

И. А. ГЕРКО, В. И. ХРУПА, В. П. КЛАДЬКО,
Е. Н. КИСЛОВСКИЙ, В. Н. МЕРИНОВ

**РЕНТГЕНОВСКИЙ КОНТРОЛЬ
СТРУКТУРНОЙ ОДНОРОДНОСТИ КРИСТАЛЛОВ CdTe**

Институт полупроводников АН УССР, Киев

Параметры приборов, изготавливаемых на основе кристаллов CdTe, зависят не только от среднего уровня искажений решетки, но и от степени структурной однородности

материала. В этой связи важной задачей является разработка методик контроля структурной однородности кристаллов CdTe.

Для сравнительно несовершенных кристаллов полупроводниковых соединений (при плотности дислокаций $N_d > 5 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$) количественная информация о степени их структурного совершенства может быть получена при анализе интегральных интенсивностей лауэ-дифрагированных пучков $I_R(h)$ рентгеновских лучей (РЛ) в условиях небольших уровней поглощения $h < 3$ ($h = \mu t / \cos \theta$; μ — линейный коэффициент поглощения; t — толщина образца; θ — угол Брэгга) [1, 2]. В этом случае по значению прироста интенсивности отражения в дефектном кристалле по сравнению с совершенным образцом $\Delta I_R(h) = I_R(h) - I_R^c(h)$ легко оценить величину относительной объемной доли дефектов q_0 в облучаемом объеме по приближенной формуле

$$\Delta I_R(h) = [Qh q_0 \exp(-h/\mu)] \cdot I_0,$$

где Q — кинематическая рассеивающая способность единицы объема; I_0 — интенсивность первичного пучка. В настоящее время установлена более точная связь значений $I_R(h)$ с характеристиками дефектов [3]. Однако при проведении сравнительного анализа степени структурного совершенства большого числа образцов одинаковой толщины удобно пользоваться указанным простым выражением. Для получения более детальной информации о степени и характере искажений решетки можно затем воспользоваться методиками [3], основанными на сравнительном анализе толщинных зависимостей $I_R(h)$ и $I_R^c(h)$.

При дифрактометрических исследованиях структурной однородности материала осуществляют последовательное сканирование первичного пучка РЛ по входной поверхности кристалла вдоль заданных кристаллографических направлений [4], что позволяет получить радиальное распределение интегральных характеристик структурного совершенства (q_0 , N_d и др.) образца. Методика [4], в которой используется монохроматизированное характеристическое $\text{MoK}\alpha$ излучение, применима для контроля геометрически очень тонких ($t < 100$ мкм) кристаллов CdTe. Недавние исследования¹ показали, что регистрация $I_R(h)$ методом однокристалльного спектрометра [5] при использовании как характеристических, так и непрерывных компонент спектра РЛ обеспечивает достаточную точность измерения интенсивностей отражений (6%). Это обстоятельство, как будет показано ниже,

¹ Низкова А. И. Влияние структурного совершенства легированных монокристаллов на динамическое рассеяние рентгеновских лучей. Автореф. канд. дис. Киев, 1986.

позволяет существенно расширить диапазон пригодных для исследований толщин кристаллов CdTe.

Цель настоящей работы заключалась в расширении возможностей методики исследования структурной однородности кристаллов CdTe при лауэ-дифракции РЛ выбранной длины волны в условиях небольших уровней поглощения и применении ее для контроля промышленных образцов.

Объектами исследований являлись монокристаллические пластины толщиной $430 \pm \pm 10$ мкм. Отклонение поверхности образцов от плоскости (111) не превышало $15'$.

Образцы № 1—6 (см. таблицу) были приготовлены из нелегированного материала, полученного методом направленной кристаллизации. Образец № 6 был вырезан из слитка, выращенного из раствора-расплава с избытком Te (20 ат.%). Образцы № 7—9 готовились из легированного Se, также полученного методом направленной кристаллизации (образцы № 7 — 2% ат. Se, образцы № 8, 9 — 4% ат. Se).

Степень структурного совершенства образцов предварительно контролировалась металлографическим методом избирательного травления (ИТ). Информация о значениях средней плотности дислокаций N_d и наличии имеющихся малоугловых границ $N_{\text{муг}}$ приведена в таблице. Из металлографических данных следует, что для нелегированных образцов только в отдельных случаях удается получить монокристаллический материал, не содержащий блочных структур (образцы № 1, 5, 6). При этом минимальная плотность дислокаций наблюдается в образце № 6, содержащем избыток Te. Видно также, что «слабое» легирование Se образца № 7 приводит к увеличению степени искажений решетки. В то же время при дальнейшем увеличении концентрации Se происходит заметное улучшение структурных характеристик материала.

Сопоставление рентгеновских и металлографических данных о степени структурного совершенства кристаллов CdTe

Номер образца	Метод избирательного травления		Рентгеновские измерения			
	$N_d \cdot 10^{-5}$, см ⁻²	$N_{\text{муг}}$, см ⁻¹	I_R , имп/с	ΔI_R , имп/с	$q_0 \cdot 10^3$	$\Delta q_0 \times 10^3$
1	10	0	5340	4230	8,49	54,9
2	5	4,5	4530	3100	4,69	9,1
3	1,5	100	4030	2900	5,31	15,7
4	5	90	3800	2550	4,41	11,9
5	4	0	2030	900	1,79	2,35
6	1	0	220	1100	2,19	10
7	3	10	3820	2650	5,18	17,4
8	1,7	0	2180	880	1,48	1,97
9	0,9	0	1880	700	1,3	4,6

Регистрация интегральных интенсивностей рефлексов типа 220 при дифракции излучения непрерывного спектра в длинноволновой области вблизи K -края поглощения атомов Cd ($\lambda_K=0,475 \text{ \AA}$) осуществлялась методом однокристалльного спектрометра [5]. Анализ экспериментальных зависимостей $\mu(\lambda)$ для кристаллов CdTe показал, что для λ_K (значение μ составляет $60 \pm \pm 2 \text{ см}^{-1}$) удается добиться минимальных величин уровня поглощения излучения ($h=2,58$ для указанных t) и поэтому с практической точки зрения переход к меньшим длинам волн, расположенным в коротковолновой области тормозного спектра РЛ, нецелесообразен.

Измерения интенсивности первичного пучка I_0 для углового и спектрального интервала излучения, дифрагирующего в исследуемых кристаллах, проводились с помощью совершенных образцов сравнения [5], приготовленных из бездислокационных кристаллов Si и InSb. Для обоих материалов получены аналогичные результаты $I_0=3,5 \times 10^8 \text{ имп/с}\cdot\text{рад}$. Для данной величины I_0 расчетное [3] абсолютное значение $I_R^0(h)$ для совершенных кристаллов CdTe составляет 1190 имп/с .

В процессе измерений осуществлялось последовательное сканирование образцов с шагом 2 мм вдоль двух взаимно перпендикулярных направлений [110] и [112] относительно первичного пучка РЛ размером $0,5 \times 0,5 \text{ мм}$. На основании совокупности полученных для каждой координаты величин определялись средние по образцу значения $\bar{I}_R(h)$ и $\Delta \bar{I}_R = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \Delta I_{Ri}$, где N —

число точек, по которым затем рассчитывались (по указанной формуле $Q=4,72 \times 10^{-2} \text{ см}^{-1}$) средние значения параметров

\bar{q}_0 и $\Delta \bar{q}_0 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |q_0 - q_{0i}|$. Отметим, что если значение \bar{q}_0 описывает средний уровень искажений решетки, то величина $\Delta \bar{q}_0$ может характеризовать степень структурной однородности образца. Результаты измерений и расчетов приведены в таблице.

Анализ совокупности полученных металлографических и рентгеновских данных позволяет сделать вывод о том, что в целом наблюдается удовлетворительная корреляция значений N_d с величинами q_0 . В то же время на фоне общих закономерностей изменения степени несовершенства материала при варьировании технологических условий для отдельных образцов наблюдается резкое отличие этих структурных характеристик. Это наглядно видно для образца № 6, когда металлографическое значение N_d не коррелирует с величиной q_0 . Очевидно,

это связано с тем обстоятельством, что метод ИТ выявляет не все имеющиеся дефекты, в то время как интегральная величина ΔI_R (и соответственно q_0) учитывает все без исключения искажения решетки, независимо от их природы. Поэтому по значению q_0 можно более объективно оценить средний уровень искажений решетки.

Анализ значений Δq_0 показал, что введение данной характеристики существенно повышает информативность дифрактометрических исследований и позволяет более надежно по сравнению с методом ИТ характеризовать степень структурной однородности кристаллов. Имеющиеся данные позволяют как для нелегированного, так и для легированного материала легко выделить сравнительно структурно-неоднородные кристаллы (образцы № 1—4, 6, 7), характеризующиеся значительными (абсолютными и относительными) величинами Δq_0 , а также более однородные кристаллы (образцы № 5, 8, 9). Обращает на себя внимание резкая неоднородность образца № 1, в котором методом ИТ не выявлено малоугловых границ. «Слабое» легирование Se (образец № 7), как видно из таблицы, также приводит не только к увеличению среднего уровня искажений решетки, но и к значительной неоднородности материала. В то же время при дальнейшем увеличении уровня легирования кристаллов (образцы № 8, 9) наблюдается повышение как степени структурного совершенства, так и структурной однородности материала. Аналогичная картина наблюдалась при исследовании легированных монокристаллов группы A^3B^5 , в частности GaAs [6], которая объясняется повышением критического уровня образования дислокаций с введением в кристалл легирующей примеси определенной концентрации. Таким образом, с помощью предложенной методики рентгеновских дифрактометрических исследований при лауэ-дифракции РЛ в условиях невысоких уровней поглощения можно осуществлять достаточно экспрессный неразрушающий контроль степени структурного совершенства и однородности кристаллов CdTe. Информативность и надежность рентгеновских данных существенно выше, чем метода избирательного травления.

Погрешность определения предложенных параметров \bar{q}_0 и $\Delta \bar{q}_0$ составляет 10—15 % при точности измерения $I_R(h)$ 6 %. Время контроля одного образца диам. 2—4 см при юстировке в ручном режиме составляет 5—10 мин.

ЛИТЕРАТУРА

1. Даченко Л. И., Крыштаб Т. Г., Кладько В. П. и др. / Украинский физический журнал. 1984. Т. 29. № 5. С. 743—747.

2. Молодкин В. Б., Даценко Л. И., Хрупа В. И. и др. / *Металлофизика*. 1983. Т. 5. № 6. С. 7—15.

3. Крыштаб Т. Г., Хрупа В. И., Даценко Л. И. / *Украинский физический журнал*. 1986. Т. 31. № 12. С. 1845—1849.

4. Даценко Л. И., Крыштаб Т. Г., Кисловский Е. Н., Хрупа В. И. / *Заводская лаборатория*. 1984. Т. 50. № 5. С. 38—39.

5. А. с. 1255906 СССР. Способ контроля струк-

турного совершенства монокристаллов / Даценко Л. И., Гуреев А. Н., Хрупа В. И. и др. // *Открытия. Изобретения*. 1986. № 33.

6. Мильвидский М. Т., Освенский В. Б. Структурные дефекты в монокристаллах полупроводников.— М.: *Металлургия*, 1984.— 255 с.

Поступила 12.03.1987 г.