  — логарифмическая функция (практически не зависит от  $\rho_d$  и размеров кристаллитов).

Если представить уравнение (2) в удобном виде, то плотность дислокаций выражается следующим образом:

$$\rho_d = m \times \beta^2 \times \text{ctg}^2\Theta_0 / b^2 \quad (3)$$

где 
$$m = \frac{1}{f(v, hkl) \times l} \quad (4)$$

$$l = \ln \left[ \sqrt{\pi\alpha} \times \ln(\sqrt{\pi\alpha} C_v) \right] \quad (5)$$

$\alpha = 0.08$  для ГЦК кристаллических решеток;  $C_v$  — константа, изменяется в пределах 5—6.

$$f(v, hkl) = \frac{1 - \Gamma}{3} \quad (6)$$

$$\Gamma = \frac{h^2 k^2 + k^2 l^2 + h^2 l^2}{h^2 + k^2 + l^2} \quad (7)$$

При количественной интерпретации физического уширения рентгеновских линий необходимо учитывать возможность инструментального (геометрического) уширения, к основным источникам которого относится расходимость первичного рентгеновского пучка, конечная ширина приемной щели детектора, и др. Инструментальное уширение можно зарегистрировать, а, следовательно, и выделить из общей интегральной ширины линии, если снимать в тех же условиях образец — эталон, в котором физическое уширение близко к нулю, т. е. размер блоков  $D_{hkl} > 0.2$  мкм, а плотность дислокаций  $\rho_d \sim 10^5 \text{ см}^{-2}$ . В этом случае физическую ширину интерференционной линии  $\beta$  определяют как разность между шириной линии исследуемого образца  $\beta^*$  и эталона  $B$ :

$$\beta = \beta^* - B \quad (8)$$

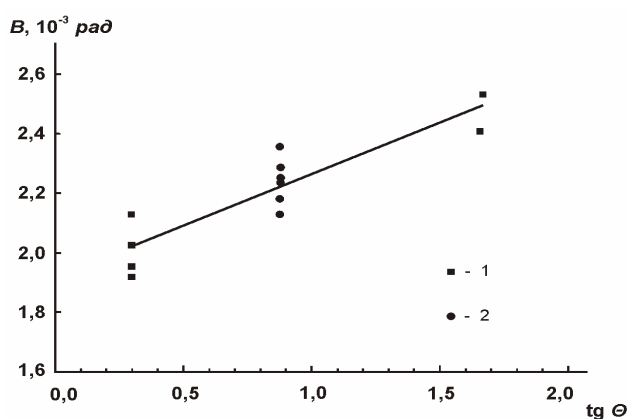
В настоящей работе использовалось некоторое дополнение к методике [9], заключающееся в измерении ширины  $\alpha_1$ - и  $\alpha_2$ -составляющих рентгеновских рефлексов эталона и исследуемых образцов, а не их дублетов, что повышает точность расчета скалярной плотности дислокаций.

Рентгенографические исследования подложек а также пленок PbTe проводили на дифрактометре ДРОН-4-07 и THERMOTECNNO ARLX'pert с применением фильтрованного  $\text{CoK}_\alpha$  — излучения. При этом в качестве внутреннего эталона применялись монокристаллические пластины Si (100) и Si (111). Дифракционные профили рентгеновских рефлексов (111), (333) и (400) монокристаллических пластин Si различной ориентации, а также профили рефлексов подложек BaF<sub>2</sub> (100) и синтезированных пленок PbTe были получены при движении счетчика с шаговым перемещением 0.01 градуса.

Анализ экспериментальных данных, приведенных в табл. 2, показал, что средняя плотность дислокаций для всех изученных подложек Si различной ориентации не превышает  $\sim 2 \times 10^5 \text{ см}^{-2}$ . Этот факт подтверждает правомерность использования

монокристаллических пластин Si различной ориентации в качестве эталонов при количественной оценке скалярной плотности дислокаций подложек  $BaF_2$ , а также синтезированных пленок PbTe/Si и PbTe/ $BaF_2$  дифрактометрическим методом.

На основании анализа уширений  $\alpha_1$ - и  $\alpha_2$ -составляющих рефлексов (111), (400) и (333) монокристаллических пластин Si различной ориентации получен аналитический вид зависимости физического уширения эталона  $B$  от тангенса угла дифракции  $tg\Theta_0$  (рис. 3):



**Рис. 3.** Эталонная зависимость физического уширения  $B$  рентгеновских рефлексов монокристаллических пластин Si от тангенса угла дифракции  $tg\Theta_0$ : 1 — Si (111); 2 — Si (400) $\alpha_1$ ; 3 — Si (400) $\alpha_2$ ; 4 — Si (600) $\alpha_1$ ; 5 — Si (600) $\alpha_2$

$$B = 3,45 \times 10^{-4} tg\Theta_0 + 1,921 \times 10^{-3} \quad (9)$$

Подставляя в уравнение (3) величину физического уширения  $\beta$ , рассчитанную с учетом соотношений (8) и (9), были определены значения плотности дислокаций подложек  $BaF_2$  (100). Расчеты показали, что значения  $\rho_d$  составляют  $\sim (7.25 \pm 2.47) \times 10^6 \text{ см}^{-2}$ , что превышает аналогичные параметры для подложек кремния различной ориентации.

В настоящей работе подложки монокристаллического Si с ориентацией (100), предназначенные для нанесения пленок PbTe модифицированным методом «горячей стенки», проходили предэпитаксиальную подготовку по стандартной методике RCA, принятой в микроэлектронной промышленности [13]. После обработки в перекисно-аммиачной смеси кремниевые пластины тщательно промывали деионизированной водой (сопротивление 20 МОм).

Подложки из  $BaF_2$ , были ориентированы в оптической мастерской, нарезаны и затем химико-

механически полированы (ХМП) в водных растворах соляной и серной кислот по методу, разработанному Л. Л. Свешниковой [14]. Метод позволяет получать совершенные зеркально гладкие с малой шероховатостью поверхности кристаллы  $BaF_2$ .

В дополнение к рентгенографическим исследованиям в настоящей работе проведено изучение поверхности подложек Si (100) и  $BaF_2$  (100), прошедших предэпитаксиальную подготовку, при помощи атомно-силовой микроскопии (АСМ). Для этого исследовали фрагменты поверхности в форме квадрата со сторонами  $6 \times 6$  мкм. Как показано на рис. 4а, поверхность подложек Si (100) достаточно гладкая. Согласно представленной гистограмме (рис. 4б) шероховатость поверхности (среднеквадратичное отклонение от средней высоты) пластин кремния составляет  $\sim 2.7 \pm 0.1$  нм.

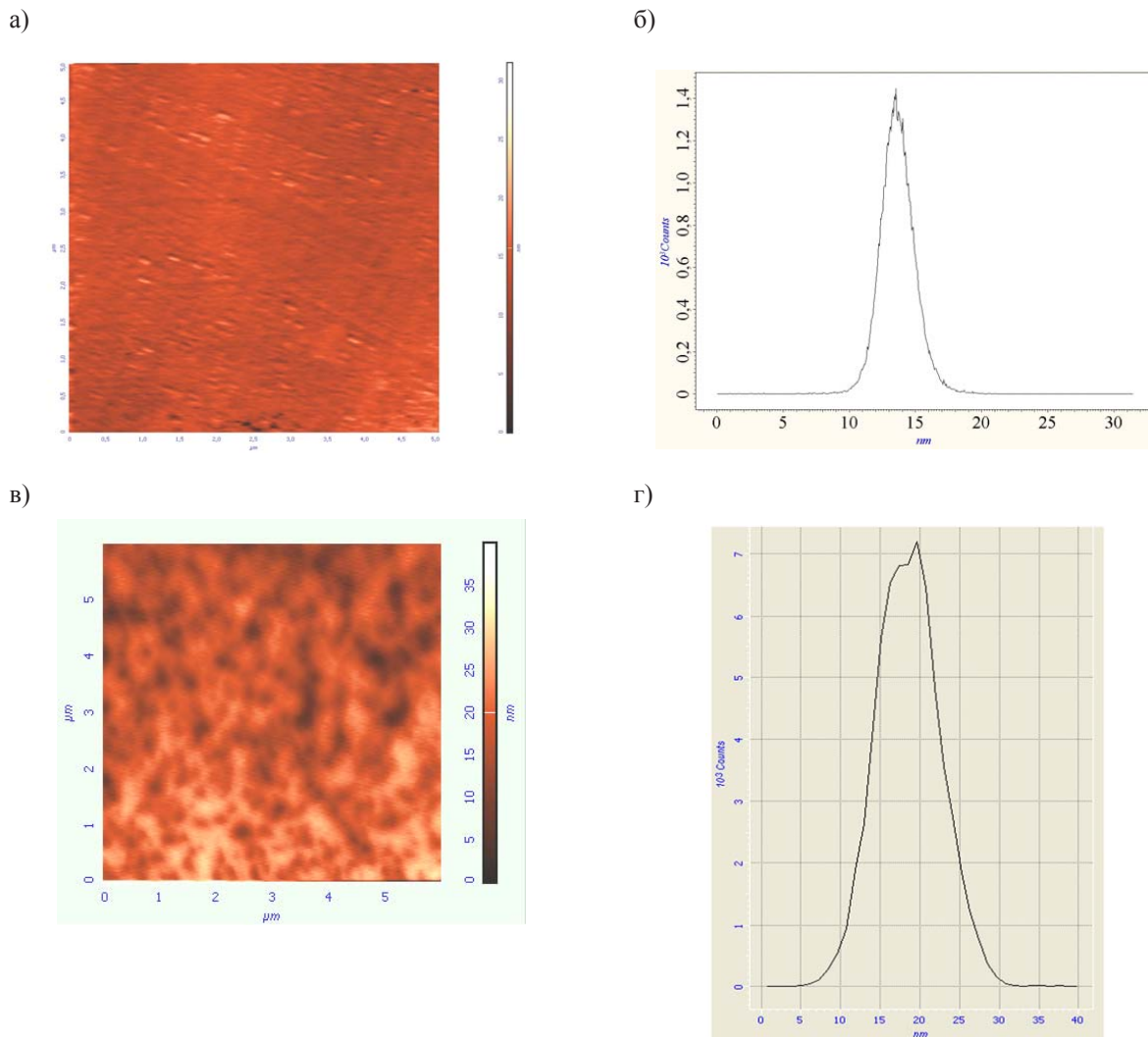
Аналогичным образом были изучены подложки  $BaF_2$  (100). Как видно на рис. 4в, рельеф поверхности пластин фторида бария характеризуется равномерным распределением ямок со средним размером 0.2 мкм в поперечнике и глубиной до 18 нм, возвышенности которого образуют лабиринтную морфологию. Гистограмма, представленная на рис. 4г, показывает, что шероховатость поверхности составляет в среднем  $12 \pm 1$  нм.

Таким образом, результаты проведенных АСМ — исследований позволяют сделать вывод, что подложки кремния (100) имеют более гладкую поверхность по сравнению с пластинами фторида бария, что является положительным фактором при эпитаксиальном росте пленок.

При синтезе пленок PbTe/Si и PbTe/ $BaF_2$  в качестве исходных компонентов использовали металлический свинец марки “0000” ЭКСТРА, предварительно очищенный от оксидов перегонкой в вакууме с последующим травлением в растворе уксусной кислоты, а также теллур марки ОСЧ 9—5. Синтез проводили при температуре подложки  $T_{sub} = 583 \pm 3$  К и  $T_{sub} = 623 \pm 3$  К и значениях температур источников пара свинца  $T_{pb}$  и теллура  $T_{te}$ , которые позволяли поддерживать скорость роста в пределах  $5.0 \pm 0.2$ — $12.0 \pm 0.8$  нм в минуту. Длительность процесса синтеза пленок PbTe в указанных условиях составляла 180—240 минут.

В настоящей работе пленки теллурида свинца выращивали на подложках, которые можно разделить на четыре группы:

- а) подложки Si (100) без буферного слоя;
- б) подложки Si (100) с буферным слоем  $SiO_2$  толщиной  $\sim 50$  нм;



**Рис. 4.** АСМ-изображение рельефа поверхности подложек Si (100) и BaF<sub>2</sub> (100) на участке поверхности (6×6 мкм): рельеф поверхности (а) и гистограмма распределения высот (б) подложки Si (100); рельеф поверхности (в) и гистограмма распределения высот (г) подложки BaF<sub>2</sub> (100)

в) подложки Si (100) с буферным слоем SiO<sub>2</sub> толщиной ~ 300 нм;

г) подложки BaF<sub>2</sub> (100).

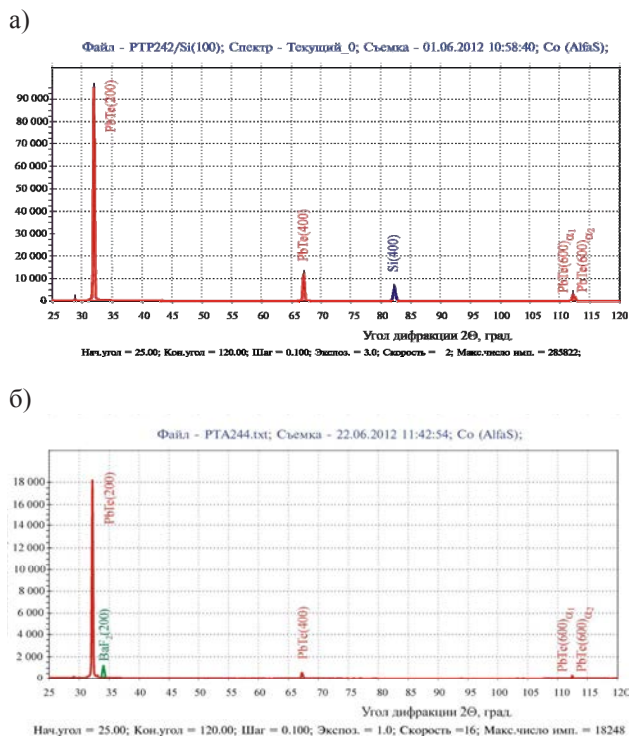
Непосредственно перед процессом напыления пленок теллурида свинца в рабочей камере в условиях высокого вакуума подложки BaF<sub>2</sub> нагревали до температуры  $T_{\text{sub}} = 723 \pm 3$  К, а подложки Si без буферного слоя — до  $T_{\text{sub}} = 673 \pm 3$  К и выдерживали в таких условиях в течение 15 минут для удаления адсорбированных молекул газообразных веществ.

Количественный химический состав всех синтезированных пленок исследовали методами локального рентгеноспектрального микроанализа (ЛРСА) при помощи микроанализаторов JEOL-JCA-840 и MAP-2 с использованием спектрометров с энергетической и волновой дисперсией. Результа-

ты ЛРСА показали, что практически все синтезированные образцы PbTe независимо от природы подложки обладали крайне незначительным отклонением от стехиометрического соотношения компонентов в сторону избыточного содержания теллура, которое не превышало  $0,0008 \pm 0,0002$  мольн. д.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В настоящей работе при помощи рентгеновской дифрактометрии изучены пленки PbTe/Si (100) и PbTe/BaF<sub>2</sub> (100) (рис. 5а, б). Как видно на этом рисунке, типичные полные дифракционные картины пленок теллурида свинца независимо от природы подложки практически не имеют различий. Набор рефлексов пленок PbTe, выращенных на этих подложках, совершенно одинаковый и соответствует индексам Миллера (*h00*). Это свидетельствует



**Рис. 5.** Дифрактограммы пленок РbTe, выращенных на подложках: *а* — Si (100) без буферного слоя; *б* — BaF<sub>2</sub> (100)

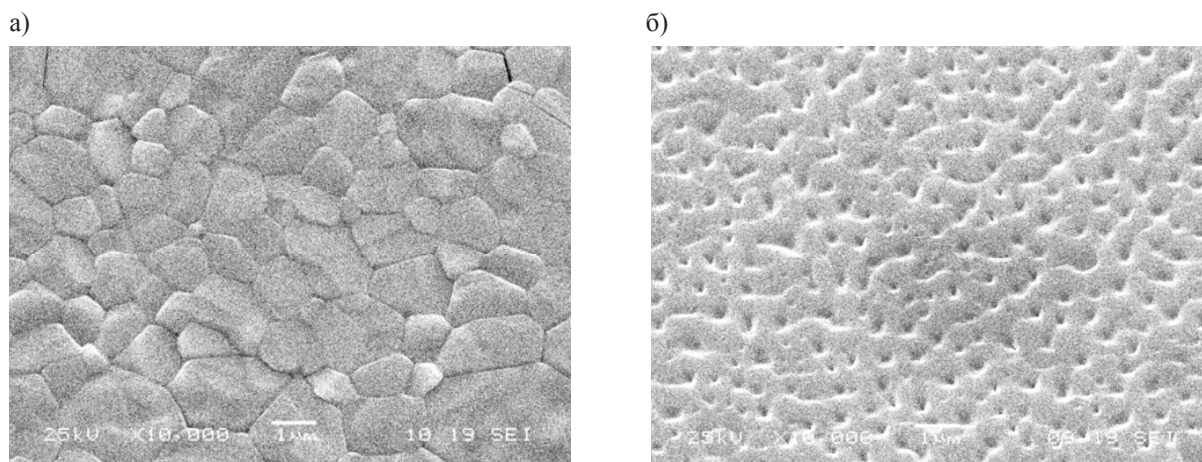
о том, что ориентация пленок и подложек совпадает, и синтезированные слои, по всей видимости, являются монокристаллическими или имеют ярко выраженную текстуру (100). Единственным отличием пленок, полученных на подложках BaF<sub>2</sub>(100), является ярко выраженное перераспределение интенсивностей в пользу ближнего рефлекса (200).

Как известно [14], процесс селективного травления пленок РbTe для определения в них дислокаций характеризуется целым рядом трудностей по

сравнению с объемными монокристаллическими образцами. Во-первых, относительно небольшая толщина пленок РbTe на поверхности подложек (2—7 мкм) позволяет проводить селективное травление лишь однократно, поэтому нельзя с полной уверенностью говорить о дислокационном характере картин травления. Во-вторых, толщина слоя РbTe на поверхности подложки соизмерима с ребром квадратного основания пирамидальной ямки травления (2—4 мкм), что является причиной излишнего растравливания пленки и деформации ФТ. В-третьих, процесс селективного травления тонкой пленки РbTe практически всегда делает невозможным ее дальнейшее использование в процессах легирования, измерения электрофизических параметров или детектирования ИК-излучения, что можно расценивать как утрату изучаемого образца.

Тем не менее, в настоящей работе был выполнен цикл экспериментов по селективному травлению пленок РbTe, выращенных на подложках Si (100) без буферного слоя, а также на подложках BaF<sub>2</sub> (100). В качестве травителя использовали сильно щелочной (рН = 12—13) 10% раствор иодата натрия NaIO<sub>3</sub> в NaOH. Процесс селективного травления пленок проводили в течение 10 секунд при температуре раствора ~ 90 °С. Картины селективного травления поверхности пленок РbTe, синтезированных на различных подложках, наблюдали при помощи РЭМ (рис. 6).

Как видно на этом рисунке, характер процесса селективного травления оказался различным в зависимости от природы подложки. Для пленок РbTe/Si (100) без буферного слоя обработка травильным раствором привела к преимущественному выявлению границ кристаллитов, в то время как для образцов РbTe/BaF<sub>2</sub>(100) наблюдалась дислокационная карти-



**Рис. 6.** Микрофотографии поверхности пленок РbTe, выращенных при одинаковых технологических условиях на различных подложках после однократного селективного травления: *а*) подложка Si (100) без буферного слоя; *б*) подложка BaF<sub>2</sub> (100)

на травления. При этом следует признать, что ФТ на поверхности пленок PbTe/BaF<sub>2</sub> (100) отличаются от правильной пирамидальной формы, что подтверждает высказанное ранее предположение о преимущественном поверхностном растравливании ФТ.

Полученные данные позволяют высказать предположение о том, что несовпадение характера картин селективного травления свидетельствует о различных механизмах роста пленок PbTe на подложках кремния и фторида бария. Полученные картины ФТ указывают, что рост слоев PbTe на подложках Si (100) осуществляется по механизму Фольмера — Вебера с последующей коалесценцией, в то время как формирование пленок теллурида свинца на подложках BaF<sub>2</sub> (100) происходит по механизму Франка — Ван дер Мерве.

В настоящей работе дополнительно была использована методика дифрактометрического определения средней скалярной плотности дислокаций пленок PbTe по профилям их рентгеновских рефлексов. С целью количественной оценки средней скалярной плотности дислокаций в пленках PbTe/Si и PbTe/BaF<sub>2</sub> исследованы профили  $\alpha_1$ - и  $\alpha_2$ -составляющих рентгеновских рефлексов (400) и (600) этих образцов (Рис. 5). Регрессионный анализ

профилей рефлексов пленок PbTe показал отсутствие физического уширения рентгеновских линий, вызванного присутствием кристаллитов, размеры которых меньше  $D_{hkl} = 0.15—0.20$  мкм [10, 12]:

$$\beta = \frac{\lambda\varphi}{D_{hkl}} \cos(\theta_0), \quad (10)$$

где  $D_{hkl}$  — средний размер кристаллита по направлению нормали к отражающей плоскости;  $\varphi$  — множитель, учитывающий форму частиц;  $\lambda$  — длина волны.

В то же время обнаружено физическое уширение  $\beta$ , связанное с присутствием дислокаций и пропорциональное  $\text{tg}\Theta_0$  [уравнения (2—3)]. Расчет скалярной плотности дислокаций в пленках PbTe осуществлялся по уравнению (3) с предварительным учетом инструментального уширения  $B$  [соотношение (8)]. Значения физического уширения эталона  $B$  для углов дифракции PbTe рассчитывали по уравнению (9).

Обобщенный анализ результатов расчета скалярной плотности дислокаций пленок PbTe/Si (100) и PbTe/BaF<sub>2</sub> (100), полученных на основе профилей рентгеновских рефлексов (400) и (600), представлен в табл. 3.

**Таблица 3.** Обобщенный анализ результатов расчета скалярной плотности дислокаций пленок PbTe/Si (100) и PbTe/BaF<sub>2</sub> (100), полученных на основе профилей рентгеновских рефлексов

Природа подложки	Величина рассогласования параметров решетки $\varepsilon, \%$	Степень шероховатости поверхности	Средняя плотность дислокаций в подложке $\rho_d, \text{см}^{-2}$	Степень структурного совершенства пленки PbTe	Средняя плотность дислокаций в пленке PbTe $\rho_d(\text{PbTe}), \text{см}^{-2}$	Относительное приращение плотности дислокаций $\frac{\rho_d(\text{PbTe}) - \rho_d}{\rho_d}$
Si (100) без буферного слоя	18.944	$2.7 \pm 0,1$ нм	$(1.25 \pm 0.65) \times 10^5$	Монокристалл, ориентация (100)	$(6.78 \pm 2.75) \times 10^6$	53.24
Si (100) с буферным слоем SiO <sub>2</sub> $d = 50$ нм	18.944	$2.7 \pm 0,1$ нм	$(1.25 \pm 0.65) \times 10^5$	Монокристалл, ориентация (100)	$(5.85 \pm 1.12) \times 10^5$	3.68
Si (100) с буферным слоем SiO <sub>2</sub> $d = 300$ нм б	18.944	$2.7 \pm 0,1$ нм	$(1.25 \pm 0.65) \times 10^5$	Поликристалл, текстура (100)	$(2.14 \pm 0.65) \times 10^7$	170.2
BaF <sub>2</sub> (100)	4.185	$12 \pm 1$ нм	$(7.25 \pm 2.47) \times 10^6$	Монокристалл, ориентация (100)	$(2.95 \pm 1.35) \times 10^7$	3.07



Как видно из этой таблицы, пленки PbTe, выращенные на подложках Si (100) без буферного слоя, а также на подложках SiO<sub>2</sub>/Si (100) с толщиной буферного слоя ~300 нм характеризуются максимальным увеличением значений средней скалярной плотности дислокаций по сравнению с аналогичными характеристиками подложки — в 53 раза и 170 раз соответственно. Вероятно, это связано с тем, что относительная разность параметров кристаллических решеток PbTe и Si достаточно велика и составляет 19%, а также материалы пленки и подложки весьма значительно различаются по величинам термического коэффициента объемного расширения. Кроме того, на границе раздела «пленка — подложка Si» существует резкий гетеропереход, вызванный сопряжением различных типов кристаллических решеток (*Fd3m* для Si и *Fm3m* для PbTe). Всё это указывает на возможность образования дислокаций несоответствия в пленках PbTe/Si.

Пленки PbTe, полученные на подложках BaF<sub>2</sub> (100), а также на подложках SiO<sub>2</sub>/Si (100) с буферным слоем толщиной ~50 нм при аналогичных режимах синтеза, характеризуются минимальными значениями увеличения плотности дислокаций — в 3.07 раза и 3.68 раз соответственно.

На основании полученных результатов можно предположить, что суммарная плотность дислокаций в синтезированных слоях PbTe/BaF<sub>2</sub> (100) складывается из двух основных составляющих: пленка наследует дислокационную природу подложки и создаются дополнительные дислокации несоответствия.

Не вполне понятен факт сравнительно небольшого увеличения плотности дислокаций для пленок PbTe/SiO<sub>2</sub>/Si (100), выращенных с использованием буферного слоя толщиной 50 нм. Для выяснения природы этого явления требуются дополнительные исследования.

## ВЫВОДЫ

1. На основании метода ФТ было установлено, что средняя плотность дислокаций кремниевых подложек составляет:

а)  $\rho_d(\text{Si}_{100}) = (1,25 \pm 0,65) \times 10^5 \text{ см}^{-2}$  с вероятностью 80% для пластин Si (100);

б)  $\rho_d(\text{Si}_{111}) = (2,77 \pm 1,15) \times 10^5 \text{ см}^{-2}$  с вероятностью 80% для пластин Si (111).

2. На основании рентгенографического определения установлено, что плотность дислокаций подложек BaF<sub>2</sub> (100) составляют  $\rho_d \sim (7.25 \pm 2.47) \times$

$\times 10^6 \text{ см}^{-2}$ , что превышает аналогичные параметры для подложек кремния различной ориентации.

3. На основании рентгенографического определения установлено, что пленки PbTe, выращенные на подложках Si (100) без буферного слоя, а также на подложках SiO<sub>2</sub>/Si (100) с толщиной буферного слоя ~300 нм характеризуются максимальным увеличением значениями средней скалярной плотности дислокаций по сравнению с аналогичными характеристиками подложки — в 53 раза и 170 раз соответственно. Пленки PbTe, полученные на подложках BaF<sub>2</sub> (100), а также на подложках SiO<sub>2</sub>/Si (100) с буферным слоем толщиной ~50 нм при аналогичных режимах синтеза, характеризуются минимальными значениями увеличения плотности дислокаций — в 3.07 раза и 3.68 раз соответственно.

4. На основании проведенных исследований можно предположить, что вследствие различия значений основных физико-химических параметров кремния и фторида бария, на подложках этих материалов реализуются различные механизмы роста пленок. По многим признакам рост слоев PbTe на подложках Si и осуществляется по механизму Фольмера — Вебера с последующей коалесценцией, в то время как формирование пленок теллурида свинца на подложках BaF<sub>2</sub> (100) происходит по механизму Франка — Ван дер Мерве.

*Данная работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Министерства образования и науки Российской Федерации (ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009—2013 гг., грант № 2012-1.1-12-000-2003-120).*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lead Chalcogenides: Physics and Applications / Ed. D. Khohlov. New York: Gordon & Breach, 2002. 687 p.
2. Mukherjee S. et al. // Transworld Research Network: Kerala, India, 2010. 88 p.
3. Зимин С. П., Горлачев Е. С. Наноструктурированные халькогениды свинца. Ярославль: Изд-во ЯрГУ, 2011. 232 с.
4. Zogg H., Fach A., Maissen C. et al. // Optical Engineering. 1994. V. 33. № 5. P. 1440—1449.
5. Иевлев В. М. Тонкие пленки неорганических материалов: механизмы роста и структура. Воронеж: ИПЦ ВГУ, 2008. 496 с.
6. Zogg H. et al. // J. of Electronic Materials. 2008. V. 37. № 9. P. 1497—1503.
7. Пшеничников Ю. П. Выявление тонкой структуры кристаллов. М.: Металлургия, 1974. 528 с.

8. JCPDS — International Centre for Diffraction Data [Электронные ресурсы]. 1987—2008. JCPDS-ICDD. Newtown Square, PA 19073. USA.
9. Карасевская О. П. и др. // Заводская лаборатория. 1995. № 3. С. 18—20.
10. Кривоглаз М. А. Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. М.: Наука. 1967. 325 с.
11. Ugai Ya. A., Samoylov A. M. et al. // Thin Solid Films. 1998. V. 336. P. 196—200.
12. Уманский Я. С. и др. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Metallurgy, 1982. 432 с.
13. Handbook of semiconductor technology: / ed. K. A. Johnson and W. Schrötter. Weinheim — New York — London.: Wiley VCH, 2001. V. 2. 764 p.
14. Свешникова Л. Л. Способ полирования монокристаллов дифторида бария и травитель для полирования монокристаллов для дифторида бария. Авторское свидетельство № 1281085, 1.09.1986 г.
15. Бестаев М. В. и др. // ФТП. 1997. Т. 31. № 8. С. 980—982.

---

*Самойлов Александр Михайлович* — д. х. н., профессор кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет; тел.: (4732) 596515, e-mail: samoylov@chem.vsu.ru

*Samoylov Alexander M.* — Dr. Sci. (Chem.), Professor of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University; tel.: (4732) 596515, e-mail: samoylov@chem.vsu.ru

*Беленко Сергей Владимирович* — аспирант кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет

*Belenko Sergey V.* — postgraduate student of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University

*Сирадзе Борис Автандилович* — аспирант кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет

*Siradze Boris A.* — postgraduate student of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University

*Тореев Антон Сергеевич* — студент кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет

*Toreev Anton S.* — student of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University

*Донцов Алексей Игоревич* — аспирант кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет

*Dontsov Alexey I.* — postgraduate student of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University

*Филонова Ирина Владимировна* — магистрант кафедры материаловедения и индустрии наносистем, Воронежский государственный университет

*Filonova Irina V.* — undergraduate of the Department of Materials Science and Industry of Nanosystems, Voronezh State University