

УДК 539.213

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РОСТА КРИСТАЛЛОВ В АМОРФНЫХ ПЛЕНКАХ ТЕЛЛУР-МЕДЬ ПЕРЕМЕННОГО СОСТАВА И ТОЛЩИНЫ

© 2004 г. В. Ю. Колосов, Л. М. Веретенников, К. Л. Швамм

Уральский государственный экономический университет, Екатеринбург, Россия

Поступила в редакцию 27.01.2003 г.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии исследовано влияние толщины и относительного содержания компонент на рост в аморфных пленках теллур-медь кристаллов теллура с необычной дефектностью – сильным внутренним искривлением кристаллической решетки. Исследование структурных особенностей кристаллов проведено на основе анализа картин изгибных экстинкционных контуров.

ВВЕДЕНИЕ

При кристаллизации тонких аморфных пленок часто образуются кристаллы с необычной организацией кристаллической решетки: плоскости кристаллической решетки искривлены вокруг одной или двух взаимно перпендикулярных осей, лежащих в плоскости пленки, сам же кристалл при этом остается плоским. Данное искривление может достигать очень больших значений (до 120° на микрометр) [1].

Ранее [2] нами было установлено, что при уменьшении толщины тонкой аморфной пленки ряда веществ (Se , Sb_2Se_3 и Sb_2S_3) формируется более сильное внутреннее искривление кристаллической решетки. Другим фактором, влияющим на степень искривления решетки кристаллов, растущих в аморфной пленке, является ее состав. Так, при исследовании роста кристаллов селена, нами было установлено, что увеличение концентрации добавочного элемента (теллура) в пленке приводит к значительному увеличению степени искривления решетки кристаллов [3].

В данной работе исследовалось формирование кристаллов теллура с внутренним искривлением решетки в аморфных пленках теллур–медь переменного состава и толщины.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Пленки теллур-медь были получены последовательным (сначала медь, затем теллур) термическим напылением компонент в вакууме 10^{-3} Па на слюдяную подложку, предварительно покрытую тонким слоем аморфного углерода. При такой схеме напыления пленка получается аморфной [4]. Взаимное расположение тиглей, из которых производилось распыление веществ, и подложки было таковым, что получались пленки перемен-

ного вдоль одного направления состава. Выбором соответствующей геометрии напыления этим методом можно получать пленки, в которых концентрация меди меняется в широком диапазоне. Для определения распределения распыляемых веществ по поверхности пленки, и, соответственно, ее состава был использован метод расчета С.А. Векшинского [5]. Основываясь на этом методе на базе системы автоматизации математических расчетов Matlab версии 5.3 (фирмы Math Works) были созданы программы позволяющие установить распределение веществ по поверхности пленки.

Для создания сильного градиента толщины пленки была использована схема напыления с маской, которая давала достаточно узкую тень – толщина пленки менялась от максимального значения ~ 50 нм до 10 нм в пределах размеров одной электронно-микроскопической ячейки (~ 100 мкм).

Электронно-микроскопическое исследование структурных особенностей кристаллов теллура проведено на основе анализа картин изгибных экстинкционных контуров. Ранее [6] для подобных кристаллов проводился детальный анализ расположения изгибных контуров и его результаты использованы в данной работе.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Непосредственно после напыления пленки дифракционно аморфны, но затем при комнатной температуре начинается их самопроизвольная кристаллизация и в течение нескольких суток пленки полностью или частично кристаллизуются. У кристаллов теллура с гексагональной решеткой, выросших в полосе переменной толщины при комнатной температуре, ось [001] имеет тенденцию располагаться в плоскости пленки. Это позволяет достаточно просто измерить локальный радиус кривизны кристаллической ре-

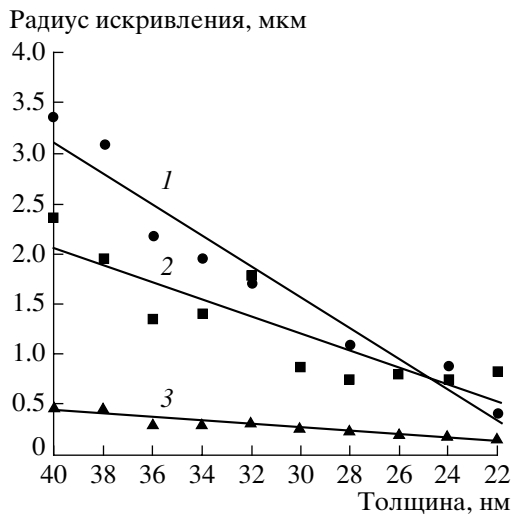


Рис. 1. Уменьшение радиуса искривления кристаллической решетки кристаллов (зерен) теллура с уменьшением толщины вакуумных конденсатов медь-теллур для различных кристаллографических ориентаций: 1 – ось зоны $\langle 010 \rangle$ (локальный радиус искривления перпендикулярен $[001]$); 2 – ось зоны $\langle \bar{1}10 \rangle$ (локальный радиус искривления перпендикулярен $[001]$); 3 – ось зоны $\langle \bar{1}10 \rangle$ (интегральный радиус искривления параллелен $[001]$).

шетки вокруг оси перпендикулярной $[001]$ по расстоянию между изгибными контурами 003 и $00\bar{3}$ [2]. Результаты измерений для двух типичных ориентировок приведены на графиках (рис. 1). Там же приведены результаты измерений интегрального (усредненного) радиуса искривления кристаллической решетки теллура вокруг оси параллельной $[001]$. В этом случае измерялись рас-

стояния между контурами, отвечающими плоскостям 120 и 110 (соответствующий угол 11°), а также 120 и 010 (угол 19°). По этим углам и расстояниям между соответствующими изгибными контурами рассчитывался интегральный радиус искривления решетки [2].

Графики на рис. 1 иллюстрируют уменьшение радиуса кривизны кристаллической решетки теллура с уменьшением толщины кристаллов. Локальный радиус искривления решетки вокруг оси перпендикулярной $[001]$ для кристаллов с располагающейся в центре осью зоны отражающих плоскостей $\langle 010 \rangle$ уменьшается на порядок при уменьшении толщины с 40 до 22 нм, а в кристаллах с осью зоны $\langle \bar{1}10 \rangle$ в три раза. Также в три раза уменьшается и интегральный радиус искривления решетки вокруг оси параллельной $[001]$, но здесь искривление выражено в среднем в пять раз сильнее, достигая в предельном случае 200° на микрометр.

На рис. 2 приведены электронно-микроскопические фотографии двух участков закристаллизованной пленки разных толщин и помечены зонно-осевые картины изгибных контуров, по которым определялся радиус искривления. Хорошо видно, что расстояние между контурами 003 и $00\bar{3}$ уменьшается с уменьшением толщины.

Влияние относительного содержания компонент на степень искривления решетки кристаллов теллура в аморфных пленках теллур-медь, исследовалось *in situ* на кристаллах, растущих непосредственно под электронным пучком в колонне электронного микроскопа. В данном случае использовалась пленка, в которой относительная атомная концентрация меди менялась от 20 до

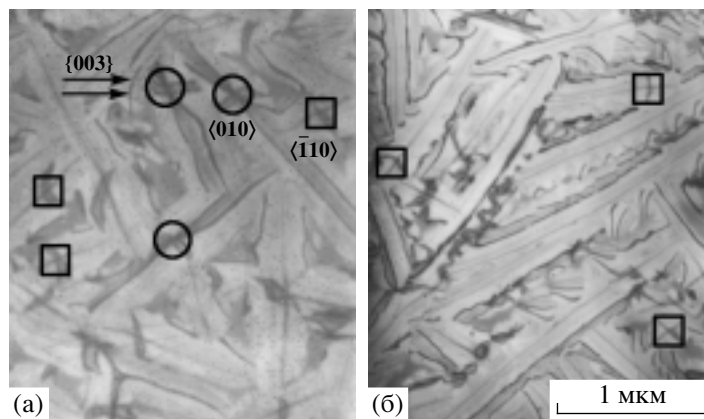


Рис. 2. Электронно-микроскопические изображения кристаллов (зерен вытянутой формы) теллура, образующихся в аморфных вакуумных конденсатах медь-теллур переменной толщины: а – 38 нм, б – 30 нм. Выделены два типа зонно-осевых картин изгибных контуров в центрах кристаллов, по которым определялся радиус искривления решетки (кружками $\langle 010 \rangle$, квадратами $\langle \bar{1}10 \rangle$). Пара контуров 003 и $00\bar{3}$ помечена стрелками.

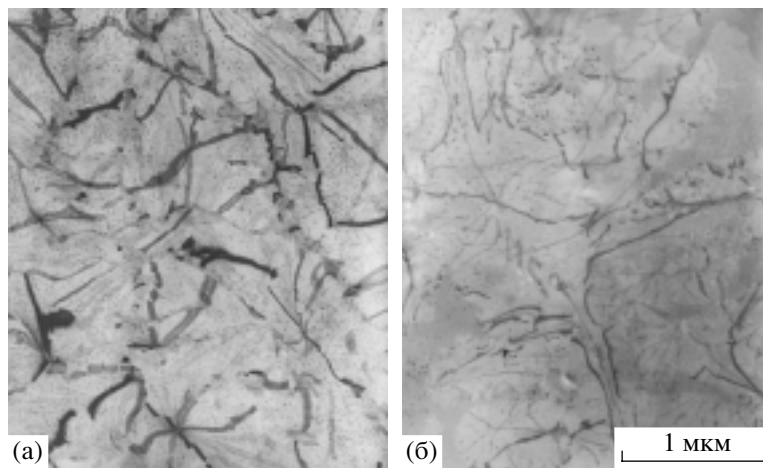


Рис. 3. Электронные микрофотографии двух участков закристаллизованной пучком пленки теллур-медь с относительным содержанием меди: а – 25%, б – 35%.

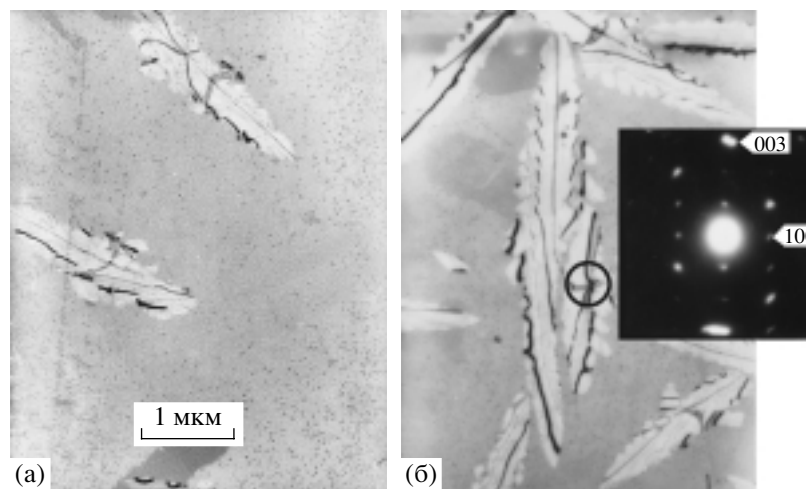


Рис. 4. Микрофотографии изолированных кристаллов теллура (вытянутых вдоль [001]), растущих в аморфном окружении с разным относительным содержанием меди в пленке: а – 27%, б – 22%. На вклейке приведена микроэлектрограмма от выделенного участка.

50%. Во всем этом диапазоне под пучком было возможно выращивать кристаллы теллура (наряду с кристаллами соединений меди и теллура). Качественно было установлено, что с увеличением процентного содержания меди в пленке, под пучком растут кристаллы теллура с более выраженным искривлением решетки (рис. 3). На рисунке приведены микрофотографии кристаллов теллура, выросших в участках пленки с различным процентным содержанием меди. Ширина пар экстинкционных контуров, отвечающих кристаллографическим плоскостям hkl и $h\bar{k}l$ кристаллов теллура, выросших в участке с концентрацией меди 35%, значительно меньше, чем у кристаллов, выросших в участке с концентрацией меди 25%, что свидетельствует о более сильном искривлении решетки. Получение надежных коли-

чественных данных в этом исследовании было затруднено из-за несовершенства и сильной дефектности кристаллов теллура, растущих при больших концентрациях меди в пленке.

Как изолированные кристаллы в аморфном окружении (рис. 4), так и кристаллические зерна мозаики поликристаллического теллура (рис. 2), растущие в пленках при комнатной температуре, имеют вытянутую форму, нередко близкую к ромбической. Их размеры в направлении [001] в несколько раз превышают размеры в направлении, перпендикулярном [001] (за точку отсчета направлений взят центр кристалла). Зависимость соотношения этих размеров кристалла (зерна) от характеристик пленки в исследуемом участке удобно оценивать величиной аспектного отношения (длина/ширина). Существенное влияние на

его величину в монокристаллических зернах теллура оказывает толщина пленки: в исследуемом диапазоне толщин среднее аспектное отношение для кристаллов теллура с уменьшением толщины увеличивается более чем в два раза ~ от 4 до 10 (рис. 2). В изолированных кристаллах теллура в аморфном окружении увеличение средней величины аспектного отношения (почти в два раза) наблюдается при уменьшении относительного содержания меди в пленке (рис. 4).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Установлено, что с уменьшением толщины аморфной пленки теллур-медь степень двух осевого искривления решетки кристаллов теллура, образующихся в ней, возрастает:

увеличивается как степень локального искривления вокруг оси, перпендикулярной кристаллографическому направлению [001], так и степень интегрального искривления вокруг оси, совпадающей с [001], превышая в последнем случае максимальные значения для ранее исследованных веществ.

Качественно установлено, что и с увеличением процентного содержания меди в аморфной пленке теллур-медь происходит рост степени искривления решетки кристаллов теллура. Этот результат ана-

логичен количественному результату, полученному при исследовании влияния концентрации добавочного элемента (теллура) на рост кристаллов селена в аморфных пленках селен-теллур [3].

Установлено, что толщина и состав пленки оказывают влияние на величину аспектного отношения для кристаллов теллура, растущих в аморфных пленках теллур-медь: уменьшение толщины пленки и уменьшение процентного содержания в ней меди приводят к относительному удлинению кристаллов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант Урал 01-03-96520) и INTAS (грант № 00-100).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Kolosov V.Yu.* // Proc. XII ICSEM, Seattle, San Francisco Press, 1990. V. 1. P. 574
2. *Колосов В.Ю., Веретенников Л.М.* // Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. 2000. № 2. С. 72.
3. *Колосов В.Ю., Веретенников Л.М.* // Известия РАН. Сер. физич. 2000. Т. 64. № 8. С. 1655.
4. *Болотов И.Е., Кожин А.В.* // ФТТ. 1973. Т.15. С. 620.
5. *Векишинский С.А.* Новый метод металлографического исследования сплавов. М.: Огиз, 1944. 250 с.
6. *Болотов И.Е., Колосов В.Ю.* // Заводская лаборатория. 1982. Т. 48. № 11. С. 53.

Electron Microscopy Study of Crystal Growth in Copper-Tellurium Amorphous Films of Variable Thickness and Composition

V. Yu. Kolosov, L. M. Veretennikov, C. L. Schwamm

With the help of transmission electron microscopy the action of film thickness and relative composition of components on crystal growth of tellurium crystals with unusual imperfection (strong internal crystal lattice bending) in copper-tellurium amorphous films is studied. The peculiarities of crystal microstructure are investigated by analysis of the extinction bend contour patterns.