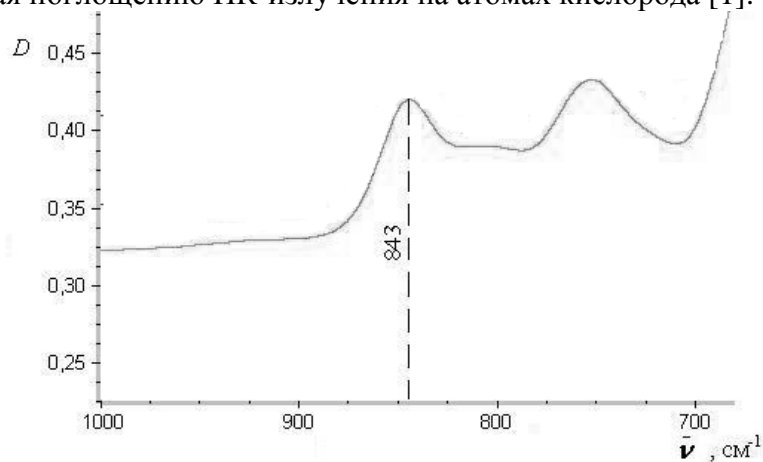


**АНАЛИЗ СОДЕРЖАНИЯ АТОМАРНОГО КИСЛОРОДА В
МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ ГЕРМАНИИ**

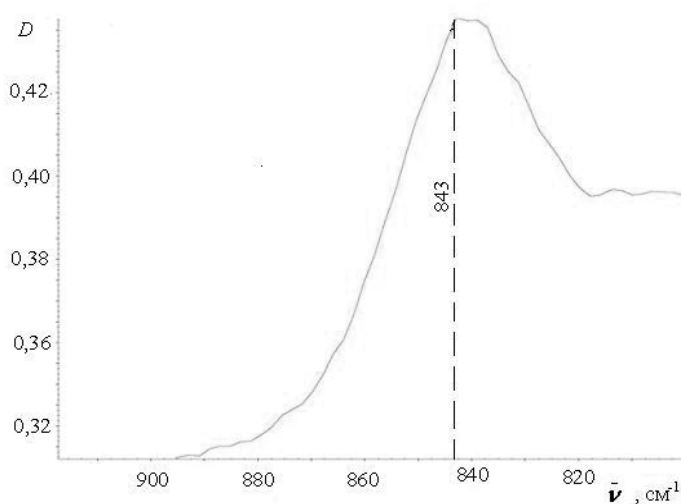
Голубовская Н. О., Евдокимова Л. С.
научный руководитель д-р хим. наук Шиманский А. Ф.
Сибирский федеральный университет

В настоящее время востребованы материалы с уникальным сочетанием электро-физико-механических свойств. К их числу принадлежат монокристаллы германия с минимальным содержанием примесей и дефектов. Такие кристаллы имеют перспективу в связи с развитием полупроводниковых нанотехнологий. Структурное совершенство монокристаллов Ge и параметры полупроводниковых приборов, изготовленных на их основе, прежде всего, детекторов ионизирующих излучений, в значительной степени зависят от содержания примеси кислорода $[O_i]$. В связи с этим целью работы явилось исследование концентрации кислорода в монокристаллах германия.

На рисунке 1а показан типичный спектр образца монокристаллического германия в исследуемом диапазоне волновых чисел. На рисунке 1б приведена полоса 843 см^{-1} , отвечающая поглощению ИК-излучения на атомах кислорода [1].



а



б

Рисунок 1 - Типичный спектр образца монокристаллического германия в диапазоне волновых чисел $700-1000\text{ см}^{-3}$ (а), $800-900\text{ см}^{-3}$ (б)

Регистрацию ИК-спектров производили в диапазоне 400 – 4000 cm^{-1} с использованием ИК-Фурье спектрометра Nicolet 380. Концентрацию кислорода рассчитывали по известной формуле, скорректированной на длину хода луча в исследуемом образце

$$[O] = 1,05 \cdot 10^{17} \left(\frac{2,3 D \cdot \cos 10,08^\circ}{d} \right),$$

где D – оптическая плотность, соответствующая «кислородному» пику; d – толщина образца; $10,08^\circ$ – угол, под которым ИК-излучение проходит через кристалл германия, $1,05 \cdot 10^{17}$ – калибровочный коэффициент, cm^{-2} . Экспериментальная ошибка в определении концентрации кислорода не превышала 2 %. Объектами исследования являлись образцы монокристаллического германия, характеристики которых представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Свойства образцов кристаллического германия

Образцы	Тип образцов	$[O_i], 10^{16} \text{cm}^{-3}$
1	Бездислокационный кристалл (выращен в атмосфере водорода)	0,20
2	Монокристалл, выращен в атмосфере азота	0,90 – 1,10
3	Монокристалл, выращен в атмосфере аргона, поверхностный слой, 5 мм от края	1,25
4	Монокристалл, выращен в атмосфере аргона, поверхностный слой, 10 мм от края	1,10
5	Монокристалл, выращен в атмосфере аргона, центр	0,95
6	Монокристалл, выращен в атмосфере аргона, поликристаллическая область	1,30

Установлено, что концентрация оптически активных атомов кислорода в исследуемых кристаллах германия изменяется от $0,20 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$ до $1,30 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$. Минимальная концентрация $[O_i]$ порядка $0,20 \cdot 10^{16} \text{cm}^{-3}$ выявлена в бездислокационных кристаллах. На монокристаллах, выращенных в атмосфере аргона и азота, изучено распределение кислорода по сечению слитка. Из приведенных данных следует, что концентрация кислорода возрастает на периферии слитка. Максимальное содержание кислорода обнаружено в поликристаллических областях.

Наиболее четко прослеживается распределение кислорода в образцах германия, полученных в среде азота и аргона. На рисунке 2 представлен график зависимости концентрации кислорода в образце $[O_i]$ от расстояния исследуемой области кристалла до центра пластины $[x, \text{мм}]$.

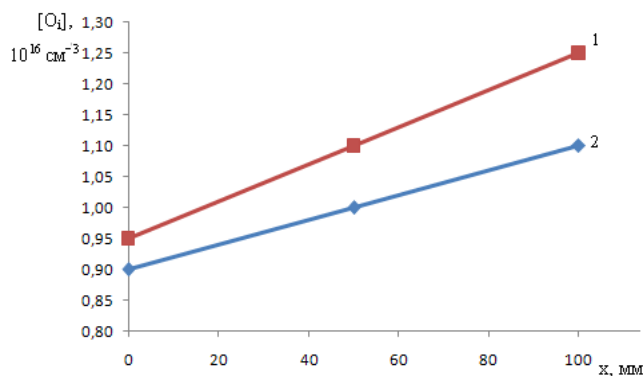


Рисунок 2 – Распределение кислорода в образцах германия в зависимости от области измерения, выращенных: 1- в среде аргона, 2 – в среде азота

На кристаллах, выращенных в атмосфере аргона, исследована взаимосвязь содержания кислорода и термоупругих напряжений в кристаллах германия. Так как внутренние напряжения, накапливаемые в кристаллах, приводят к различным изменениям на дифрактограмме, то логично исследовать их с помощью рентгеновского структурного анализа [2].

Съёмку рентгенограмм проводили при использовании $\text{Cu K}\alpha$ -излучения на дифрактометре X'Pert PRO (PANalytical, Нидерланды), с вертикальным гониометром $D = 200$ мм, с полупроводниковым однокоординатным детектором PIXcel, снабженным графитовым монохроматором.

Образцы монтировали в стандартный держатель так, чтобы в отражении участвовала центральная часть пластины. Съёмка проводилась при вращении образца со скоростью 1 об/с. Угловое положение рефлекса определялось стандартным матобеспечением X'Pert PRO по $\text{Cu K}\alpha_1$ составляющей.

Расчеты параметра решетки выполнены по методу Нельсона – Райли. Построения выполнены для рефлексов: [111], [222], [333], [444]. Средняя точность расчета параметра решетки: $\pm 0,0001 \text{ \AA}$.

По результатам исследований термоупругих напряжений в кристаллах германия на базе данных рентгеновского структурного анализа выявлено следующее:

- пики всех исследуемых образцов германия имеют сдвиг, в среднем, на 0,06 градуса относительно эталонного спектра бездислокационного кристалла, таким образом, в этих образцах произошло сильное искажение ГЦК решетки (параметра a), что говорит о наличии макронапряжений;

- одинаковая интенсивность пиков свидетельствует об отсутствии статических напряжений;

- у образцов германия микронапряжения в среднем на порядок меньше, чем макронапряжения.

По результатам проведенных экспериментов установлено, что максимальные отклонения параметра решетки a и относительных значений $\Delta a/a$, а, соответственно, напряжений в кристаллах отвечают образцам, расположенным по краям слитков, т.е там, где наиболее вероятно искривление фронта кристаллизации, вследствие изменения направления векторов градиентов температуры $\frac{\partial T}{\partial x}$ и $\frac{\partial T}{\partial y}$. Следует отметить, что

именно в этих образцах наблюдается относительно большое содержание кислорода, порядка $1,25 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$. Минимальные значения $\Delta a/a$, обнаружены в образцах, вырезанных из центральной части кристалла, где содержание кислорода также минимально $\leq 1,0 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$.

Список литературы

[1] Выращивание монокристаллов германия с низким содержанием дислокаций и примесей [Текст]: монография / О. И. Подкопаев, А. Ф. Шиманский ; Сиб. федерал. ун-т, Ин-т цветных металлов и материаловедения. - Красноярск : СФУ, 2013. - 103 с.

[2] Nelson J.B., Riley D.P. An experimental investigation of extrapolation methods in the derivation of accurate unit-cell dimensions of crystals / Proc. Phys. Soc. 1945. Vol. 57. №3. P. 160-177.