

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НИЖЕГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМ. Н.И. ЛОБАЧЕВСКОГО»**

На правах рукописи

Бобров Александр Игоревич

**Исследование полей упругих деформаций и напряжений в массивах
вертикально упорядоченных Ge(Si)-наноструктур.**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Научный
руководитель
д.ф.-м.н., проф.
Д.А. Павлов

Нижний Новгород, 2015

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение	5
Глава 1. Полупроводниковые структуры с массивами самоформирующихся наноостровков	13
1.1. Введение.....	13
1.2. Формирование смачивающего слоя и переход от двухмерному к трёхмерному росту	17
1.3. Рост многослойных структур с самоформирующимися островками и квантовыми точками	21
1.4. Выводы	29
Глава 2. Методы изучения деформаций и состава в гетеронаноструктурах с самоформирующимися наноостровками	30
2.1. Рентгеновская дифракция	30
2.2. Просвечивающая электронная микроскопия	34
2.2.1. Конструкция просвечивающего электронного микроскопа	34
2.2.2. Линзовая система микроскопа и его режимы работы	36
2.2.3. Принцип действия электронной линзы	38
2.2.4. Режимы увеличения и дифракции просвечивающего электронного микроскопа	39
2.2.5. Препарирование ПЭМ образцов	44
2.3. Нанодифракция.	49
2.4. Метод геометрической фазы.....	50
2.4.1. Визуализация дислокаций с использованием метода геометрической фазы	58
2.4.2. Проблема зашумления артефактами GРА-карт распределений деформаций и описание способа их устранения	62
2.4.3. Условия применимости метода геометрической фазы к анализу изображений ВРПЭМ.....	63
2.4.4. Связь волновой функции электрона и изображения ВРПЭМ	64

2.4.5. Условия соответствия.....	67
2.4.6. Ограничения метода анализа геометрической фазы	69
2.4.7. Подавление артефакта типа «дислокация».....	77
2.5. Измерение межплоскостных расстояний методом геометрической фазы....	81
2.6. Выводы.....	88
Глава 3. Метод профилирования напряжений в гетеронаноструктурах с использованием совокупности методов просвечивающей электронной микроскопии.....	89
3.1. Энергодисперсионный электронно-зондовый рентгеновский анализ.....	90
3.1.1. Принцип действия кремний-дрейфового энергодисперсионного детектора X-MAX.....	91
3.1.2 Количественный рентгеноспектральный анализ, коэффициент Клиффа-Лоримера	94
3.2. Метод профилирования элементного состава по Z-контрасту	98
3.3. Математический аппарат для расчёта механических напряжений в гетеронаноструктурах на основании данных просвечивающей электронной микроскопии	102
3.4. Измерение напряжений в псевдоморфных GeSi-слоях в кремниевой матрице	107
3.5. Выводы.....	109
Глава 4. Экспериментальное наблюдение и изучение механизма вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-островков.....	110
4.1. Распределение упругих деформаций и напряжений в одиночном захороненном Ge(Si)-островке.....	111
4.2. Распределение механических напряжений в массивах Ge(Si)-островков	114
4.3. Изучение механизма возникновения вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-островков.....	121
4.4. Выводы.....	131
Общие выводы.....	132

Заключение	133
Список сокращений и обозначений.....	134
Список используемой литературы	135

Введение

Актуальность темы

Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств и создание физических основ промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами относятся к перечню важнейших областей исследований в физике конденсированного состояния. Если вести речь о полупроводниковых материалах, то для них наиболее распространённым направлением соответствующих работ выступает так называемая «зонная инженерия». Её частной реализацией является формирование в структуре полупроводникового материала гетероэпитаксиальных включений пониженной размерности: квантовых ям, квантовых проволок и квантовых точек (КТ). Для создания последних широко применяется метод молекулярно-лучевой эпитаксии. С её помощью возможно создание широкого класса наноструктурированных объектов. Наиболее изученными в этом направлении являются структуры типа A^3B^5 и Ge/Si.

Материалы группы A^3B^5 имеют важное прикладное значение из-за возможности подбора их элементного состава, благодаря чему обеспечивается управление шириной их запрещенной зоны и параметрами кристаллической решетки. Кроме того, многие полупроводники этого класса являются прямозонными, что важно для создания оптоэлектронных приборов различного назначения.

Ge/Si гетероструктуры в настоящее время представляют интерес с точки зрения удобства этой системы для изучения механизмов самоорганизации квантовых точек и наностроек. С последними также связываются надежды на создание эффективных электролюминесцентных и фотодетектирующих устройств, совместимых со стандартной кремниевой технологией и работающих в диапазоне длин волн 1.3-1.55 мкм.

Германий – единственный элемент IV группы, пригодный для образования гетеропары с кремнием. При этом, благодаря формированию непрерывного ряда твёрдых растворов, эти материалы предоставляют широкие возможности для

управления энергетической зонной диаграммой гетеронаноструктур, что обуславливает возможность создания на их основе оптически активных сред и оптоэлектронных приборов. Также необходимо отметить важную роль в микроэлектронной промышленности тонких напряжённых Ge(Si)-слоёв, деформированных в одном из кристаллографических направлений в результате гетероэпитаксии на кремниевую подложку. Такие структуры отличаются повышенной подвижностью носителей по сравнению с объёмным материалом.

Рассогласование параметров кристаллических решёток Ge (0.565 нм) и Si (0.543 нм) составляет 4,2%. Релаксация напряжений возникающих на границе раздела этих двух материалов при гетероэпитаксии происходит за счёт двух механизмов – либо через неупругую деформацию с дефектообразованием (пластическую релаксацию), либо через развитие шероховатости ростовой поверхности (упругую релаксацию). Частным случаем упругой релаксации является образование трёхмерных nanoостровков. В результате, получение совершенных гетероструктур оказывается возможным в довольно узком диапазоне ростовых параметров. Для их системного изучения и прогнозирования различных ростовых режимов требуется комплексная теория, учитывающая закономерности распределения упругих деформаций, состава и напряжений. Это приобретает особенное значение в случае формирования многослойных гетеронаноструктур.

К моменту начала работы над диссертацией подобная теория существовала, однако носила качественный характер и не могла быть использована для детального прогнозирования роста многослойных массивов гетеронаноструктур с Ge(Si)-nanoостровками. Она использовалась преимущественно для объяснения и систематизации богатого опыта исследователей в области ростовых экспериментов.

Одним из факторов, препятствовавших оформлению достоверно проверенной модели вертикального упорядочения в массивах трёхмерных nanoостровков, являлось отсутствие инструмента, позволявшего прямым путём осуществить визуализацию распространения деформационных полей в этой системе. Измерение деформаций в таком эксперименте требует нанометрового пространственного

разрешения и точности на уровне сотых долей ангстрема. На момент начала работы над настоящей диссертацией для определения локальных деформаций кристаллической решётки получил широкое распространение метод нанодифракции – один из режимов просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ). Однако, осуществляемые с его помощью измерения носят локальный характер и не могут обеспечить формирования целостной картины распределения деформаций в массивах вертикально упорядоченных наноостровков.

Визуализировать распределение полей деформаций в структурах с межостровковой вертикальной связью возможно при помощи метода геометрической фазы (GPA). Последний основывается на анализе периодических колебаний интенсивности на снимке высокого разрешения, полученном при помощи просвечивающего электронного микроскопа. Сложность применения метода геометрической фазы при определении параметров кристаллической решётки заключается в необходимости проведения калибровки по эталонам и в определении погрешности измерений.

В случае корректного преодоления этой проблемы, с помощью метода геометрической фазы становится возможным получение не только карт распределения деформаций, но и карт межплоскостных расстояний в гетеронаноструктурах. Эти карты можно согласовать с картами распределения элементного состава, полученными методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии или спектроскопии характеристических потерь электронов. В результате, по совокупности данных о составе и межплоскостных расстояниях, а также с использованием классической теории упругости можно построить карты распределения напряжений в исследуемой структуре на нанометровом масштабе. Эта информация в свою очередь может быть использована для построения детальной модели вертикального упорядочения в массивах самоформирующихся трёхмерных наноостровков.

Таким образом, было необходимо усовершенствовать метод геометрической фазы для построения с его помощью карт межплоскостных расстояний с достоверно

определённой точностью. На основе данных об изменении межплоскостных расстояний и состава требовалось разработать метод профилирования полей механических напряжений по исследуемой области гетеронаноструктуры. Наконец, использование выше описанных инструментов должно было позволить экспериментально проверить теоретические модели вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-наноостровков, опубликованные в более ранних работах.

Цели и задачи работы

Целью настоящей работы является выявление закономерностей вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-наноостровков путём измерения возникающих в них упругих деформаций и механических напряжений.

С учётом особенностей используемых в работе методов просвечивающей электронной микроскопии для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. усовершенствовать метод геометрической фазы с целью обеспечить с его помощью измерения межплоскостных расстояний кристаллической решётки и определить погрешность этих измерений;
2. разработать метод профилирования полей механических напряжений в гетеронаноструктурах на основе совокупности данных об изменениях межплоскостных расстояний и элементного состава в них;
3. измерить деформации кристаллической решётки, определить состав и рассчитать профили распределения напряжений в массивах вертикально упорядоченных Ge(Si)-наноостровков в кремниевой матрице.

Научная новизна работы

1. Продemonстрирован способ получения достоверных результатов измерений деформаций и межплоскостных расстояний в гетеронаноструктурах при помощи совокупности методов геометрической фазы и нанодифракции.
2. Предложен и на примере Ge(Si)-структур отработан метод профилирования полей механических напряжений в гетеронаноструктурах на основе совокупности данных об их составе и деформациях кристаллической решётки. Разработанный подход не требует специального оборудования для просвечивающего электронного микроскопа и может быть широко использован, как для совершенствования приборных структур, так и для проведения фундаментальных исследований.
3. Выявлены закономерности возникновения и распространения упругих деформаций и механических напряжений, создаваемых захороненными Ge(Si)-наноструктурами в разделительных слоях кремния вертикально упорядоченных массивов.

Теоретическая и практическая значимость работы

Продemonстрировано влияние колебаний фазового контраста на цифровую обработку снимков высокого разрешения при использовании метода геометрической фазы. Предложен оригинальный алгоритм, позволяющий избавиться от зашумления деформационных карт, связанного с этим эффектом.

Предложена методика калибровки метода геометрической фазы по снимку от эталонной структуры. В дальнейшем эта калибровка используется для проведения серии измерений деформаций и межплоскостных расстояний по группе снимков высокого разрешения, полученных уже непосредственно от исследуемой области гетероструктуры. Для реализации данной методики все снимки выполнялись при одинаковом увеличении и единых настройках осветительной системы просвечивающего электронного микроскопа. Достоверность измерений методом

геометрической фазы была подтверждена при помощи дифракционного эксперимента в режиме нанодифракции, а также с использованием рентгеновской дифракции.

Впервые предложена методика, позволяющая производить расчёт и визуализацию распределения упругих механических напряжений на наномасштабе в гетероэпитаксиальных структурах на основе совокупности экспериментальных данных о распределении в них элементного состава и межплоскостных расстояний.

Прямыми методами наблюдений визуализирован механизм вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-наноструктур. Установлено, что причиной этого эффекта является передача механических напряжений кристаллической решётки от захороненного островка через разделительный кремниевый слой к последующему гетероэпитаксиальному слою. При этом наиболее существенные деформации сжатия кремниевая решётка претерпевает в направлении роста [001]. В латеральном направлении разделительный кремниевый слой испытывает сравнительно малые деформации, отличающиеся случайными флуктуациями как по величине, так и по знаку.

Количественно определена степень влияния захороненного Ge(Si)-островка, выращенного при температуре 600°C, на последующий гетероэпитаксиальный слой в массиве в зависимости от толщины разделяющей их прослойки кремния.

Апробация работы

Результаты работы представлялись на XXIV Российской конференции по электронной микроскопии "РКЭМ-2012" (29 мая – 1 июня 2012 г. Россия, г. Черноголовка). XVII международном симпозиуме "Нанопизика и нанопэлектроника" (11-15 марта 2013 г. Россия, г. Н. Новгород). XXV Российской конференции по электронной микроскопии "РКЭМ-2014" (2-7 июня 2014 г. Россия, г. Черноголовка). XVIII Международном симпозиуме "Нанопизика и нанопэлектроника" (10-14 марта 2014 г. Россия, г. Н. Новгород).

Публикации

Всего по теме диссертации опубликовано 12 научных и учебно-методических работ, включая 2 учебно-методических пособия, 7 статей в ведущих научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и 3 публикаций в сборниках трудов и тезисах докладов российских и международных научных конференций.

Личный вклад автора

Автор работы самостоятельно определял направление исследований и сам лично проводил эксперименты по высокоразрешающей просвечивающей микроскопии на объектах, изготовленных в Институте физики микроструктур РАН. Им усовершенствован метод геометрической фазы и предложен оригинальный подход к расчёту полей механических напряжений, благодаря которому были выявлены закономерности формирования вертикально упорядоченных массивов Ge(Si)-наноостровков.

Структура и объём диссертации

Диссертация состоит из введения, 4-х глав и заключения. Общий объём диссертации составляет 145 страниц, включая 81 рисунок. Список цитируемой литературы включает 108 наименований.

Основные положения выносимые на защиту

1. Разработана методика для измерения межплоскостных расстояний с использованием метода геометрической фазы. Предложен оригинальный алгоритм для устранения влияния непериодических колебаний интенсивности фазового контраста на формирование карт распределения деформаций по снимкам высокого разрешения.
2. В кристаллической структуре массивов Ge(Si)-островков преобладают деформации в ростовом направлении. В латеральном направлении на протяжении всей гетероэпитаксиальной структуры имеет место воспроизведение параметров кремния, заданных подложкой. При этом деформации в плоскости роста носят однородный характер и не превышают 1% относительно недеформированного кремния.
3. На защиту выносится метод расчёта напряжений в гетероэпитаксиальных наноструктурах, основанный на сочетании методов геометрической фазы, Z-контраста и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.
4. Эффект вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-наноостровков связан с распространением полей механических напряжений сжатия через разделительные кремниевые слои. Для структур, полученных при типичной для таких объектов ростовой температуре в 600°C, этот эффект сохраняется до толщин разделительных слоёв кремния составляющих 75 нм.

Глава 1. Полупроводниковые структуры с массивами самоформирующихся наноостровков

1.1. Введение

Полупроводники нашли широчайшее применение в современной оптоэлектронике. Обусловлено это возможностью изменять их оптические свойства за счёт послойного включения в структуру изовалентных примесей. При этом происходит локальное изменение энергетической зонной структуры полупроводника и формирование квантоворазмерных объектов: ям, проволок и точек. В силу пространственных ограничений на движение и локализацию носителей заряда в таких системах проявляются квантоворазмерные эффекты, благодаря которым полупроводниковые материалы приобретают свойства, отличные от тех, которыми они обладают в обычном объёмном состоянии [1, 2, 3]. Существует достаточно широкий круг материалов, пригодных для создания гетероструктур. Наиболее широкое практическое применение нашли соединения элементов III и V групп таблицы Менделеева, например, In(Al)As/GaAs(P) [4, 5], а также элементы IV группы – Ge/GeSi/Si [6, 7].

Формирование гетеронаноструктур на их основе осуществляется преимущественно с использованием эпитаксиальных методов послойного осаждения. При этом в зависимости от применяемых материалов, соотношения параметров кристаллических решёток осаждаемой плёнки и подложки, а также поверхностной энергии границы раздела между ними реализуется два предельных случая эпитаксиального роста: либо происходит формирование двумерного слоя по механизму Франка-ван-дер-Мерве [6, 8, 9], либо образуются трёхмерные объекты (наноостровки) в соответствии с механизмом Волмера-Вебера [2, 6]. Кроме того, принято выделять промежуточный механизм эпитаксии, при котором на начальном этапе роста имеет место формирование двумерного слоя по аналогии с механизмом Франка-ван-дер-Мерве, но из-за рассогласования кристаллических решёток подложки и плёнки в последней происходит накопление упругих деформаций [10, 11]. В результате начиная с определённой толщины дальнейший рост двумерного

слоя становится энергетически невыгодным, и на поверхности происходит образование трёхмерных островков [12]. Этот механизм принято называть механизмом Странского-Крастанова. Именно он описывает процесс образования nanoостровков и квантовых точек в таких гетеросистемах, как InAs/GaAs [13] и Ge/Si [14].

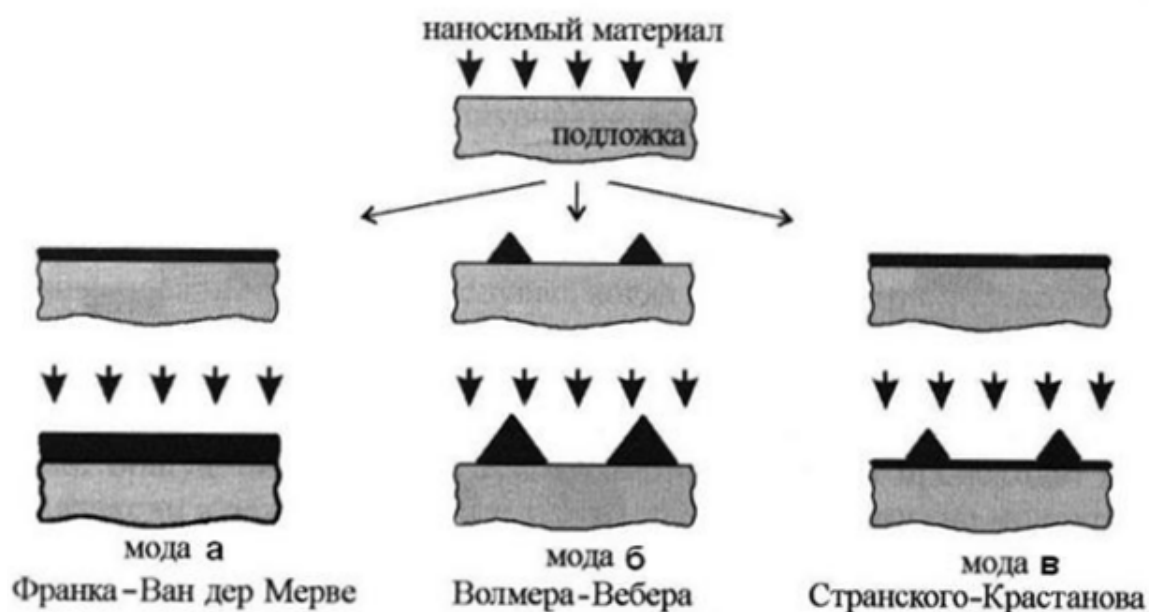


Рис. 1.1. Схематическое изображение трёх режимов роста для гетероэпитаксиальных систем [2].

На практике широчайшее применение нашли ростовые режимы, основанные на двух механизмах – Франка-ван-дер-Мерве и Странского-Крастанова. Это обусловлено тем, что благодаря им оказывается возможным встраивать в кристаллическую структуру одного полупроводника включения другого полупроводникового материала. За счёт чего достигается контролируемое изменение энергетической зонной диаграммы формируемой гетероэпитаксиальной системы. Таким образом реализуется зонная инженерия – важнейший инструмент полупроводниковой оптоэлектроники, с помощью которого создаётся практически всё многообразие современных приборных структур.

Механизм Франка-ван-дер-Мерве реализуется в случае идеального смачивания поверхности подложки осаждаемым на неё материалом, в результате чего имеет

место формирование двумерного эпитаксиального слоя с последующим ростом плоской бездефектной плёнки [14, 15]. Этот механизм реализуется в случае практически идеального совпадения решёток осаждаемого полупроводника и подложки [14]. Примером гетероэпитаксиальных структур, формируемых таким образом, являются сверхрешётки на основе гетеропары Al(Ga)As/GaAs. К этому же механизму также можно отнести процесс формирование напряжённых квантовых ям, толщиной в единицы нанометров, содержащих сравнительно малые концентрации изовалентных примесей в таких системах как Ga(In)As/GaAs и Si(Ge)/Si. Механизм Франка-ван-дер-Мерве широко используется при создании квантоворазмерных структур, характеризующихся двумерным ограничением электронного газа в рамках зонной теории полупроводников [1, 16].

В случае механизма Странского-Крастанова осаждаемый материал также смачивает подложку, и на начальном этапе роста происходит образование двумерного «смачивающего» слоя. Однако с увеличением его толщины начинается процесс образования трёхмерных островков. Это происходит за счёт накопления в растущей плёнке упругой энергии, обусловленной рассогласованием параметров кристаллических решёток осаждаемого материала и подложки, и компенсации её благодаря поверхностному натяжению на увеличенной поверхности островка [12, 17]. Соответствующий эффект может быть описан следующим соотношением:

$$E_{\text{островка}} = E_{\text{упр.}} + E_{\text{пов.}} \quad (1.1)$$

где $E_{\text{островка}}$ – полная энергия островка, $E_{\text{упр.}}$ – запасённая в островке энергия упругих деформаций кристаллической решётки, $E_{\text{пов.}}$ – энергия поверхности наноостровка.

На практике формирование бездефектных островков происходит в довольно узком интервале ростовых параметров, при выходе за которые энергетически более выгодной оказывается пластическая деформация с образованием дефектов: дислокаций несоответствия и дефектов двойникования [18].

Эффект образования островков по механизму Странского-Крастанова имеет важное прикладное значение, т.к. благодаря ему оказывается возможным создавать

структуры, характеризующиеся трёхмерной локализацией волновых функций носителей заряда, что в свою очередь обеспечивает генерацию такими полупроводниковыми средами излучения с узкими спектральными характеристиками [1, 2].

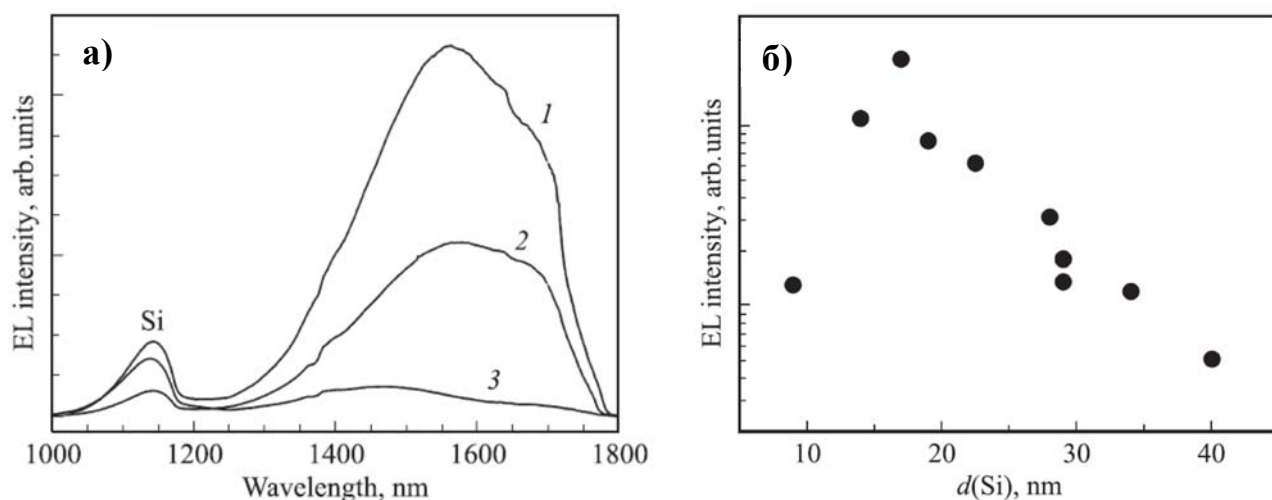


Рис. 1.2. (а) Спектры электролюминесценции структур с островками Ge(Si) и с толщиной кремниевого разделительного слоя d_{Si} , нм = 16 (1), 13 (2), 28 (3). (б) Зависимость величины максимума интенсивности сигнала электролюминесценции островков Ge(Si) от толщины кремниевого разделительного слоя. Рисунок адаптирован из работы [20].

Для увеличения объёмной доли оптически активной среды в полупроводниковом кристалле и повышения за счёт этого эффективности генерации излучения формируют многослойные массивы квантовых точек [4, 19, 20]. Наиболее высокую плотность последних можно достичь, используя эффект вертикального упорядочения, поскольку благодаря ему обеспечивается минимально возможное расстояние между слоями. При этом на единицу толщины полупроводника приходится максимальная плотность оптически активных включений [19]. С другой стороны, как было показано в работе [20], толщина разделительного слоя между

слоями квантовых точек немонотонно влияет на интенсивность электролюминесценции от них (рис. 1.2).

Таким образом для создания эффективных приборных структур на основе квантовых точек необходимо детальное моделирование принципов их формирования, поскольку для успешной реализации подобных объектов требуется соблюсти баланс ряда конкурирующих между собой ростовых параметров. К последним относятся: расстояние между слоями островков, количество осаждаемого германия в каждом из слоёв, температура и скорость роста [20, 21]. В диссертационной работе предложен и апробирован метод, позволяющий подробно изучить механизм формирования вертикально упорядоченных массивов наноструктур и выявить необходимые для практического применения закономерности.

1.2. Формирование смачивающего слоя и переход от двумерному к трёхмерному росту

Как указывалось выше, формированию трёхмерных наноструктур и квантовых точек предшествует образование тонкого смачивающего слоя [12]. Происходящие в нём процессы определяют характеристики перехода от двумерного к трёхмерному росту.

Из диссертаций Шалеева М.В. [22] и Юрасова Д.В. [23], а также работ [24, 25] известно, что на атомарно-чистой поверхности полупроводников возникает реконструкция атомов, т.е. их перераспределение в конфигурацию отличную от объёмной кристаллической решётки. Этот эффект достигается за счёт замыкания между собой части оборванных поверхностных связей. При этом на каждый атом кремния на поверхности приходится уже по одной (а не по две) оборванные связи, что обеспечивает уменьшение суммарной энергии системы. Так для Si(001) имеет место реконструкция (2×1) , означающая, что в одном из кристаллографических направлений размер элементарной ячейки в 2 раза больше, а в другом – равен размеру ячейки в объеме образца. [24, 26] (рис. 1.3). Замыкание оборванных связей ведет к

образованию на поверхности пар атомов, близко расположенных друг к другу, так называемых димеров [25].

Из-за рассогласования параметров кристаллических решёток Ge (5.66 Å) и Si (5.43 Å) [24], при осаждении на поверхность Si(001) пленка Ge испытывает упругие напряжения сжатия. Их релаксация в растущей пленке Ge начинается уже при субмонослойных толщинах за счет изменения реконструкции поверхности. Упругие напряжения в осажденной пленке Ge приводят к тому, что в цепочках димеров образуются дивакансии (отсутствие в цепочке одного димера), за счет образования которых происходит частичная релаксация напряжений сжатия граничащих с ней Ge атомов (рис. 1.3 б) [26, 27]. Упругое взаимодействие дивакансий между собой приводит к их упорядочению в ряды. При этом реконструкция поверхности (2×1) меняется на реконструкцию ($2 \times n$), где n — целое число, означающее, что в цепочках димеров отсутствует каждый n -ый димер.

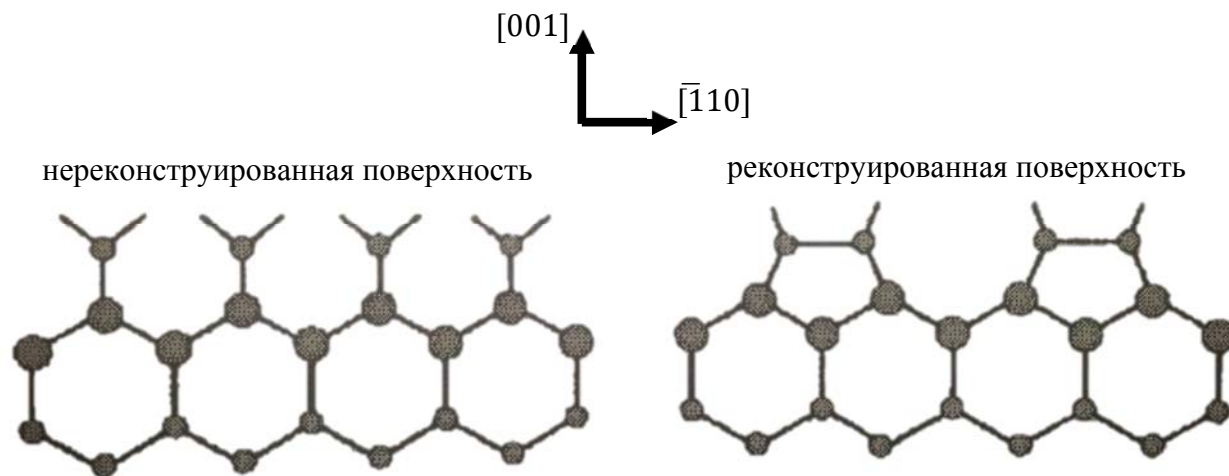


Рис. 1.3. Атомная конфигурация поверхности Si(001) без реконструкции (слева) и при реконструкции (справа). Кристаллографические направления [001] и [$\bar{1}10$] указаны стрелками [25].

При дальнейшем увеличении толщины пленки Ge происходит появление другой реконструкции поверхности — ($m \times n$). В ней уже отсутствуют цепочки

димеров в двух взаимно перпендикулярных направлениях [28]. Появление реконструкций $(2 \times n)$ и $(m \times n)$ позволяет лишь частично уменьшить упругие напряжения в поверхностном слое. При увеличении количества осажденного Ge релаксация упругих напряжений происходит за счет развития шероховатости поверхности [23, 29]. В дальнейшем релаксация упругих напряжений, накопленных в $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ плёнке, проходит через образование трехмерных когерентных (бездефектных) самоформирующихся островков [23].

Островки начинают формироваться при определенной толщине напряженной пленки, называемой критической толщиной двумерного роста или критической толщиной перехода по Странскому-Крастанову (h_c). Эта толщина зависит от величины упругих напряжений в системе и условий роста [30, 31, 32]. Для пленки Ge, осаждаемой на поверхность Si(001) методом молекулярно-пучковой эпитаксии при температурах роста $T_p > 500^\circ\text{C}$, критическая толщина двумерного роста лежит в диапазоне $h_c = 3\text{-}5 \text{ МС}$ [33, 34].

При осаждении Ge сверх критической толщины двумерного роста вначале происходит формирование так называемых пре-пирамидальных островков (“prepyramids”) [35, 36, 37], схематично представленных на рисунке 1.4, а. Такие островки характеризуются «синусоидальной» формой, малым отношением высоты к латеральному размеру и не имеют кристаллографической огранки.

Увеличение количества осажденного Ge приводит сначала к увеличению объема таких пре-пирамид и росту отношения их высоты к латеральному размеру, а затем – к их трансформации в пирамидальные островки с плоской вершиной («T-pyramids» – усечённые пирамиды (рис. 1.4, б)) [37]. T-pyramids в процессе роста приобретают форму пирамиды с квадратным основанием («pyramids») (рис. 1.4, в). Пирамидальные островки (T-pyramids и pyramids) имеют в качестве боковых граней кристаллографические плоскости типа $\{105\}$ [38].

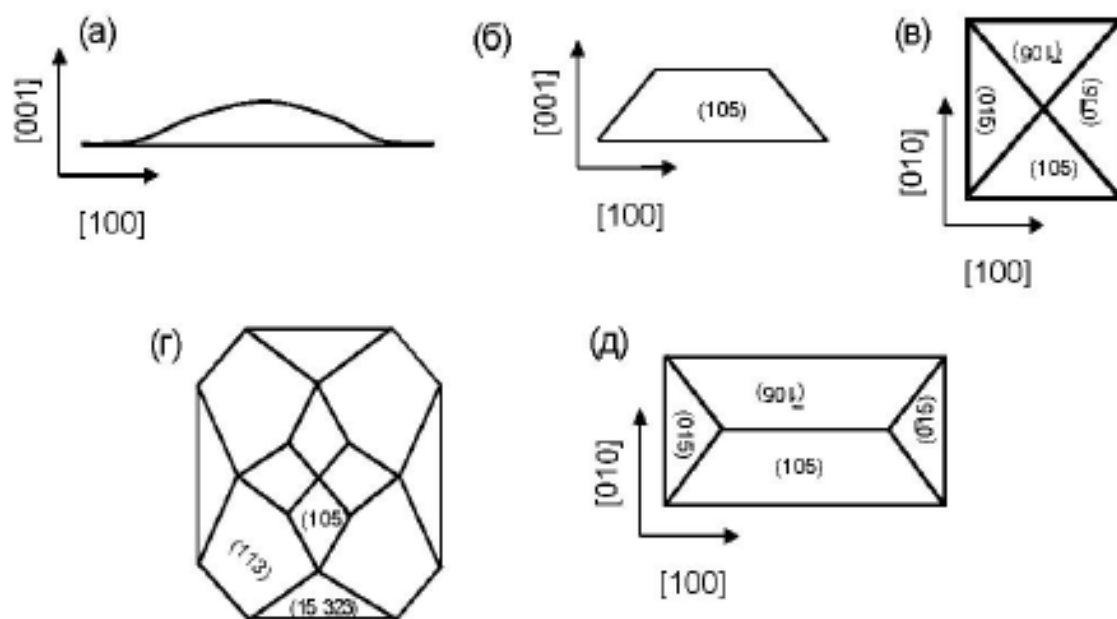


Рис. 1.4. Схематическое изображение Ge(Si)/Si(001) самоформирующихся островков различных типов: (а) – пре-пирамида (pre-pyramid), (б) – усечённая пирамида (T-pyramid), (в) – пирамида (pyramid), (г) - купол (dome), (д) – hut-островок. Стрелками обозначены кристаллографические направления. В скобках указаны ориентации боковых граней островков. Рисунок адаптирован из диссертации Юрасова Д.В [23].

При дальнейшем увеличении количества осаждаемого материала пирамидальные островки сначала растут, сохраняя свою форму. Затем, достигнув некоторого критического объема, они трансформируются в куполообразные островки («domes»), характеризующиеся большим отношением высоты к латеральному размеру и сложной огранкой (рис. 1.4, г) [37]. Эта трансформация выгодна с энергетической точки зрения, поскольку в dome-островках отношение высоты к латеральному размеру больше, чем в pyramid-островках, поэтому и релаксация упругих напряжений в них происходит эффективнее [39, 40].

Описанная выше эволюция Ge(Si) самоформирующихся наноостровков характерна для структур, выращенных при достаточно высоких ($\geq 600^\circ\text{C}$) температурах роста. При температурах роста ниже 600°C , наблюдается формирование пирамидальных островков малых размеров с прямоугольным основанием и боковыми гранями $\{105\}$, называемые также «hut»-островками («hut» – хижина) (рис. 1.4, д) [23, 41].

1.3 Рост многослойных структур с самоформирующимися островками и квантовыми точками

Особенностью многослойных структур с наноостровками является наличие эффекта вертикального упорядочения этих трёхмерных квантоворазмерных объектов. Вертикальное упорядочение наблюдается в структурах, отличающихся тонкими спейсерными слоями, в которых нижележащие слои островков оказывают влияние на рост островков в последующих слоях (рис. 1.5) [42, 43, 44, 45].

В настоящее время массивы таких упорядоченных в пространстве островков считаются наиболее перспективными объектами для создания на их основе оптоэлектронных приборов нового поколения, работа которых основана на законах и принципах квантовой механики [46, 47, 48, 49]. Так, например, инжекционные гетеролазеры с активной областью на основе квантовых точек (In,Ga)As/GaAs продемонстрировали сверхнизкую пороговую плотность тока, рекордную дифференциальную эффективность и выходную мощность, высокую температурную стабильность рабочих характеристик и повышенное время жизни. [19, 50, 51]. Вертикально упорядоченные квантовые точки с электронной туннельной связью между собой представляются перспективными для использования в фотоэлектрических преобразователях, поскольку позволяют обеспечить высокое поглощение за счет формирования энергетических мини-зон. Наличие последних обеспечивает эффективное туннелирование и разделение фотогенерированных

носителей в массиве. Кроме того, такие гетероструктуры обеспечивают возможность конструирования объектов со сложной энергетической зонной диаграммой [19].

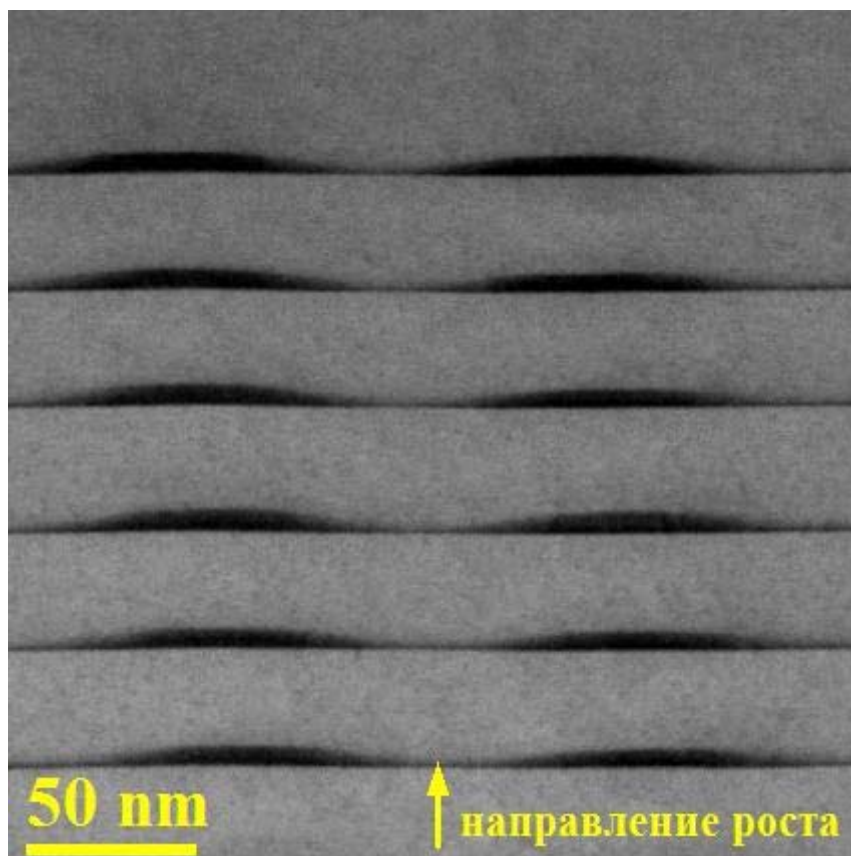


Рис. 1.5. ПЭМ-снимок многослойной структуры, состоящей из 6 слоев (7 МС Ge/ 30 нм Si), выращенных при $T_p=600^\circ\text{C}$ на подложке Si(001).

Вследствие трехмерной локализации в квантовых точках транспорт неравновесных носителей сильно подавлен. Это позволяет резко уменьшить безызлучательную рекомбинацию на открытых поверхностях даже при комнатной температуре. Таким образом, КТ и их массивы могут использоваться в качестве оптически активной области нанопотонных приборов, топология которых формируется с использованием травления через активную область. Дельтообразная плотность состояний в КТ позволяет реализовать в полупроводниковых устройствах эффекты квантовой электродинамики, характерные для атомной физики, сохраняя

при этом возможность токовой инжекции и простой интеграции с другими оптоэлектронными приборами [50].

Кроме того, как в случае квантовых точек InAs/GaAs, так и для Ge(Si)-системы образование массивов наноструктур обеспечивает повышенную эффективность создаваемых на их основе оптоэлектронных устройств. Так использование многослойных структур в фотодетекторах повышает их чувствительность за счёт увеличения толщины оптически активной области [52,53]. В светодиодах это же обуславливает повышенную по сравнению с однослойными структурами внешнюю квантовую эффективность [20, 54, 55]. При этом квантовые точки и наноструктуры, сформировавшие вертикально упорядоченные массивы, отличаются малым разбросом по размерам, что позволяет добиться узких спектральных характеристик созданных на их основе оптоэлектронных приборов. А за счёт близкого расположения слоёв такие структуры имеют максимально достижимую плотность оптически активной области [56].

Причины возникновения вертикального упорядочения в массивах наноструктур теоретически рассматривались в целом ряде работ [57-60], где этот эффект объяснялся влиянием неоднородных полей упругих деформаций от нижележащих островков на формирование островков в последующих слоях. Согласно этим работам поля упругих деформаций, созданные захороненным островком, проникают через разделительный слой между гетерослоями, создавая области локального растяжения на ростовой поверхности кремниевого слоя над островками. Этот эффект проиллюстрирован для системы InGaAs/GaAs на рисунке 1.6. В работе [61] предполагалось, что механизм возникновения вертикального упорядочения островков аналогичен и для системы Ge/Si (рис. 1.7). В результате на ростовой поверхности создается неоднородное распределение полей упругих деформаций, и адатомам In (в системе InAs/GaAs) или Ge (в системе Ge/Si) становится энергетически выгодно диффундировать из областей локального сжатия в области локального растяжения (рис. 1.6). Таким образом, возникают места

предпочтительного зарождения островков в областях, расположенных над заращенными наноостровками (рис. 1.7) [44, 61].

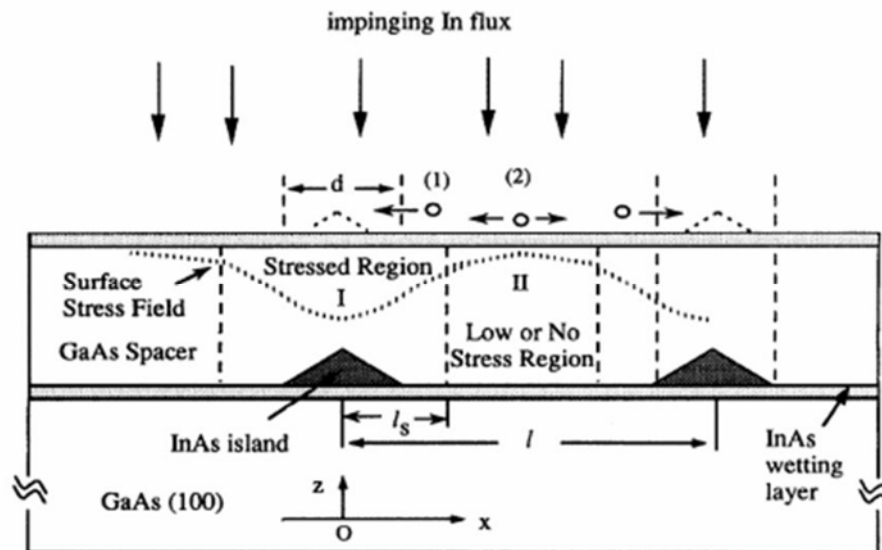


Рис. 1.6. Схематическое представление влияния полей упругих напряжений от островков нижележащего слоя на образование островков в последующем слое. Цифрой (1) показан процесс диффузии атомов In по поверхности под действием неоднородных полей упругих напряжений, цифрой (2) показан процесс диффузии по поверхности в той области, где нет влияния нижележащих островков. Рисунок взят из работы [61].

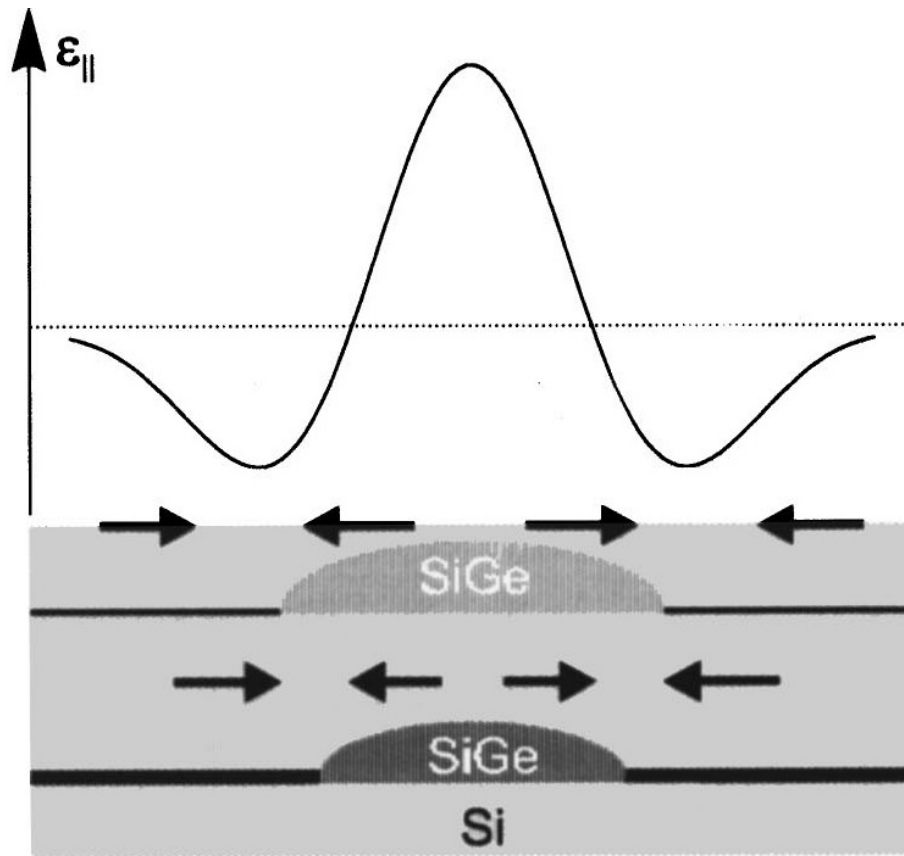


Рис. 1.7. Схематическая иллюстрация модуляции распределения деформаций в массиве Ge(Si)-наноостровков, приводящей к возникновению эффекта вертикального упорядочения. Рисунок адаптирован из работы [44].

Описанная выше концепция вертикального упорядочения наноостровков была подробно изучена при помощи методов математического моделирования [50, 58, 62, 63, 64]. Было показано, что эти трёхмерные нанообъекты создают вокруг себя существенно неоднородные поля упругих деформаций кристаллической решётки, что наглядно проиллюстрировано на рисунках 1.8 и 1.9.

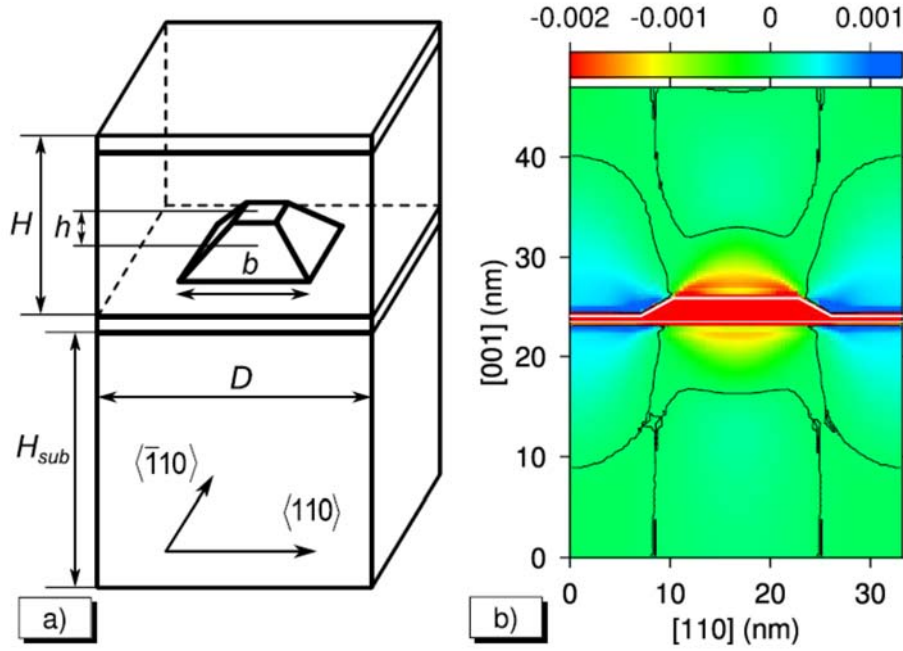


Рис. 1.8. (а) Схематическое изображение наноструктуры и его характерные размеры: H_{sub} – толщина подложки, H – толщина спейсера, D – латеральный размер, b – основание КТ, h – высота квантовой точки. (б) Рассчитанный профиль напряжений в InAs КТ с размерами $b=18.5$ нм, $h=2.5$ нм. Синий цвет соответствует напряжениям растяжения, красный – напряжениям сжатия. Чёрный контур соответствует нулевым напряжениям [62].

Распределение деформаций над пирамидальным наноструктуром малого размера (20-40 нм в основании) может быть описано с использованием теории упругости. При этом островок рассматривается в качестве диполя, создающего поля механических напряжений в покрывающем его слое материала матрицы [62, 63]. Деформации в каждой конкретной точке, характеризующейся высотой H от островка и расстоянием $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ в плоскости подложки, рассчитываются по нижеприведенной формуле [62]:

$$\varepsilon = CV(r^2 + H^2)^{(-\frac{3}{2})} \left(1 - \frac{3H^2}{r^2 + H^2} \right) \quad (1.2)$$

где V – объём квантовой точки (или островка), C – модуль упругости.

Справедливость этой модели была подтверждена как ростовыми экспериментами [56], так и с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии [65]. Так на рис. 1.9, адаптированном из работы [65], показаны распределения деформаций в квантовой точке InGaAs в ростовом (рис. 1.9, а) и латеральном (рис. 1.9, б) направлениях, полученные методом геометрической фазы. Там же произведено сопоставление этих измерений с результатами математического моделирования (рис. 1.9, в, г). Налицо хорошее согласие эксперимента и теоретической модели.

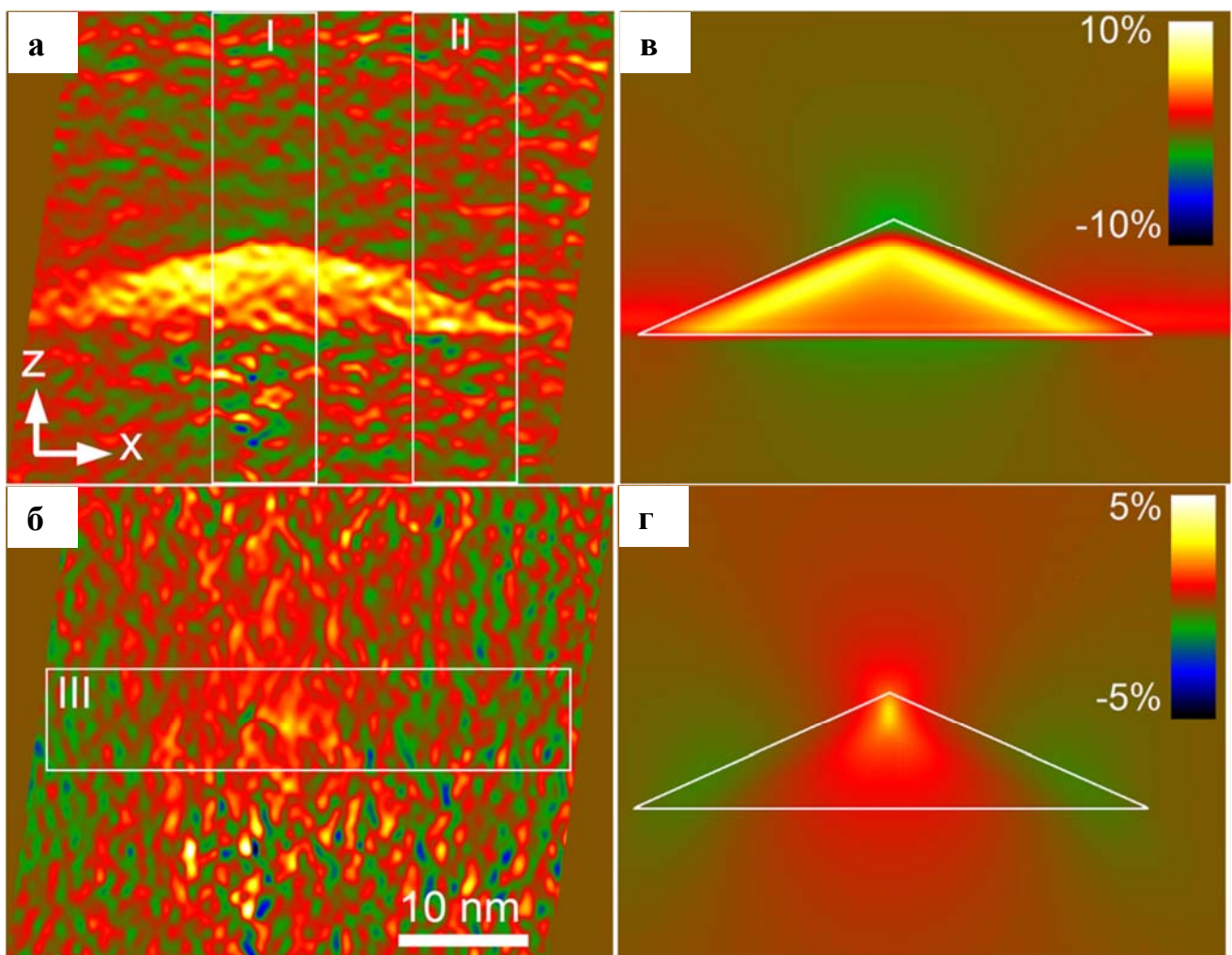


Рис. 1.9. Карты распределения деформаций в пирамидальной InGaAs квантовой точке в ростовом (а, в) и латеральном направлениях (б, г), полученные с использованием метода геометрической фазы и

математического моделирования соответственно. Рисунок адаптирован из работы [65].

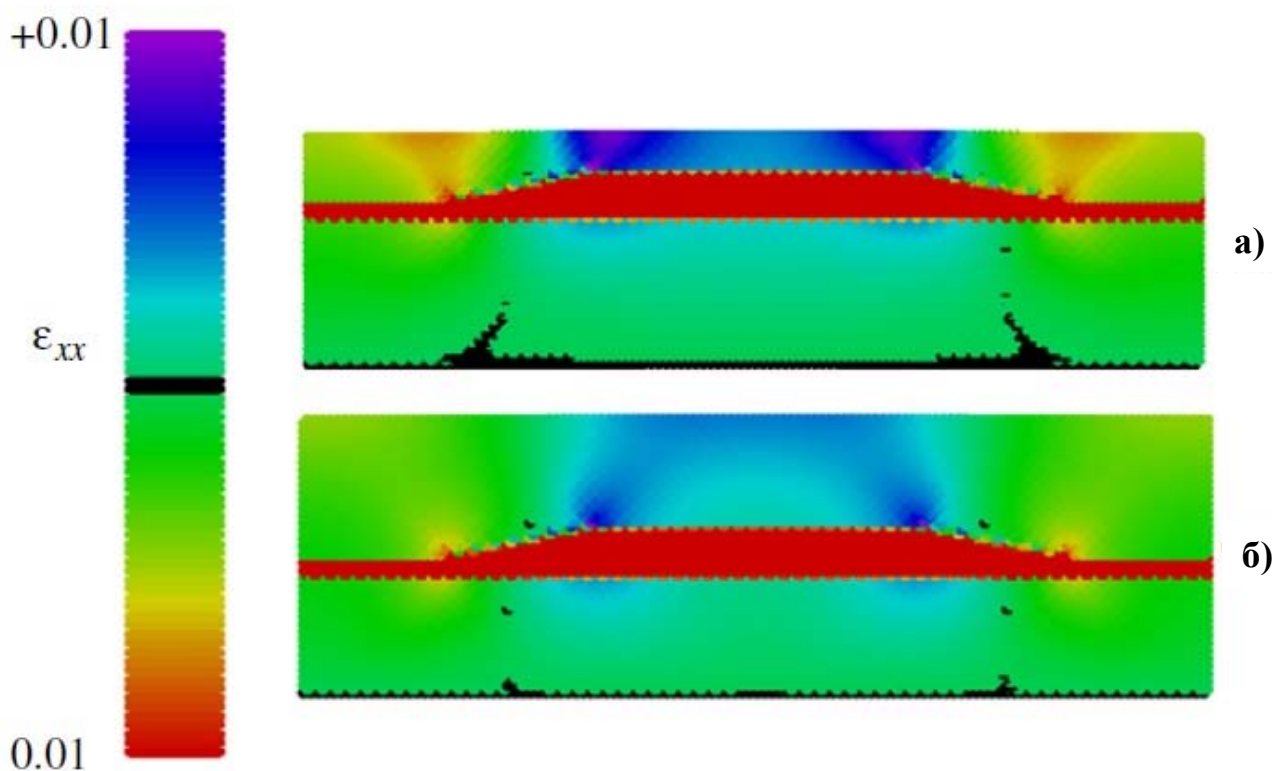


Рис. 1.10. Распределение деформаций в латеральном направлении вокруг Ge(Si)-наноостровка с формой усечённой пирамиды (а) для островка высотой 2,5 нм, (б) для островка высотой 5,4 нм [66].

При этом распределение деформаций над островками с формой усечённой пирамиды, отличающихся большим размером (от 50 нм в основании и более), носит существенно более сложный, анизотропный характер (рис. 1.10) [66, 67]. Так на рис. 1.11 продемонстрировано влияние полей напряжений, создаваемых крупным зарощенным Ge-наноостровком, на формирование островка в вышележащем слое (рис. 1.11, б). Последний имеет сложную форму, повторяющую контуры распределения химического потенциала на ростовой поверхности кремниевого слоя над зарощенным островком. Эти расчёты были произведены в работе [67] с использованием методов математического моделирования (рис. 1.11а).

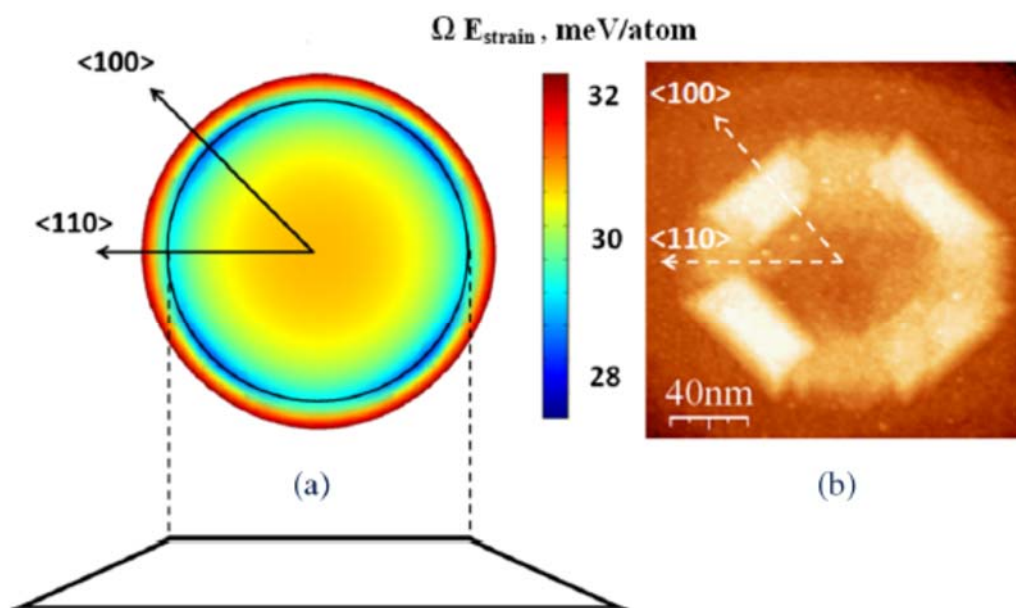


Рис. 1.11. (а) Результат моделирования поверхностного распределения химического потенциала, зависящего от упругих деформаций, на вершине выращенного Ge(Si)-наноструктуры. (б) Изображение, полученное при помощи сканирующего туннельного микроскопа, Ge(Si)-наноструктура, выращенного при 600°C с осаждением 3,5 МС германия [67].

На момент написания настоящей диссертационной работы для Ge(Si) наноструктур с формой усеченной пирамиды распределение деформаций и напряжений прямыми методами измерения изучены не были.

1.4. Выводы

Настоящий обзор литературы продемонстрировал необходимость подробного описания механизма вертикального упорядочения для массивов Ge(Si)-наноструктур с формой усеченной пирамиды. Установлено, что для решения этой задачи необходимо прямыми методами измерить деформации в кремнии, создаваемые захороненным островком.

Глава 2. Методы изучения деформаций и состава в гетеронаноструктурах с самоформирующимися наноструктурами

Необходимость в изучении распределений состава, деформаций и напряжений на нанометровом масштабе в Ge(Si)-гетероструктурах как с отдельными слоями выращенных наноструктур, так и с их упорядоченными массивами возникла задолго до начала работы над настоящим диссертационным исследованием. Ранее решение этой задачи было невозможно вследствие отсутствия метода, обеспечивающего проведение количественного картирования деформаций на нанометровом масштабе. Тем же можно объяснить отсутствие работ посвященных расчётам упругих напряжений в гетероструктурах на основе прямых данных о распределении в них состава и деформаций.

Несмотря на отсутствие специальной методологической базы, широко предпринимались попытки по измерению деформаций в квантовых точках и наноструктурах различными методами [68, 69, 70, 71]. Соответствующая необходимость обуславливалась как потребностью в уточнении и совершенствовании методик роста [44, 72], так и влиянием деформаций на люминесцентные свойства квантоворазмерных гетеронаноструктур [20, 73, 74].

2.1 Рентгеновская дифракция

Описание методов, использовавшихся для измерения деформаций в гетероструктурах, следует начать с рентгеновской дифракции, как наиболее раннего из них [69, 70, 75, 76, 77].

При помощи рентгеновской дифракции могут быть грубо оценены состав и деформации в островке. В диссертации Новикова А.В. [75] было показано, что для этого необходимо произвести анализ двумерного сечения обратного пространства в окрестности рентгеновских дифракционных рефлексов (224) и (004) от Si подложки так, как это показано на рисунке 1.9 [69, 75]. Точки «2» и «3» обозначают вычисленные положения максимумов от ненапряженного и напряженного слоя Ge,

соответственно. Вертикальная линия, помеченная как « $\varepsilon=4.2\%$ », и наклонная линия « $\varepsilon=0\%$ » отвечают положению максимумов от напряженных и ненапряженных слоев $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ при различных значениях x . 35.3° – это величина угла между плоскостями (224) и (004). $a_\perp$ и $a_\parallel$ – параметры кристаллической решетки структуры перпендикулярно и параллельно плоскости роста, соответственно. Из рисунка 2.21 видно, что в экспериментальном спектре кроме мощного сигнала от Si подложки в области обратного пространства присутствует сигнал, который связывается с дифракцией от островков. Точки «1» отмечают максимум сигнала от островков.

Для оценки значений состава и упругих напряжений в островках использовалась модель упругонапряженного двумерного слоя. В рамках этой модели островки анализировались как двумерный слой, имеющий равные параметры решетки в плоскости роста (в направлениях [100] и [010]) и испытывающий в результате упругих напряжений тетрагональное искажение решетки [75].

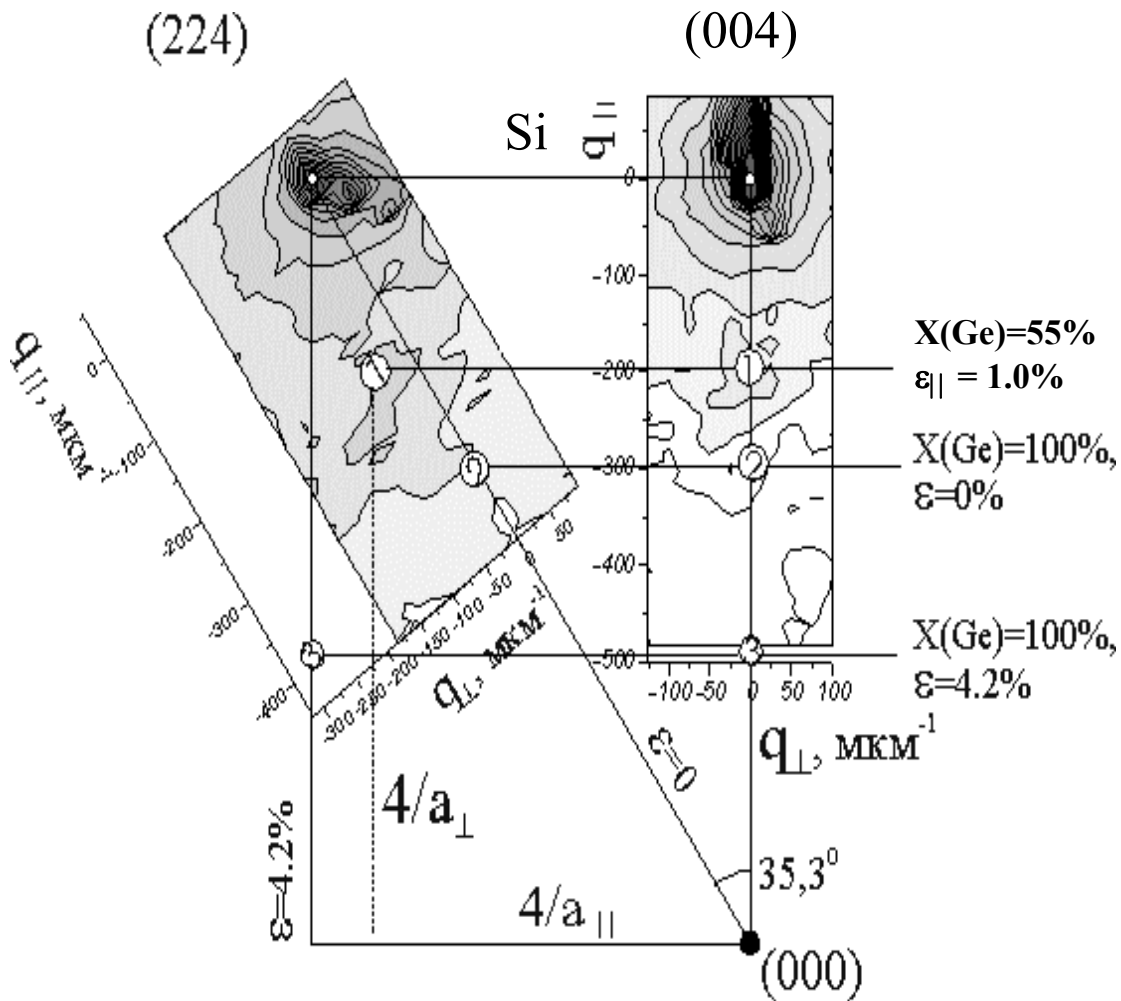


Рис. 2.1. Двумерное сечение обратного пространства для образца с Ge(Si)-наноостровками в окрестности (224) и (004) отражений от Si подложки (обозначения смотри в тексте). Рисунок взят из диссертации Новикова А.В. [75].

Из двумерных сечений обратного пространства можно определить параметры решетки островков в плоскости роста ($a_{||}$) и в направлении роста ($a_{\perp}$). Зная $a_{\perp}$ можно вычислить величину относительной деформации в направлении роста ($\epsilon_{\perp}$):

$$\epsilon_{\perp} = (a_{\perp} - a_{Si}) / a_{Si} \quad (2.2)$$

где a_{Si} – параметр решетки Si (5.43 Å). Выражение (2.2) можно представить в следующем виде:

$$\varepsilon_{\perp} = (a_{\perp} - a_{\text{Si}}) / a_{\text{Si}} = (a_{\perp} - a_{\text{GeSi}} + a_{\text{GeSi}} - a_{\text{Si}}) / a_{\text{Si}} = (a_{\text{GeSi}} - a_{\text{Si}}) / a_{\text{Si}} + (a_{\perp} - a_{\text{GeSi}}) / a_{\text{Si}} \quad (2.3)$$

где a_{GeSi} – параметр решетки островков в ненапряженном состоянии. Первое слагаемое в (2.3) – это относительное рассогласование параметров решеток островков с подложкой. Второе слагаемое приблизительно равно относительной деформации островков в направлении роста ($\varepsilon_{\perp}^{\text{упр}}$):

$$(a_{\perp} - a_{\text{GeSi}}) / a_{\text{Si}} \approx (a_{\perp} - a_{\text{GeSi}}) / a_{\text{GeSi}} = \varepsilon_{\perp}^{\text{упр}} \quad (2.4)$$

При тетрагональной деформации двумерного слоя GeSi на Si(001) относительные деформации в направлении роста и в плоскости роста ($\varepsilon_{||}^{\text{упр}}$) связаны между собой следующим соотношением:

$$\varepsilon_{\perp}^{\text{упр}} = -(2C_{12}/C_{11}) \varepsilon_{||}^{\text{упр}} = -(2C_{12}/C_{11}) (a_{||} - a_{\text{GeSi}}) / a_{\text{Si}} \quad (2.5)$$

где C_{ij} – компоненты тензора упругих модулей. Подставляя в формулу (2.3) выражение для $a_{\perp}^{\text{упр}}$ из (2.4), можно получить следующую формулу, связывающую искомую величину a_{GeSi} с экспериментально определяемыми параметрами $a_{||}$ и $a_{\perp}$:

$$a_{\text{GeSi}} = a_{\perp} (C_{11}/(C_{11} + 2C_{12})) + a_{||} (2C_{12}/(C_{11} + 2C_{12})) \quad (2.6)$$

Зная параметр решетки островков a_{GeSi} и используя линейную зависимость этого параметра от состава островков:

$$a_{\text{GeSi}} = a_{\text{Si}} + x \cdot (a_{\text{Ge}} - a_{\text{Si}}) / a_{\text{Si}} \quad (2.7)$$

Необходимо отметить, что этот метод не позволяет выявить особенности локального распределения деформаций и состава, как в отдельном островке, так и в целом по массиву. Вследствие фундаментальных ограничений он позволяет производить лишь оценки средних значений состава и деформаций для ансамбля островков [75].

2.2 Просвечивающая электронная микроскопия

2.2.1. Конструкция просвечивающего электронного микроскопа

На рис. 2.2 показан внешний вид просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100F, приведены названия его основных узлов. На рис. 2.3 проиллюстрировано внутреннее строение микроскопа.



Рис. 2.2. Внешний вид просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) (модель JEM-2100F).

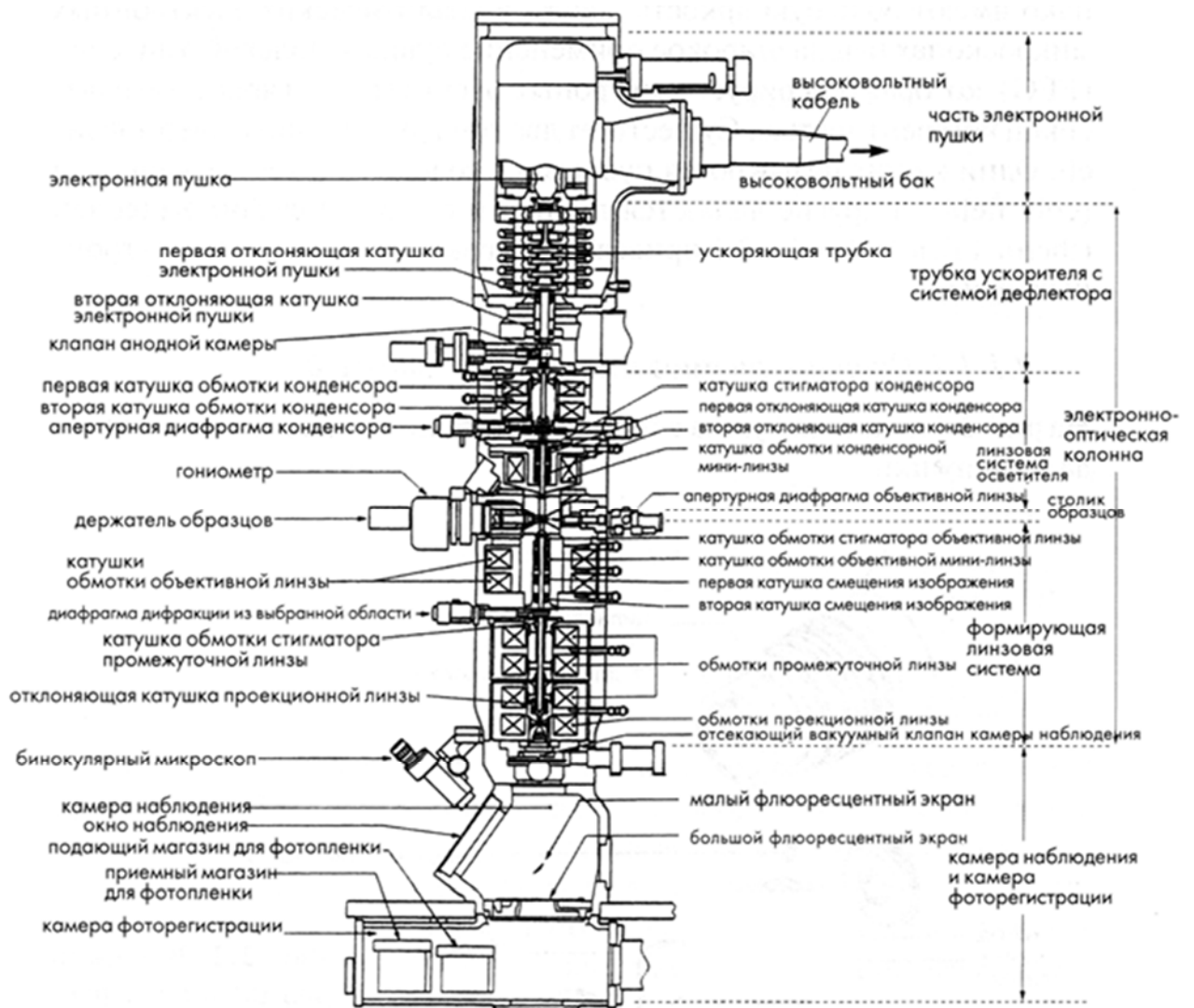


Рис. 2.3. Вид колонны просвечивающего электронного микроскопа (JEM-2100F) в разрезе [78].

В качестве источника электронов выступает электронная пушка. Она установлена в верхней части колонны просвечивающего электронного микроскопа. Внутри самой колонны путем откачки воздуха поддерживается высокий вакуум до 10^{-11} Торр. Испускаемые пушкой электроны ускоряются в трубке ускорителя, проходят через линзы осветителя, после чего попадают на образец. После прохождения электронов через структуру объекта исследований в объективной линзе формируется изображение. Затем система промежуточных и проекционных линз производят его увеличение.

Получившееся в итоге изображение, проецируется на флуоресцентный экран, где его можно наблюдать через окошко камеры наблюдения. При необходимости оно может быть записано на фотопленку в фоторегистрирующей камере или на ПЗС матрицу фотокамеры.

2.2.2. Линзовая система микроскопа и его режимы работы

Линзовая система осветителя и дефлекторы предназначены для юстировки (настройки) траектории электронов перед их падением на исследуемый образец. В современных микроскопах эти устройства могут выполнять как функцию коллимации электронного пучка, так и его фокусировки для достижения предельно малых размеров области взаимодействия электронов с объектом исследования.

На рис. 2.4 представлена принципиальная схема линзовой системы осветителя. В неё входят две конденсорные линзы, одна конденсорная мини-линза и передняя часть объективной линзы. Рис. 2.4 (а) иллюстрирует траектории электронов в режиме параллельного широкого пучка, который обеспечивает максимальную когерентность электронного облучения образца. В этом режиме происходит сильное возбуждение конденсорной мини-линзы, благодаря чему электроны фокусируются в передней фокальной плоскости объективной линзы, после которой и достигается параллельность хода электронов. Этот режим используется для получения классических картин электронной дифракции, а также снимков дифракционного контраста и высокого разрешения.

На рис. 2.4 (б) показаны условия работы осветителя при формировании сходящегося пучка малого диаметра. Конденсорная мини-линза в этом случае выключается, и электроны фокусируются на образце с помощью верхней части объективной линзы. При этом возникает угол схождения α_1 . Данный режим обеспечивает освещение лишь малой области образца (~ 1 нм), но с повышенной интенсивностью воздействия на неё электронов. Такой режим подходит для проведения локального элементного анализа методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, а также для получения сложных дифракционных картин в сходящемся пучке (CBED).

На рис. 2.4 (в) изображён режим нанодифракции (NBED), в котором используется малый угол схождения α_2 . При таких условиях образец освещается пучком одновременно и малого диаметра, и с относительно малым углом схождения ($\sim 1,5$ мрад). Данный эффект достигается путем слабого возбуждения конденсорной мини-линзы. Режим удобен для наблюдения классических картин дифракции от областей размером в несколько нанометров.

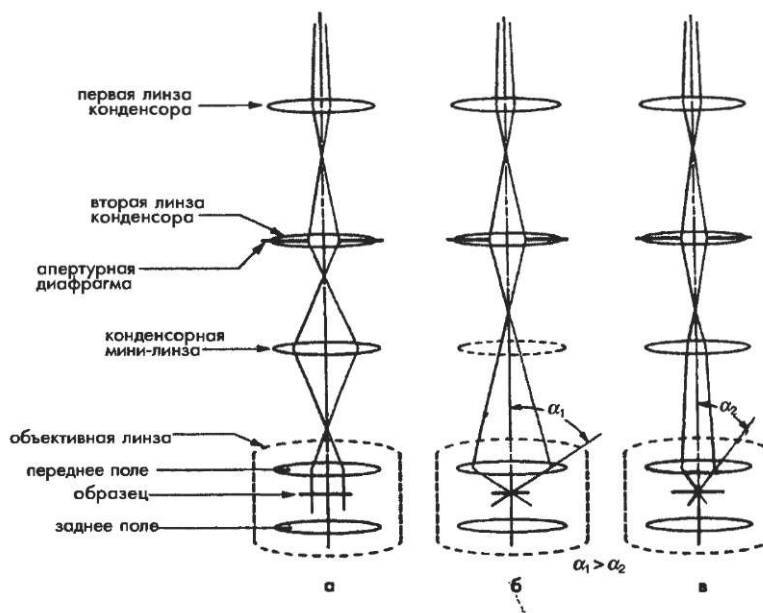


Рис. 2.4. Режимы работы линзовой осветительной системы: а) режим получения обычного ПЭМ-изображения; б) режим сходящегося электронного пучка (CBED); в) режим нанодифракции (NBED) [78]

Дефлектор используется для регулировки траектории электронов в осветительной системе линз. Им производится наклон и смещение электронного пучка. Дефлектор представляет собой пару отклоняющих катушек, принцип функционирования которых показан на рис. 2.5. Для наклона пучка на угол θ_2 по отношению к образцу электронный пучок сначала отклоняется на угол θ_1 в противоположном направлении с помощью отклоняющей катушки первого каскада (DEF1), а затем в обратную сторону с помощью отклоняющей катушки второго

каскада (DEF2). Существует геометрическая зависимость между θ_1 , и θ_2 , определяемая формулой:

$$\operatorname{tg} \theta_2 = \frac{l_1}{l_2} \operatorname{tg} \theta_1 \quad (2.8)$$

где l_1 – расстояние между катушками DEF1 и DEF2, а l_2 – расстояние между катушкой DEF2 и образцом.

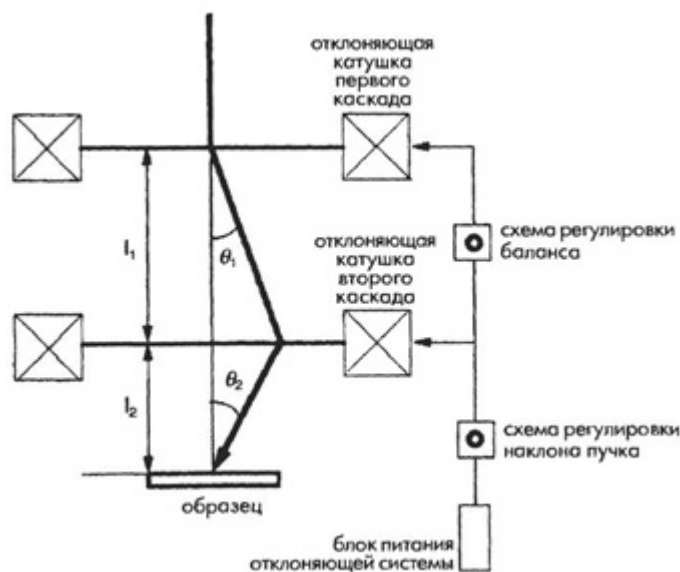


Рис. 2.5. Схема двойной отклоняющей системы для наклона пучка [78].

2.2.3. Принцип действия электронной линзы

Принцип действия системы линз просвечивающего электронного микроскопа следующий: магнитный поток, создаваемый катушкой линзы, проходя через магнитный сердечник, сжимается на конце полюсного наконечника. Полюсный наконечник выполнен из магнитомягкого железа, имеет форму с круговой симметрией относительно оптической оси. В его центре имеется отверстие диаметром b , между полюсами создаётся зазор величиной S , как показано на рис. 2.6 (а). Конструкция полюсного наконечника такова, что магнитный поток сжимается в магнитном зазоре.

На электроны, проходящие точно вдоль оптической оси, не действует сила Лоренца, обусловленная магнитным полем. Электрон, падающий на расстояние r от

оптической оси, подвергается воздействию силы Лоренца в направлении из-под плоскости рисунка вверх благодаря воздействию r – компоненты B_{1r} магнитного поля B_1 .

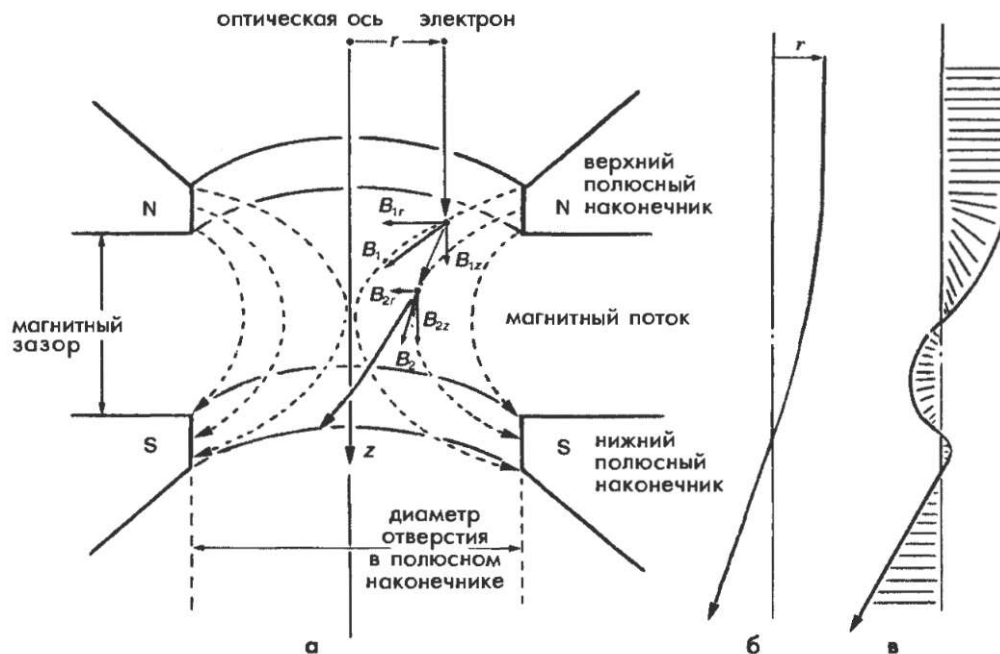


Рис. 2.6. Принцип работы электронной линзы: а) электроны, проходящие через полюсный наконечник; б) траектория фокусировки электронов, показывающая расстояние электронов от оптической оси; в) вращательная траектория движения электронов [83].

2.2.4. Режимы увеличения и дифракции просвечивающего электронного микроскопа

На рис. 2.7 (а) показан механизм формирования изображения в абсорбционно-дифракционном (амплитудном) контрасте. Для этого некоторые из продифрагировавших электронных пучков должны быть удалены апертурной диафрагмой из общей картины дифракции, что по своему принципу аналогично поглощению части падающих электронов в образце.

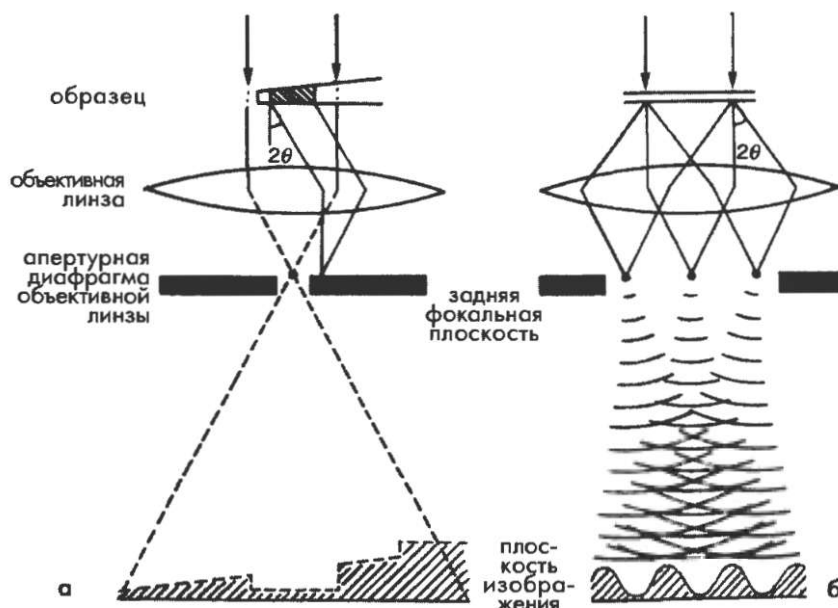


Рис. 2.7. Геометрия формирования амплитудного (а) и фазового (б) контраста [78].

Амплитудный контраст подразделяется в свою очередь на светлопольный (BF) и темнопольный (DF). Эти режимы реализуются в случае, когда через апертурную диафрагму проходит, соответственно, либо прямой, либо дифрагированный пучок (рис.2.8(а,б)). Однако в большинстве случаев оказывается более удобным не перемещать апертурную диафрагму, а производить наклон самого электронного пучка, как показано на рис. 2.8(в) – эта операция получила название центрального темнопольного изображения.

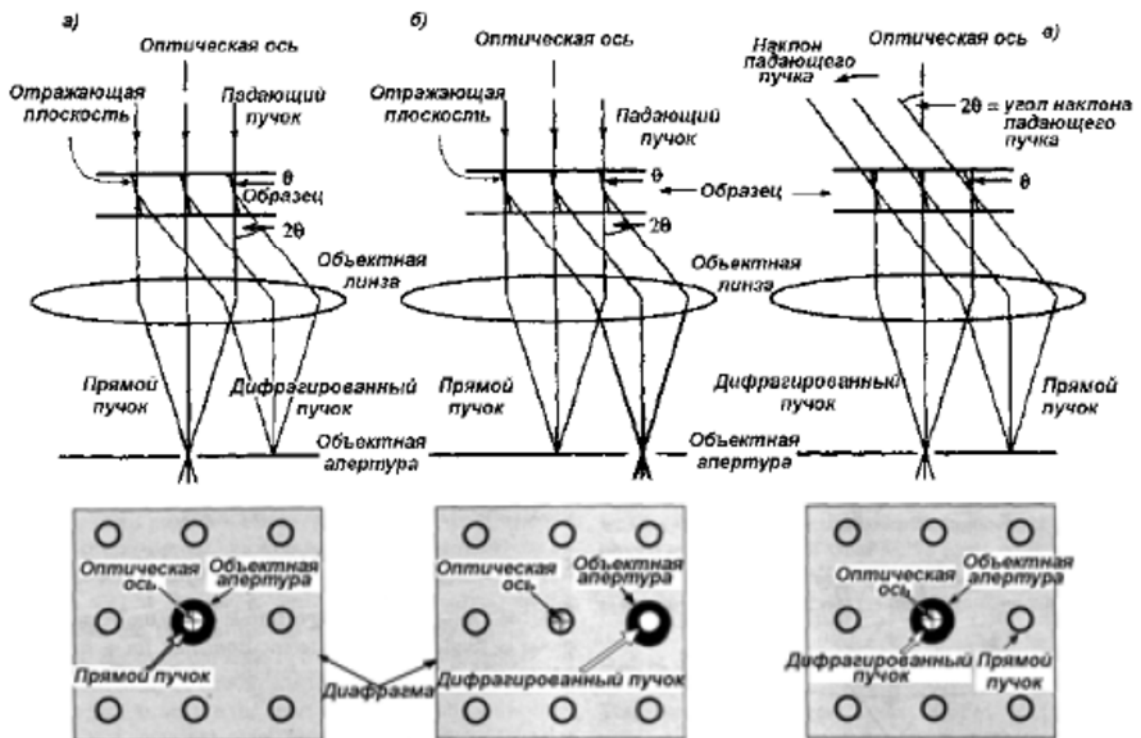


Рис. 2.8. Диаграммы, поясняющие (а) светлопольное, (б) темнопольное, (в) темнопольное центрированное изображения [78].

Фазовый контраст мы видим всякий раз, когда изображение формирует более чем один пучок электронов. Двумерное изображение с высоким разрешением кристаллической решётки является классическим примером фазового контраста, возникающего в результате сложения с учётом разницы фаз прошедшей без рассеяния и протифрагированной электронных волн. Таким образом, мы можем наблюдать прямое атомное разрешение кристаллической структуры исследуемого материала благодаря эффекту интерференции электронных пучков (рис. 2.7 (б)).

Механизм формирования и увеличения изображения в просвечивающем электронном микроскопе может быть описан так же, как и в геометрической оптике с оптическими линзами (рис. 2.10). При больших увеличениях (режим “Mag”) первоначальная обработка изображения производится объективной линзой. Далее оно увеличивается при прохождении через каскад линзовой системы, состоящей из объективной мини-линзы, трёх промежуточных линз и проекционной линзы; после чего изображение проецируется на

флуоресцентный экран или фотопленку. При предельно малых увеличениях (режим “Low-Mag”) изображение формируется объективной мини-линзой, а увеличение происходит за счёт одной промежуточной и проекционной линз (рис. 2.10 (а)).

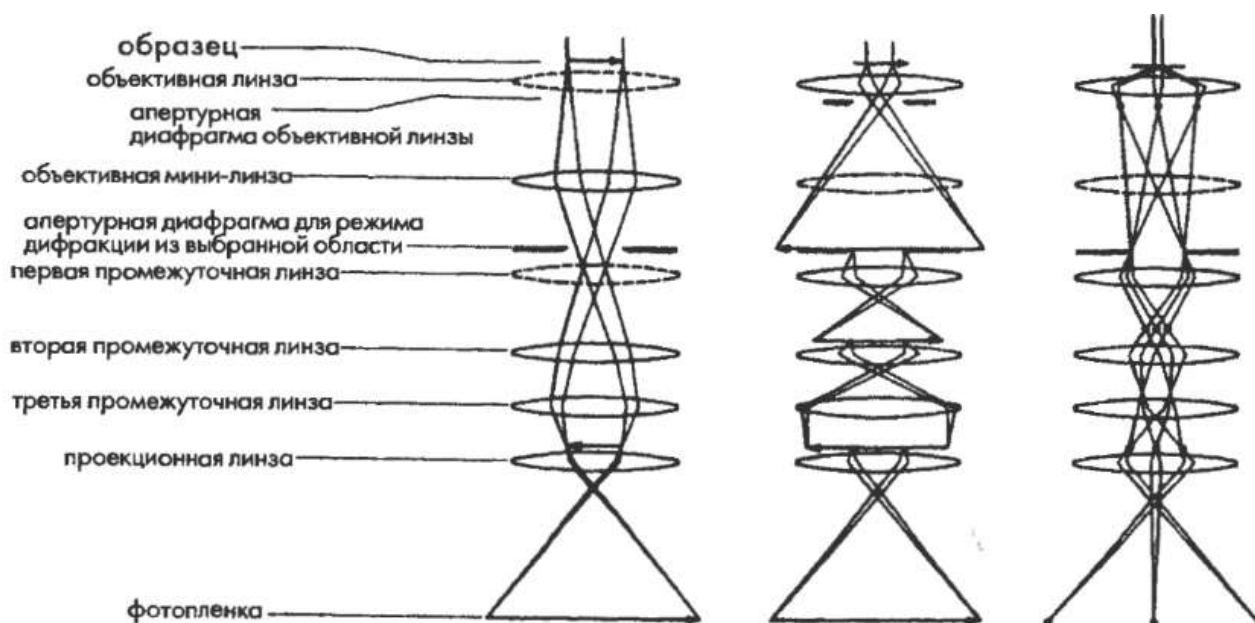


Рис. 2.10. Формирующая изображение линзовая система: а) режим низких увеличений (Low Mag); б) режим высоких увеличений (Mag); в) режим электронной дифракции [78].

На рис. 2.10 (в) показан режим, обеспечивающий получение картин электронной дифракции (электронограммы). Подобно картинам рентгеновской дифракции, электронная дифракция полезна для определения кристаллической ориентации, параметров решетки и т.д.

В режиме «Mag» фокус первой промежуточной линзы устанавливается в плоскости изображения объективной линзы. В отличие от этого режима, в режиме дифракции первая промежуточная линза фокусируется в задней фокальной плоскости объективной линзы, поэтому последующая система линз увеличивает уже картину электронной дифракции. На рис. 2.11 подробно показан принцип электронной дифракции и механизм увеличения её картины.

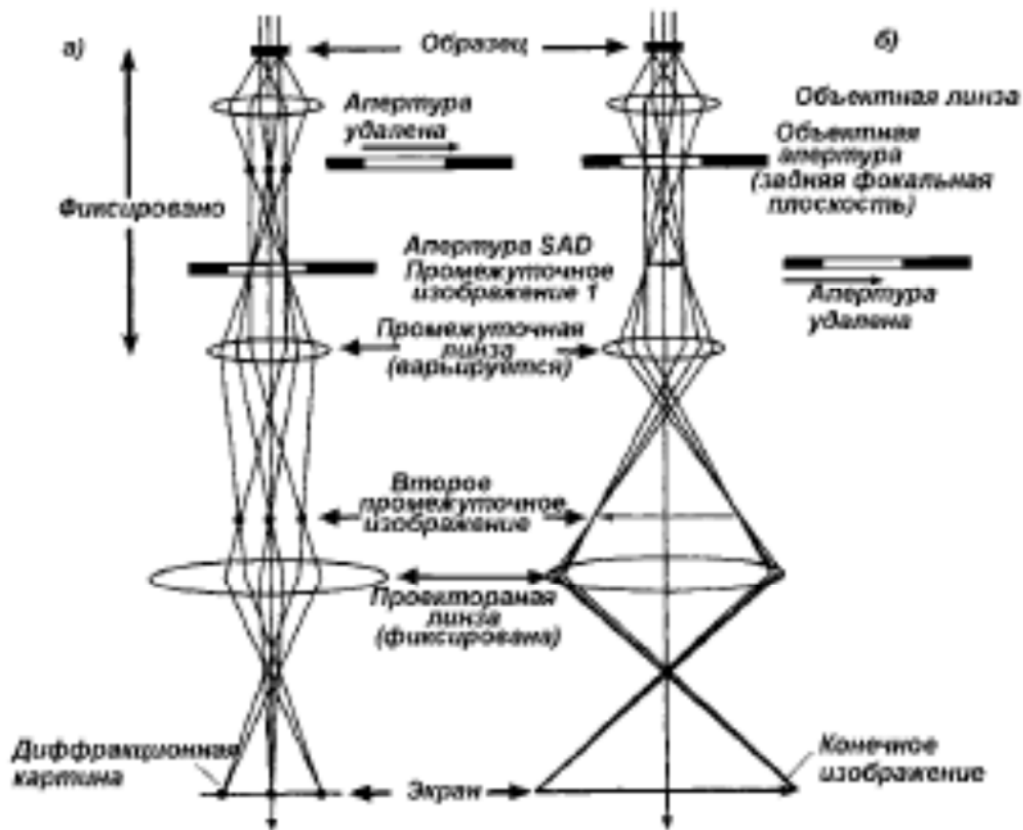


Рис. 2.11. Принципиальная схема формирования картины электронной дифракции (а) и увеличенного ПЭМ-изображения (б) [83].

Падающие электроны претерпевают дифракцию на кристаллической структуре образца. Угол дифракции 2θ определяется условием Брэгга по формуле:

$$2d\sin\theta = \lambda \quad (2.9)$$

где d — параметр кристаллической решетки образца; λ — длина волны электрона.

Рассеянные таким образом электроны образуют дифракционную картину в задней фокальной плоскости объективной линзы. Длина камеры L_0 соответствует фокальной длине f_0 объективной линзы. (Когда линза не используется длина камеры определяется как расстояние от образца до плоскости фотопленки.)

Поскольку в просвечивающем электронном микроскопе используется линза, то эта длина может называться эффективной длиной камеры. Линзовая система увеличивает картину дифракции и проецирует ее на флуоресцентный экран с увеличением $M(M=b/a)$. Поэтому окончательная длина камеры L становится равной

$$L = L_0 \cdot M \quad (2.10)$$

Постоянная решетки d , соответствующая расстоянию r на картине дифракции, может быть представлена следующим образом:

$$d = L \cdot \lambda / r \quad (2.11)$$

Для получения точной длины камеры, которая указана в паспортных характеристиках микроскопа JEM-2100F, во время работы следует учитывать следующие факторы:

- образец должен быть установлен точно в фокус объективной линзы (Z-положение);
- образец должен освещаться симметричным пучком электронов, строго параллельным оптической оси микроскопа;
- фокус объективной линзы необходимо установить в положение стандартной фокусировки;
- фокус первой промежуточной линзы должен быть установлен в задней фокальной плоскости объективной линзы.

Увеличение линзовой системы может флуктуировать от эталонного значения в пределах 5–10%. По этой причине окончательная длина камеры, отображаемая индикаторами прибора, также включает ошибку примерно 5–10%. Для достижения более высокой точности измерений длина камеры должна быть откалибрована по дифракционным рефлексам эталонного образца с известным значением параметра решетки. Для этой цели производится фиксация электронограммы от исследуемого образца при тех же самых условиях, что использовались для фотографирования эталона. В этом случае возможно достичь точности до трех знаков после запятой в определении параметров кристаллической решётки исследуемого материала.

2.2.5 Препарирование ПЭМ образцов

Важнейшим условием получения качественного изображения в просвечивающем электронном микроскопе является наличие специально

подготовленных образцов с толщинами в области исследования, составляющими порядка нескольких десятков нанометров, что обусловлено необходимостью обеспечить сквозное прохождение их через структуру пучка электронов. Кроме того, к ПЭМ-образцам предъявляются жёсткие требования в отношении структурной целостности вплоть до субатомного уровня, ибо дефекты, возникающие в процессе препарирования, могут кардинально исказить реальную структуру исследуемого материала.

Процесс препарирования образцов в целом носит нетривиальный характер, и в значительной степени зависит от свойств исследуемого материала. Однако существует ряд наиболее общих операций, подробно описанных в литературе. К ним относятся следующие действия: склеивание эпоксидной смолой «пакета» образцов, состоящего из исследуемой структуры и нескольких жертвенных кремниевых пластинок (рис. 2.12).

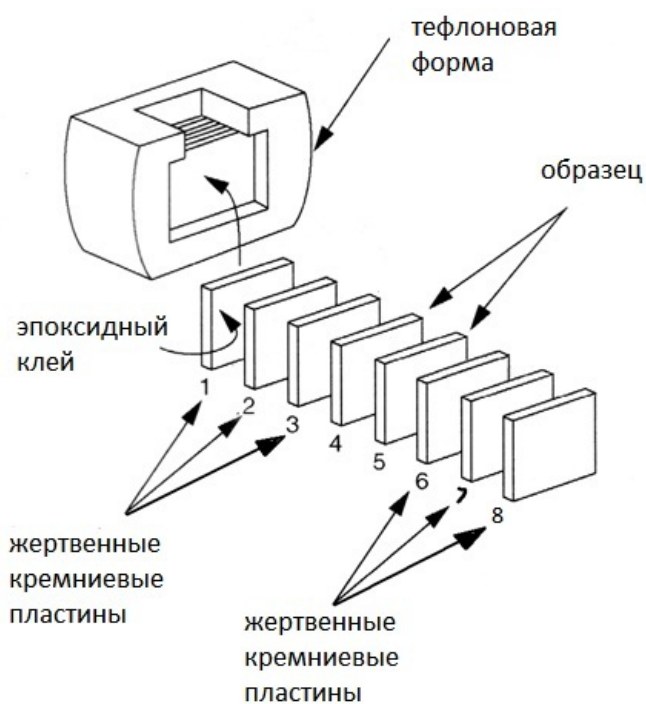


Рис 2.12. Подготовка «пакета» образцов [79].

Из полученного «пакета» ультразвуком высверливается цилиндр диаметром 2,3 мм, так чтобы интересующая нас область оказалась в его центре. Затем этот цилиндр вклеивается в металлическую трубочку (рис. 2.13). Полученная таким образом заготовка распиливается на тонкие диски толщиной $\sim 0,5$ мм.

После этого образец механически утоняется на шлифовальной бумаге до толщины в 80-100 мкм. При этом соблюдается технология последовательного снижения размера зерна шкурки, для обеспечения минимальных структурных нарушений в области исследования.

Дальнейшее механическое утонение образца осуществляется посредством димплера – шлифовальной машины, создающей в его структуре концентрическую лунку, глубиной от 40 до 60 мкм. Таким образом, толщина объекта исследований в центре ПЭМ-диска составляет всего ~ 20 мкм;

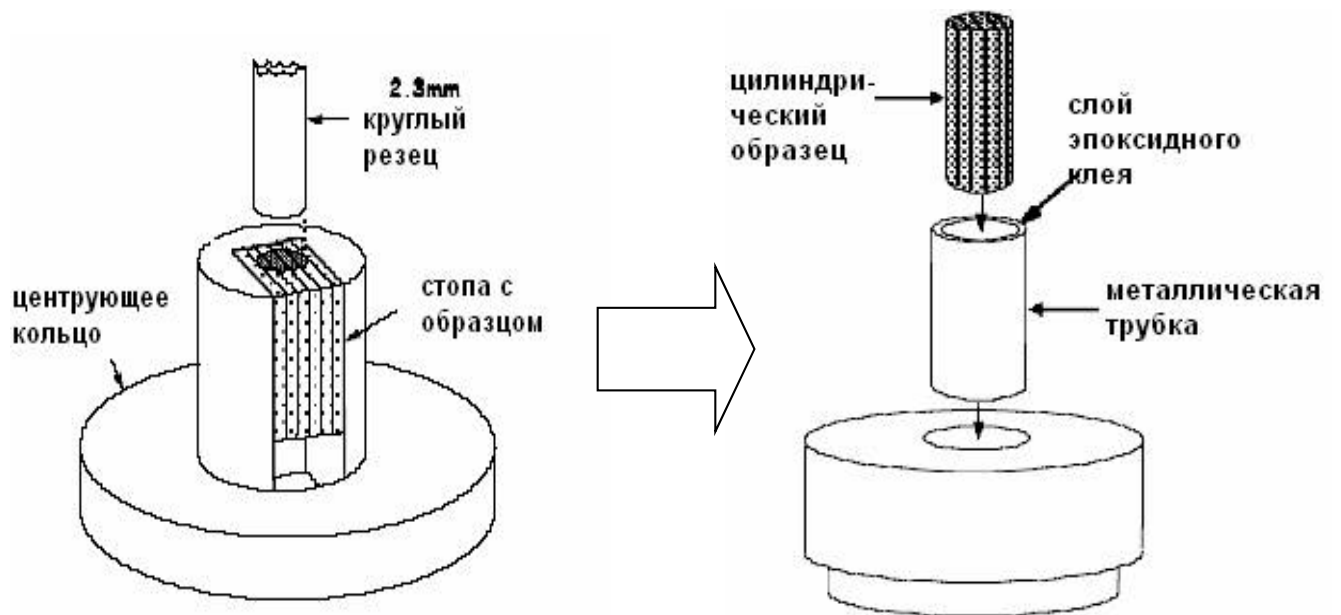


Рис. 2.13. Создание цилиндра из пакета образцов и вклеивание его в металлическую трубку.

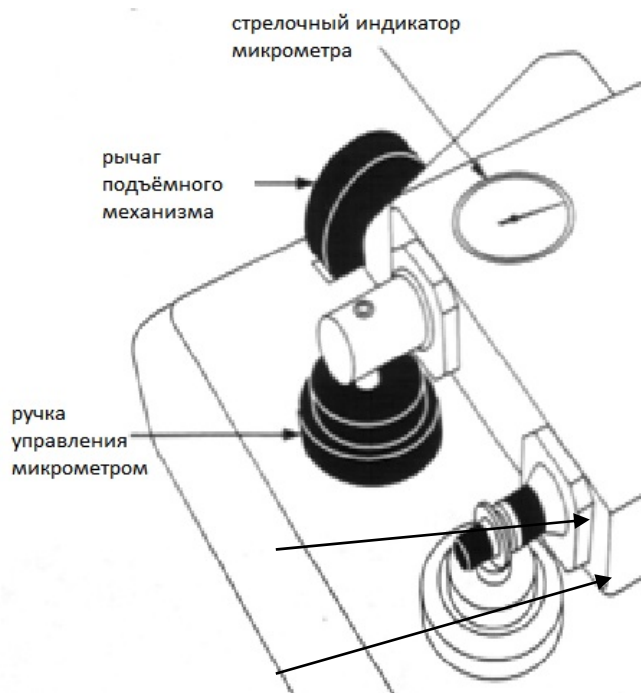


Рис. 2.14. Димплер [79].

Финальной стадией препарирования образца является ионное травление. Утонение происходит за счет бомбардировки образца ионами аргона. Условия травления задаются углом падения потока ионов на образец и ускоряющим напряжением. Эти величины варьируются в диапазоне от 3° до 10° и от 100эВ до 6кэВ соответственно.

Из фундаментальных соображений просвечивающая электронная микроскопия уже с момента своего создания имела потенциал для решения задачи по локальному измерению деформаций в гетеронаноструктурах с нанометровым разрешением. Однако микроскопы сверхвысокого разрешения, позволяющие различить на ПЭМ-снимках атомную решётку, получили широкое распространение лишь к концу 80-х годов. Не сразу оформились и методы, позволяющие воспользоваться преимуществами ВРПЭМ для измерения деформаций на нанометровом масштабе. Первой из них стала нанодифракция, представляющая собой специализированный режим микроскопа [81]. Она отличалась от классической схемы работы просвечивающего электронного микроскопа тем, что система конденсорных линз формировала сжатый до нанометровых размеров электронный пучок. Это позволило при помощи такого своеобразного электронного зонда осуществлять локальный фазовый анализ различных кристаллических нанообъектов. Изобретение нанодифракции в значительной степени повысило локальность проведения структурного и фазового анализа по сравнению с режимом микродифракции, пространственное разрешение которого составляло лишь сотни нанометров.

В 1997 году Мартином Хитчем был создан метод геометрической фазы, обеспечивающий количественное картирование деформаций кристаллической решётки по ПЭМ-снимкам высокого разрешения [80]. Этот метод идеально подходит для изучения деформационных искажений кристаллической решётки в гетеронаноструктурах. Однако и в нём изначально были два существенных недостатка, преодолению которых посвящена часть настоящей диссертационной работы.

2.3 Нанодифракция.

По своему принципу формирования дифракционной картины режим нанодифракции аналогичен классическому режиму дифракции просвечивающего электронного микроскопа. Его отличительной чертой, как упоминалось выше, является формирование узкого квазипараллельного пучка (угол схождения 1,5 мрад, диаметр сечения пучка от 0,5 до 2 нм), которым и производится локальный фазовый анализ. Последний реализуется благодаря специальной юстировке осветительной системы линз микроскопа. При этом позиционирование электронного зонда на образце производится благодаря диффлекторам и электро-механическим приводом гониометра [81, 82].

Измерение параметров кристаллической решётки в режиме нанодифракции осуществляется следующим образом. В начале производится полная юстировка просвечивающего электронного микроскопа с целью получения строго симметричного электронного зонда, в котором направление распространения электронов в максимальной степени близко к оптической оси микроскопа. После чего на ПЗС-матрицу фотокамеры фиксируются не меньше трёх дифракционных картин от эталонной кристаллической решётки. В рамках настоящей работы в качестве эталона выступала кремниевая кристаллическая решётка подложки исследуемых образцов. В зависимости от эксперимента её ориентация была $[010]$ и $[110]$.

После съёмки электронограмм от подложки быстро, насколько это возможно, электронный зонд переводился уже непосредственно на Ge(Si)-гетероструктуру. При этом ни один из параметров юстировок микроскопа не изменялся. На каждом из островков в вертикально связанном массиве в трёх различных точках фиксировались электронограммы при той же эффективной длине камеры, что и у электронограмм, полученных от подложки. Несколько измерений совершалось для того, чтобы получить статистическую выборку в рамках эксперимента. Операция повторялась многократно на различных группах вертикально связанных островков.

После эксперимента следовала цифровая обработка зафиксированных электронограмм. Вначале производилось уточнение эффективной длины камеры просвечивающего электронного микроскопа по дифракционным картинам от подложки. Одновременно с этим определялась погрешность измерений межплоскостных расстояний по многим измерениям на нескольких электронограммах от эталона. И лишь с учётом этих калибровок производились уже измерения межплоскостных расстояний непосредственно в Ge(Si)-наноструктурах.

Нанодифракция позволяет с высокой точностью измерять локальные деформации в гетероэпитаксиальных структурах. Однако она не обеспечивает их картирования, кроме того точность позиционирования этого метода крайне низка.

2.4. Метод геометрической фазы

Метод геометрической фазы представляется на сегодняшний день наиболее совершенным инструментом для измерения деформаций в гетероэпитаксиальных наноструктурах. Он во многом лишён недостатков описанных выше подходов и позволяет получать наглядные и информативные карты распределения деформаций по снимкам высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРПЭМ).

Принцип работы плагина GPA основан на анализе периодичности фазового контраста на ПЭМ-снимках высокого разрешения [80]. Возникновение соответствующего контраста обусловлено когерентным рассеянием электронов на потенциале кристаллической решётки [78, 83]. Таким образом, в нём заключена информация об искажениях в структуре исследуемого кристалла. Основой метода геометрической фазы является фильтрация Фурье-спектров пространственных частот, полученных от распределения интенсивности на снимке высокого разрешения. Это позволяет на соответствующих снимках вычленить периодичность, характерную для отдельной системы плоскостей кристалла. В результате становится возможным производить измерения отклонений межплоскостных расстояний

(упругих деформаций) на снимках высокого разрешения относительно периодичности кристаллической решётки, выбранной за эталонную [80].

Рассмотрим двумерную периодическую функцию (рис 2.15). Вследствие своей строгой периодичности она может быть представлена в виде дискретного двумерного Фурье–спектра:

$$I(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} \hat{H}_{\vec{g}} \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r})), \quad (2.4)$$

где $I(\vec{r})$ – значение функции в точке $\vec{r}$, $\vec{g}$ – пространственные частоты, $\hat{H}_{\vec{g}} = A_{\vec{g}} \exp(iP_{\vec{g}})$ – комплексная амплитуда, определяющая величину и сдвиг относительно начала координат периодической компоненты соответствующей пространственной частоте $\vec{g}$.

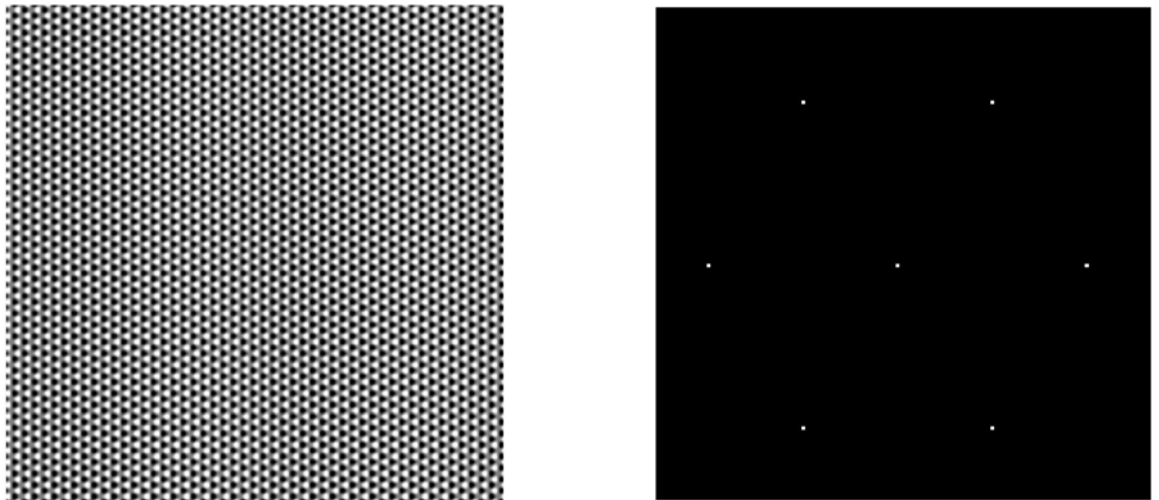


Рис. 2.15. Пример двумерной периодической функции (слева) и распределение модуля её Фурье-спектра (справа).

В случае локальной вариации параметров колебательных компонент комплексные амплитуды $\hat{H}_{\vec{g}} \rightarrow \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r})$ становятся функциями координаты $\vec{r}$:

$$I(\vec{r}) = \sum_{\vec{g}} \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r})) \quad (2.5)$$

Найдем распределение коэффициентов $\hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k})$ Фурье-разложения такой функции

$$\begin{aligned}\hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k}) &= \int_{Sr} I(\vec{r}) \exp(-2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r} \\ &= \int_{Sr} \sum_{\vec{g}} \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r})) \exp(-2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r}\end{aligned}\quad (2.6)$$

внеся интеграл под сумму, получаем

$$\hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k}) = \sum_{\vec{g}} \int_{Sr} \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r})) \exp(-2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r}, \quad (2.7)$$

но слагаемые под суммой являются коэффициентами Фурье-разложения функций $\hat{H}_{\vec{g}}$,

$$\text{т. е. } \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) = \int_{Sr} \hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k}) \exp(2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r},$$

где $\hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k}) = \int_{Sr} \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(-2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r}$:

$$\int_{Sr} \hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r})) \exp(-2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{r} = \hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k} - \vec{g}), \quad (2.8)$$

тогда

$$\hat{F}(\vec{k}) = \sum_{\vec{g}} \hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k} - \vec{g}). \quad (2.9)$$

Из полученного результата следует, что интенсивность в любой точке $\vec{k}$ обратного пространства в той или иной степени определяется разложениями функций $\hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r})$, т. е. вариацией параметров колебательных компонент всех рефлексов. Однако вследствие малости вариаций и быстрого спада амплитуд $\hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k} - \vec{g})$ при удалении от соответствующих рефлексов $\vec{g}$ можно ввести маску $M(|\vec{k} - \vec{g}|)$, которая ограничивает вклад других рефлексов.

Коэффициенты Фурье-разложения в этом случае будут иметь вид

$$\hat{F}(\vec{k}) = \sum_{\vec{g}} M(|\vec{k} - \vec{g}|) \hat{F}_{\vec{g}}(\vec{k} - \vec{g}). \quad (2.10)$$

Таким образом, функция $\hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r})$ в обратном пространстве представлена распределением интенсивности вокруг соответствующего рефлекса $\vec{g}$ и может быть получена путём обратного двухмерного Фурье-преобразования области вокруг соответствующего рефлекса:

$$\hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) = \int_{Sk} \hat{F}(\vec{k} + \vec{g}) M(|\vec{k}|) \text{Exp}(2\pi i(\vec{k}\vec{r})) d\vec{k} = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(iP_{\vec{g}}(\vec{r})) \quad (2.11)$$

где $M(|\vec{k}|)$ является маской, накладываемой в обратном пространстве, смысл которой в ограничении области вокруг соответствующего рефлекса участвующей в Фурье-спектре функции $\hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r})$ (рис. 2.16). Простейшим образом функцию маски можно задать следующим образом:

$$M(\vec{k}) = \begin{cases} 1, & |\vec{k}| \leq k_0, \\ 0, & |\vec{k}| > k_0, \end{cases} \quad (2.12)$$

где k_0 – размер маски в обратном пространстве.

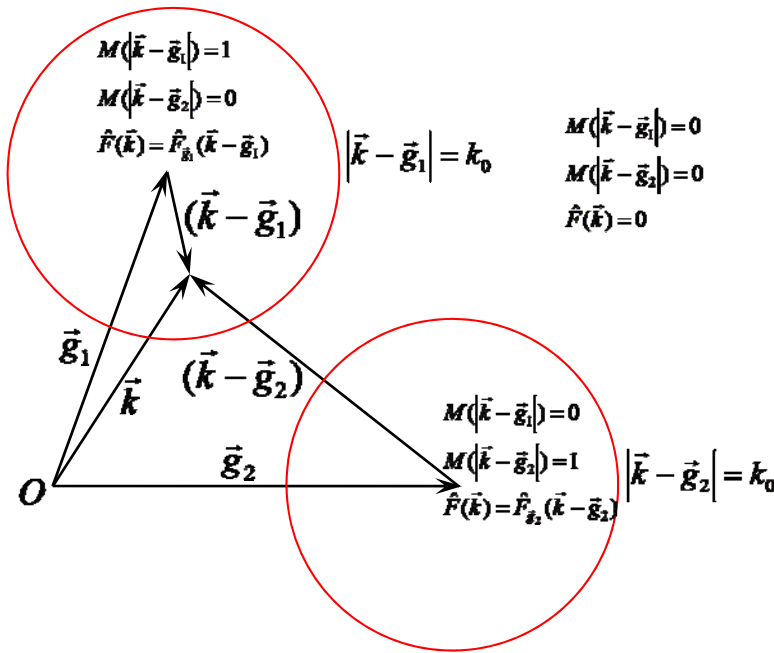


Рис. 2.16. Пример расположения векторов $\vec{g}_1$, $\vec{g}_2$ и $\vec{k}$ в обратном пространстве.

Итак, зная зависимость комплексной амплитуды $\hat{H}_{\vec{g}}(\vec{r}) = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(iP_{\vec{g}}(\vec{r}))$ можно построить отдельную колебательную компоненту соответствующую пространственной частоте $\vec{g}$:

$$I_{\vec{g}}(\vec{r}) = A_{\vec{g}}(\vec{r}) \exp(2\pi i(\vec{g}\vec{r}) + iP_{\vec{g}}(\vec{r})). \quad (2.13)$$

Предметом анализа метода геометрической фазы является поле фазовых сдвигов $P_{\vec{g}}(\vec{r})$, имеющее двойную интерпретацию.

С одной стороны, данное поле можно расценивать как локальную вариацию параметра решётки $\vec{g}(\vec{r}) \rightarrow \vec{g} + \vec{g}_{\Delta}(\vec{r})$.

В этом случае фаза колебаний будет изменяться по следующему закону

$$2\pi((\vec{g} + \vec{g}_{\Delta}(\vec{r}))\vec{r}) + \varphi_{\vec{g}} = 2\pi(\vec{g}\vec{r}) + 2\pi(\vec{g}_{\Delta}(\vec{r})\vec{r}) + \varphi_{\vec{g}} = 2\pi(\vec{g}\vec{r}) + P_{\vec{g}}(\vec{r}). \quad (2.14)$$

где $\vec{g}_{\Delta}(\vec{r})$ – поле локальных отклонений пространственной частоты,

а $P_{\vec{g}}(\vec{r}) = 2\pi(\vec{g}_{\Delta}(\vec{r})\vec{r}) + \varphi_{\vec{g}}$ – поле фазовых сдвигов и его градиент даёт в случае малых вариаций $\vec{g}$ поле локальных отклонений пространственных частот:

$$\vec{g}_{\Delta}(\vec{r}) \approx \frac{\vec{\nabla} P_{\vec{g}}(\vec{r})}{2\pi}. \quad (2.15)$$

С другой стороны, поле фазовых сдвигов можно интерпретировать как локальное поле смещений $\vec{r} \rightarrow \vec{r} - \vec{u}(\vec{r})$, тогда фаза колебаний будет иметь вид

$$2\pi(\vec{g}(\vec{r} - \vec{u}(\vec{r}))) + \varphi_{\vec{g}} = 2\pi(\vec{g}\vec{r}) - 2\pi(\vec{g}\vec{u}(\vec{r})) + \varphi_{\vec{g}} = 2\pi(\vec{g}\vec{r}) + P_{\vec{g}}(\vec{r}) \quad (2.16)$$

где $P_{\vec{g}}(\vec{r}) = -2\pi(\vec{g}\vec{u}(\vec{r})) + \varphi_{\vec{g}}$ – поле фазовых сдвигов.

Выразим $(\vec{g}\vec{u}(\vec{r}))$ через $P_{\vec{g}}(\vec{r})$:

$$(\vec{g}\vec{u}(\vec{r})) = -\frac{P_{\vec{g}}(\vec{r}) - \varphi_{\vec{g}}}{2\pi}. \quad (2.17)$$

Таким образом, мы можем найти проекцию вектора смещения $\vec{u}(\vec{r})$ на вектор $\vec{g}$, для этого поделим правую и левую часть полученного выражения на $|\vec{g}|$, получаем

$$u(\vec{r})_{\vec{g}} = -\frac{P_{\vec{g}}(\vec{r}) - \varphi_{\vec{g}}}{2\pi|\vec{g}|}. \quad (2.18)$$

В данном выражении по-прежнему не определён параметр $\varphi_{\vec{g}}$, для его вычисления, необходимо задать точку $\vec{r}_0$, в которой заведомо отсутствуют смещения,

в этом случае $u(\vec{r}_0)_{\vec{g}}$ должна равняться нулю при любом $\vec{g}$, т. е. $0 = u(\vec{r}_0)_{\vec{g}} = -\frac{P_{\vec{g}}(\vec{r}_0) - \varphi_{\vec{g}}}{2\pi|\vec{g}|}$, тогда $\varphi_{\vec{g}} = P_{\vec{g}}(\vec{r}_0)$. Учитывая это условие можно переобозначить поле фазовых сдвигов $P_{\vec{g}}(\vec{r}) = P_{\vec{g}}(\vec{r}) - P_{\vec{g}}(\vec{r}_0)$, в результате чего получаем $u(\vec{r})_{\vec{g}} = -\frac{P_{\vec{g}}(\vec{r})}{2\pi|\vec{g}|}$.

Определение проекции $u(\vec{r})_{\vec{g}}$, не даёт возможности найти вектор смещения $\vec{u}(\vec{r})$, так как данной проекции соответствует бесконечное количество векторов (рис. 2.17).

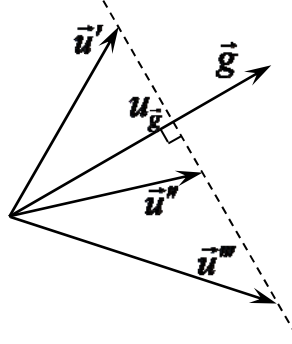


Рис. 2.17. Пример векторов $\vec{u}'$, $\vec{u}''$ и $\vec{u}'''$ соответствующих одной проекции $u_{\vec{g}}$.

Однозначное определение вектора смещения $\vec{u}(\vec{r})$ становится возможным при рассмотрении двух неколлинеарных рефлексов $\vec{g}_1$ и $\vec{g}_2$. В этом случае, определив поля фазовых сдвигов $P_{\vec{g}_1}(\vec{r})$ и $P_{\vec{g}_2}(\vec{r})$, получаем проекции вектора смещения $\vec{u}(\vec{r})$ на два неколлинеарных вектора.

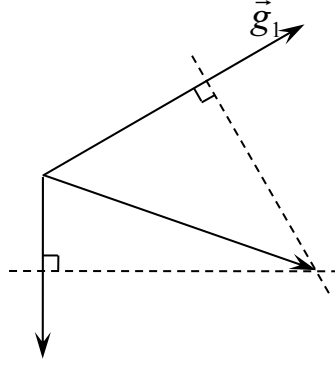


Рис. 2.18. Определение вектора смещения $\vec{u}$ по проекциям на два неколлинеарных вектора $\vec{g}_1$ и $\vec{g}_2$.

Как видно из рис. 2.18 вектор смещения $\vec{u}(\vec{r})$ однозначно определён. Найти его можно решив следующую систему уравнений:

$$\begin{cases} (\vec{g}_1 \vec{u}(\vec{r})) = -\frac{P_{\vec{g}_1}(\vec{r})}{2\pi}, \\ (\vec{g}_2 \vec{u}(\vec{r})) = -\frac{P_{\vec{g}_2}(\vec{r})}{2\pi}. \end{cases} \quad (2.19)$$

Искомый вектор $\vec{u}(\vec{r})$ можно разложить по любому базису векторов, т. е. найти его проекции на любые два неколлинеарных вектора.

Представив скалярные произведения $(\vec{g}_1 \vec{u}(\vec{r}))$ и $(\vec{g}_2 \vec{u}(\vec{r}))$ в декартовой системе координат, получаем

$$\begin{cases} g_{1x}u_x(\vec{r}) + g_{1y}u_y(\vec{r}) = -\frac{P_{\vec{g}_1}(\vec{r})}{2\pi}, \\ g_{2x}u_x(\vec{r}) + g_{2y}u_y(\vec{r}) = -\frac{P_{\vec{g}_2}(\vec{r})}{2\pi}. \end{cases} \quad (2.20)$$

Полученную систему уравнений удобно представить в матричной форме

$$\begin{pmatrix} P_{\vec{g}_1}(\vec{r}) \\ P_{\vec{g}_2}(\vec{r}) \end{pmatrix} = -2\pi \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_x(\vec{r}) \\ u_y(\vec{r}) \end{pmatrix}, \quad (2.21)$$

из которой легко найти вектор смещения $\vec{u}(\vec{r})$:

$$\begin{pmatrix} u_x(\vec{r}) \\ u_y(\vec{r}) \end{pmatrix} = -\frac{1}{2\pi} \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix}^{-1} \begin{pmatrix} P_{\vec{g}_1}(\vec{r}) \\ P_{\vec{g}_2}(\vec{r}) \end{pmatrix}, \quad (2.22)$$

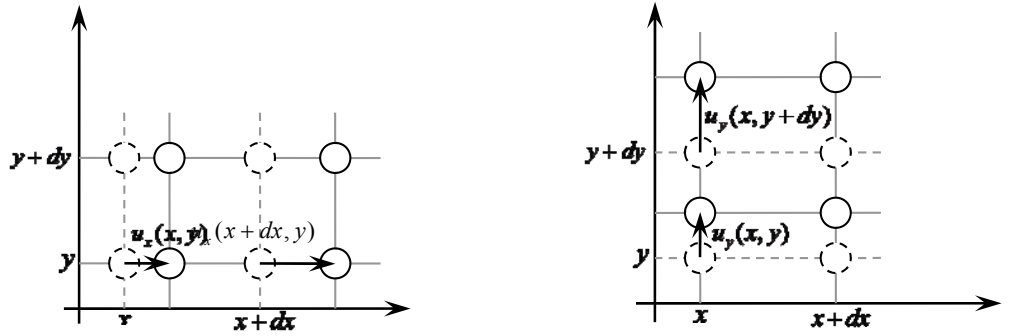
$$\text{где } \begin{pmatrix} g_{1x} & g_{1y} \\ g_{2x} & g_{2y} \end{pmatrix}^{-1} = \frac{1}{g_{1x}g_{2y} - g_{2x}g_{1y}} \begin{pmatrix} g_{2y} & -g_{1y} \\ -g_{2x} & g_{1x} \end{pmatrix}^{-1}.$$

Теперь интерпретируя поле локальных смещений с физической точки зрения как локальные отклонения системы от положения равновесия можно ввести матрицу деформаций $e(\vec{r})$:

$$\varepsilon(\vec{r}) = \begin{pmatrix} \frac{\partial u_x(\vec{r})}{\partial x} & \frac{\partial u_x(\vec{r})}{\partial y} \\ \frac{\partial u_y(\vec{r})}{\partial x} & \frac{\partial u_y(\vec{r})}{\partial y} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx}(\vec{r}) & \varepsilon_{xy}(\vec{r}) \\ \varepsilon_{yx}(\vec{r}) & \varepsilon_{yy}(\vec{r}) \end{pmatrix}. \quad (2.23)$$

Рассмотрим подробнее смысл элементов матрицы деформаций.

Диагональные элементы $\varepsilon_{xx}(\vec{r})$ и $\varepsilon_{yy}(\vec{r})$ показывают деформацию растяжения–сжатия в направлениях соответствующих осей ox и oy (рис. 2.19).



а) вдоль оси x ($\varepsilon_{xx}(\vec{r})$)

б) вдоль оси y ($\varepsilon_{yy}(\vec{r})$)

Рис. 2.19. Схематическое изображение деформаций в латеральном и вертикальном направлениях.

Исходя из определения деформации, получаем

$$\varepsilon_{xx}(\vec{r}) = \frac{u_x(x+dx, y) - u_x(x, y)}{dx} = \frac{\partial u_x(\vec{r})}{\partial x}, \quad \varepsilon_{yy}(\vec{r}) = \frac{u_y(x, y+dy) - u_y(x, y)}{dy} = \frac{\partial u_y(\vec{r})}{\partial y}. \quad (2.24)$$

Недиагональные элементы $\varepsilon_{xy}(\vec{r})$ и $\varepsilon_{yx}(\vec{r})$ показывают деформацию сдвига вдоль осей ox и oy соответственно (рис. 2.20).

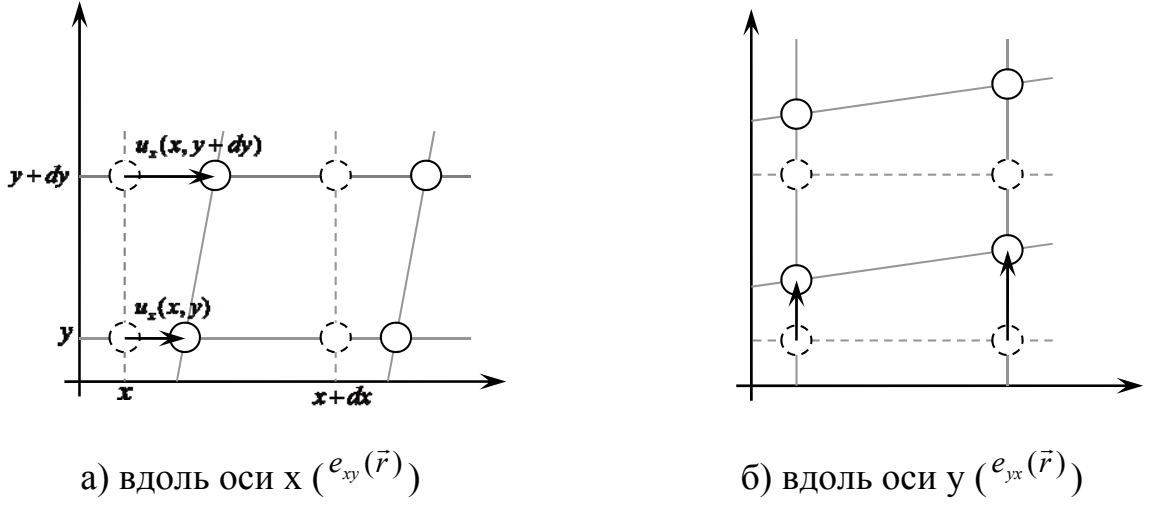


Рис. 2.20. Деформации растяжения-сжатия по различным направлениям.

Вследствие малой величины сдвига получаем:

$$\varepsilon_{xy}(\vec{r}) = \frac{u_x(x, y+dy) - u_x(x, y)}{dy} = \frac{\partial u_x(\vec{r})}{\partial y}, \quad \varepsilon_{yx}(\vec{r}) = \frac{u_y(x+dx, y) - u_y(x, y)}{dx} = \frac{\partial u_y(\vec{r})}{\partial x}. \quad (2.25)$$

Так же описание метода анализа геометрической фазы можно найти здесь [80]

2.4.1 Визуализация дислокаций с использованием метода геометрической фазы

Рассмотрим ВРПЭМ–снимок некоторой кристаллической структуры представленный на рис. 2.21(а), имеющей локальные отклонения в периодичности.

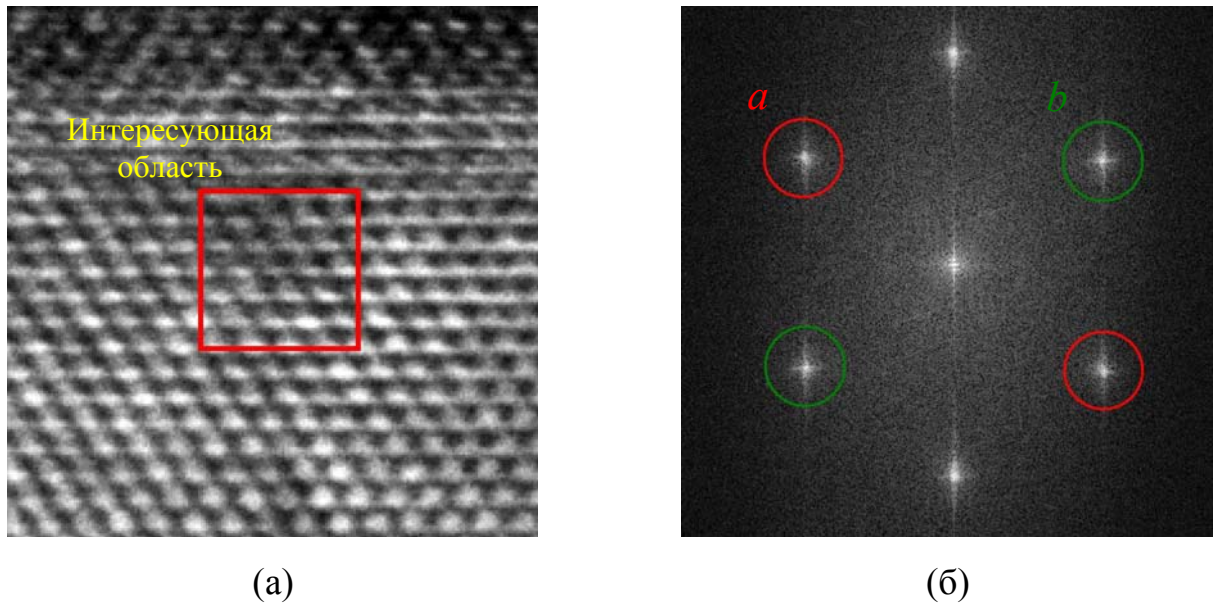


Рис. 2.21. Область ВРПЭМ-снимка (а) и распределение модуля его Фурье-спектра (б).

В выбранной области не наблюдается никаких видимых изменений в периодичности, однако, при построении поля фазовых сдвигов от областей вокруг рефлексов *a* и *b*, выделенных на рис. 2.21 (б), получаем, что распределение фазы от рефлекса *a* имеет характерную особенность – точку, при обходе вокруг которой фаза изменяется на 2π (рис. 2.22).

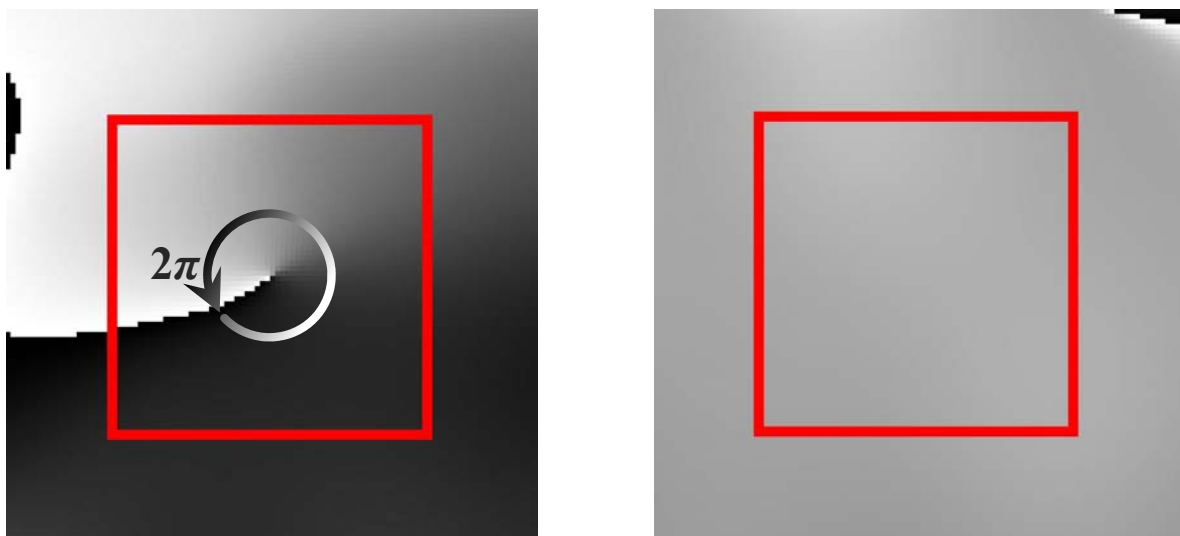


Рис. 2.22. Поля фазовых сдвигов, полученные от рефлексов *a* и *b* по области 2.21.

Теперь используя рассчитанные зависимости полей фазовых сдвигов, построим распределение полей деформаций (рис. 2.23). Можно видеть, что на всех распределениях элементов матрицы деформаций в анализируемой области также присутствует особенная точка – резкого перехода с положительных деформаций на отрицательные.

Для выявления причины такого поведения поля фазовых сдвигов построим колебательные компоненты, соответствующие рефлексам a и b (рис. 2.24). На изображении колебательных компонент, соответствующем рефлексу a (рис. 2.24 а), присутствует характерная особенность. Рассматривая данные колебания с точки зрения кристаллографии, можно сказать, что в данной точке происходит обрыв атомной плоскости в кристалле, что можно определить как дислокацию.

Более подробную информацию о выявлении дислокаций методом анализа геометрической фазы можно найти [83, 84].

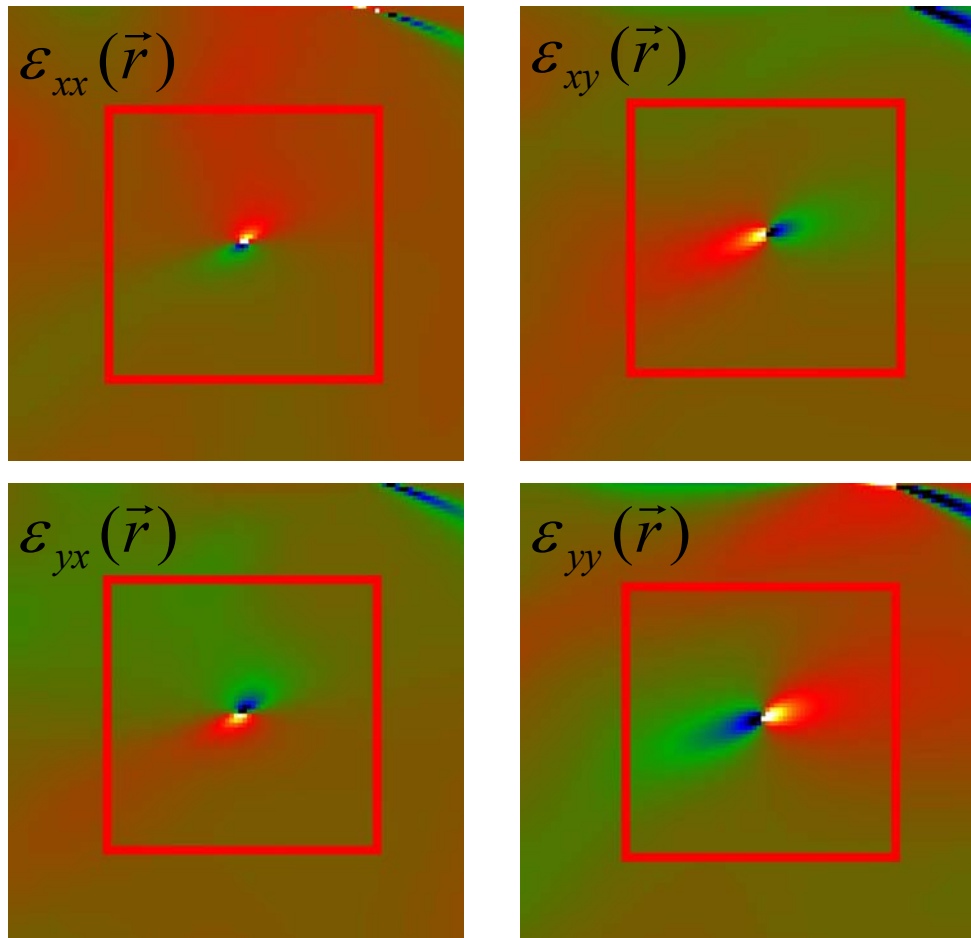


Рис. 2.23. Распределение элементов матрицы деформаций на рассматриваемой области.

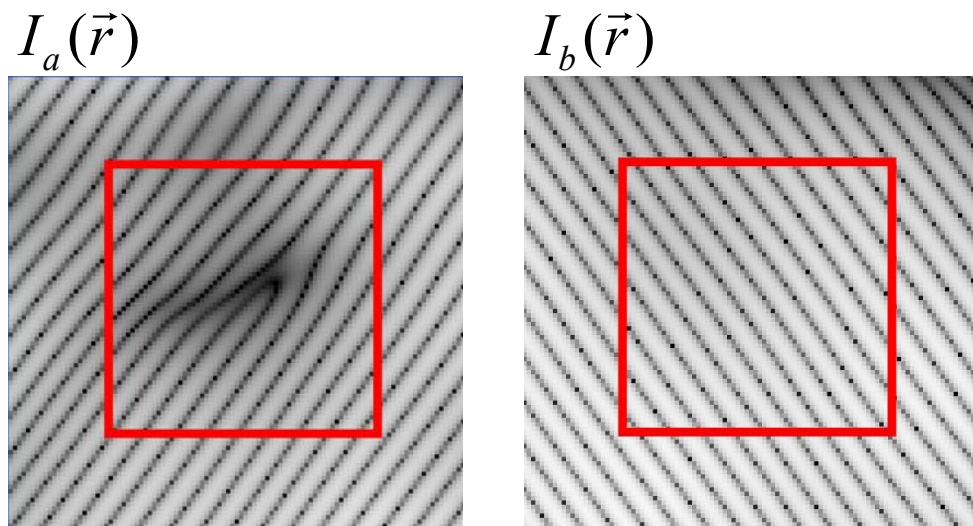


Рис. 2.24. Колебательные компоненты соответствующие рефлексам а и b.

2.4.2 Проблема зашумления артефактами GPA-карт распределений деформаций и описание способа их устранения

Первичное применение метода геометрической фазы к исследуемым нами объектам дало неожиданный эффект. На рис. 2.26 представлен снимок массива Ge(Si)-наностроек (срез выполнен по плоскости (010)), а на рисунке 2.27 – карта распределения деформаций, полученная с использованием метода геометрической фазы.

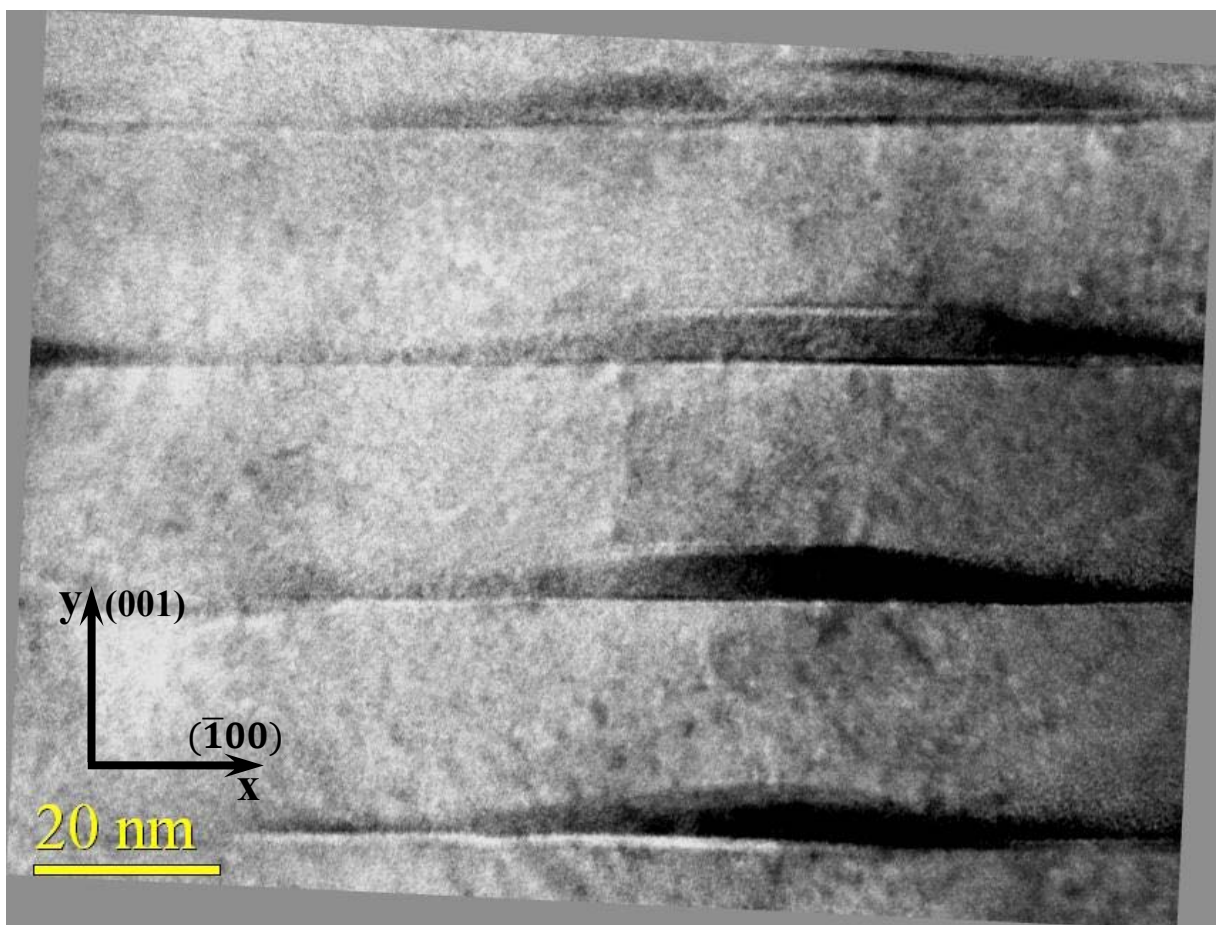


Рис. 2.25. ВРПЭМ–снимок упорядоченного массива вертикально связанных Ge(Si) островков. ПЭМ-образец ориентирован в направлении [010].

Используя полученные ВРПЭМ–снимки и метод анализа геометрической фазы, были рассчитаны распределения полей деформаций. Распределение деформаций в

направлении $[001]$ представлено на рис. 2.26 (результат обработки снимка 2.25). Как видно вся карта деформаций усеяна характерными для дислокаций особенностями. Их плотность крайне велика, не имеет явного физического смысла.

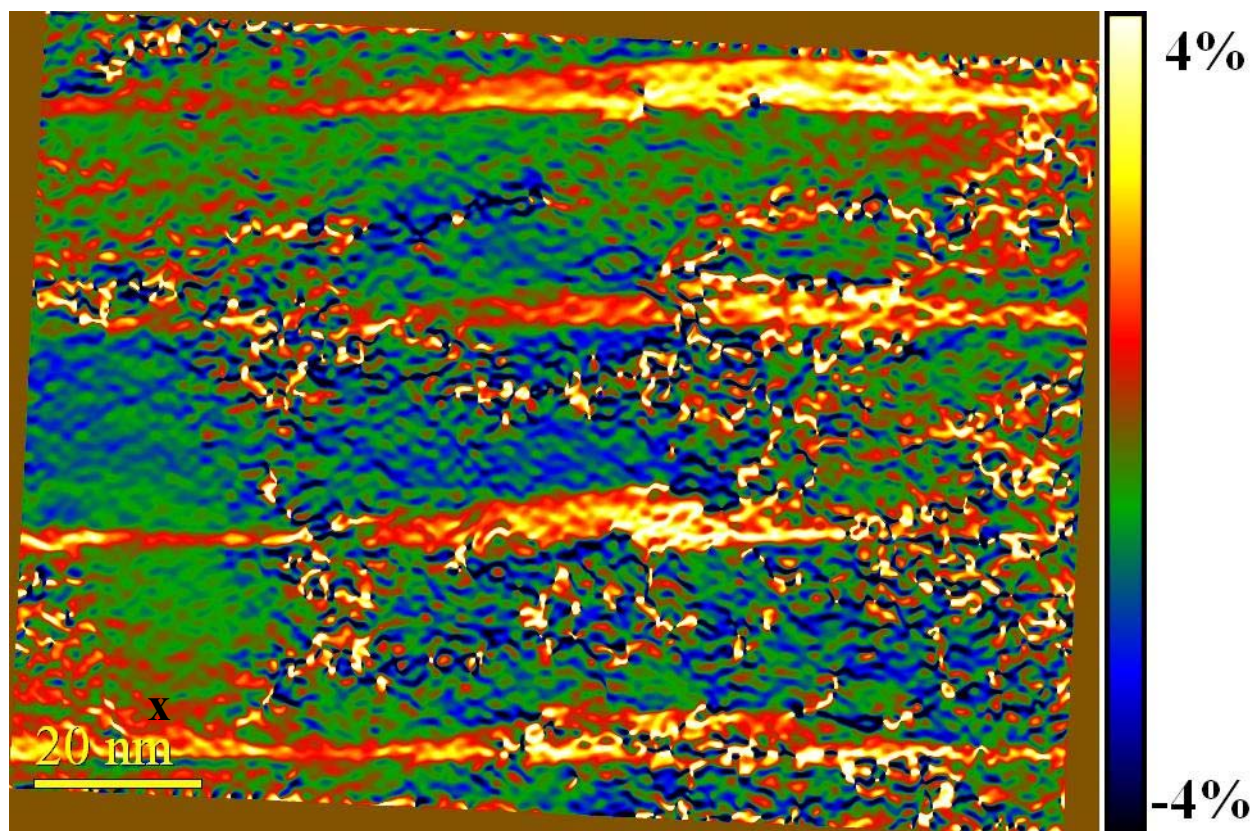


Рис. 2.26. Распределение деформаций в направлении $[001]$ при ориентации ПЭМ-образца в направлении $[010]$.

2.4.3. Условия применимости метода геометрической фазы к анализу изображений ВРПЭМ.

ВРПЭМ–изображение кристаллической структуры является периодическим (рис. 2.27 (а)), и его Фурье-преобразование, так же как и электронограмма, имеет набор пространственных частот (рис. 2.27 (б)).

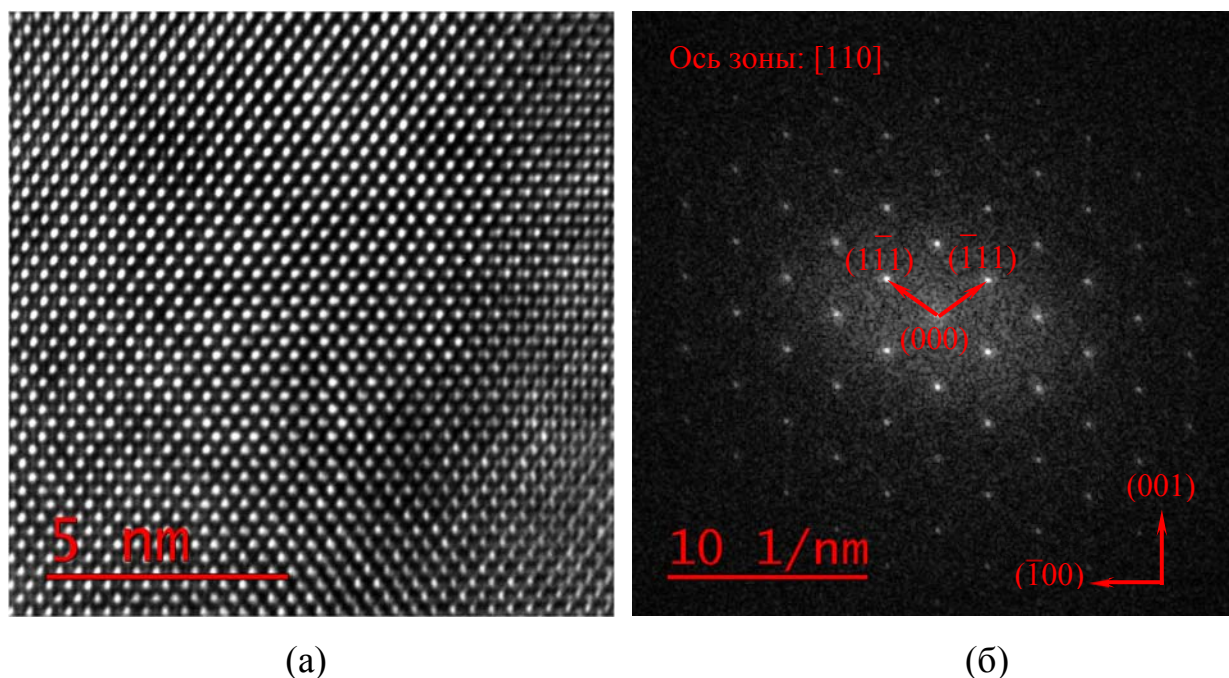


Рис. 2.27. ВРПЭМ–снимок структуры монокристаллического Si $[110]$ (а) и распределение модуля Фурье-спектра интенсивности на снимке (б).

Для определения, каким образом информация о локальных деформациях исследуемого объекта проявляется на ВРПЭМ–снимке, необходимо рассмотреть связь волновой функции электрона в области формирования изображения, которая несёт в себе прямую информацию о деформациях, с фиксируемым на ПЭМ-снимке распределением интенсивности.

2.4.4. Связь волновой функции электрона и изображения ВРПЭМ

В результате дифракции плоской волны электрона на периодическом потенциале кристалла, волновая функция электрона за образцом приобретает строго определённый набор пространственных частот в плоскости перпендикулярной направлению изначально падающего пучка. И в случае рассмотрения идеальной кристаллической структуры, волновую функцию электрона в области формирования изображения можно записать следующим образом (в виде дискретного двухмерного Фурье-спектра):

$$\varphi(\vec{r}) = \sum_{h,k} F_{h,k} \exp(2\pi i((h\vec{a}^* + k\vec{b}^*)\vec{r})), \quad (2.26)$$

где $\vec{a}^*$ и $\vec{b}^*$ – векторы элементарной трансляции обратной решётки данного кристалла, образованной сечением сферой Эвальда.

Переходя к рассмотрению реальной кристаллической структуры, имеет место локальная вариация параметра решётки, что приводит к зависимости комплексных амплитуд $F_{h,k} \rightarrow F_{h,k}(\vec{r})$ от координаты $\vec{r}$:

$$\varphi(\vec{r}) = \sum_{h,k} F_{h,k}(\vec{r}) \exp(2\pi i((h\vec{a}^* + k\vec{b}^*)\vec{r})), \quad (2.27)$$

где $F_{h,k}(\vec{r})$ – функция, характеризующая локальные отклонения в системе плоскостей, соответствующей вектору $h\vec{a}^* + k\vec{b}^*$ обратной решётки кристалла.

Теперь для определения распределения интенсивности на изображении ВРПЭМ воспользуемся классической формулой из квантовой физики, определяющей вероятность обнаружения частицы в малой области вокруг точки $\vec{r}$:

$$I(r) = \varphi(\vec{r})\varphi^*(\vec{r}). \quad (2.28)$$

Подставим ранее полученный вид волновой функции электрона (2.27) в выражение (2.28):

$$I(\vec{r}) = \sum_{h_2, k_2} F_{h_2, k_2}(\vec{r}) \exp(2\pi i((h_2\vec{a}^* + k_2\vec{b}^*)\vec{r})) \sum_{h_1, k_1} F_{h_1, k_1}^*(\vec{r}) \exp(-2\pi i((h_1\vec{a}^* + k_1\vec{b}^*)\vec{r})), \quad (2.29)$$

$$I(\vec{r}) = \sum_{h_2, k_2} \sum_{h_1, k_1} F_{h_2, k_2}(\vec{r}) F_{h_1, k_1}^*(\vec{r}) \exp(2\pi i(((h_2 - h_1)\vec{a}^* + (k_2 - k_1)\vec{b}^*)\vec{r})), \quad (2.30)$$

переобозначим коэффициенты:

$$h = h_2 - h_1, \quad k = k_2 - k_1, \quad (2.31)$$

получаем

$$I(\vec{r}) = \sum_{h,k} \left(\sum_{h_1, k_1} F_{h+h_1, k+k_1}(\vec{r}) F_{h_1, k_1}^*(\vec{r}) \right) \exp(2\pi i((h\vec{a}^* + k\vec{b}^*)\vec{r})). \quad (2.32)$$

Таким образом, получаем выражение, связывающее локальные вариации периодичности отдельных рефлексов на ВРПЭМ–изображении с локальными вариациями в периодичности волновой функции электрона

$$\tilde{F}_{h,k}(\vec{r}) = \sum_{h_1, k_1} F_{h+h_1, k+k_1}(\vec{r}) F_{h_1, k_1}^*(\vec{r}). \quad (2.33)$$

Из полученного выражения следует, что в общем случае анализируя методом геометрической фазы распределение интенсивности на ВРПЭМ–снимке, получаемые зависимости сложным образом связаны с реальными деформациями в кристалле, причём распределение интенсивности вокруг любого рефлекса в Фурье-спектре анализируемого изображения является свёрткой распределений вокруг всех рефлексов Фурье-спектра волновой функции электрона. Для дальнейшего анализа данной зависимости воспользуемся упрощением.

Так как метод ВРПЭМ работает с образцами малой толщины, в этом случае интенсивность недифрагированного пучка во много раз превышает интенсивности дифрагированных пучков, и в этом случае возможна следующая оценка

$$F_{0,0}(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}) \gg \sum_{h \neq 0, k \neq 0} F_{h,k}(\vec{r}) F_{h,k}^*(\vec{r}). \quad (2.34)$$

Таким образом, в сумме (2.33) наиболее значимыми будут слагаемые, содержащие произведение с функцией, соответствующей нулевому рефлексу, и в результате пренебрежения остальными слагаемыми получаем

$$\tilde{F}_{h,k}(\vec{r}) \approx \begin{cases} F_{0,0}(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}), & (h=0) \wedge (k=0), \\ F_{h,k}(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}) + F_{0,0}(\vec{r}) F_{-h,-k}^*(\vec{r}), & (h \neq 0) \vee (k \neq 0). \end{cases} \quad (2.35)$$

Выражение (2.35) имеет более простой вид, и функция $\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})$, неизвестная нам, связана с функциями $F_{h,k}(\vec{r})$, $F_{-h,-k}(\vec{r})$ и $F_{0,0}(\vec{r})$, необходимыми для определения деформаций. Найти их в общем случае, имея лишь изображение ВРПЭМ, не представляется возможным из-за потери фазы волновой функции электрона.

2.4.5. Условия соответствия.

Для определения условий, при которых возможен анализ полей деформаций рассмотрим волновые функции электронов, участвующих в формировании периодического распределения интенсивности соответствующего определённого рефлексу.

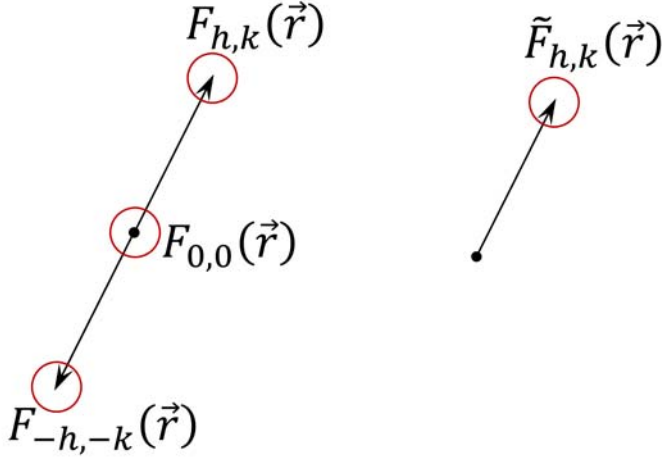


Рис. 2.28. Пространственное расположение рефлексов, связанных соотношением (2.35).

Основываясь на геометрическом представлении о плоскостях отражения в кристалле, запишем вид волновых функций электрона отвечающих дифракции на плоскостях (hk) и $(\bar{h}\bar{k})$ следующим образом

$$\begin{aligned}\varphi_{h,k}(\vec{r}) &= A_0 A(\vec{r}) \exp(2\pi i((h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + \Delta\vec{k}(\vec{r}))\vec{r})), \\ \varphi_{-h,-k}(\vec{r}) &= B_0 B(\vec{r}) \exp(2\pi i((-h\vec{a}^* - k\vec{b}^* - \Delta\vec{k}(\vec{r}))\vec{r})),\end{aligned}\tag{2.36}$$

где $A(\vec{r})$ и $B(\vec{r})$ – действительные функции, определяющие изменение интенсивности дифракции на соответствующих системах плоскостей в результате их деформации; A_0 , B_0 – комплексные амплитуды, определяющие фазы волновых функций при дифракции на идеальном кристалле; $\Delta\vec{k}(\vec{r})$ – вектор локального изменения периодичности системы плоскостей.

Из заданного вида волновых функций (2.36) вытекает вид функций $F_{h,k}(\vec{r})$ и $F_{-h,-k}(\vec{r})$:

$$F_{h,k}(\vec{r}) = A_0 A(\vec{r}) \exp(2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})), F_{-h,-k}(\vec{r}) = B_0 B(\vec{r}) \exp(-2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})). \quad (2.37)$$

Подставим данный вид зависимостей в ранее полученную формулу (2.35), связывающую ВРПЭМ–изображение и волновую функцию электрона:

$$\tilde{F}_{h,k}(\vec{r}) = A_0 A(\vec{r}) \exp(2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})) F_{0,0}^*(\vec{r}) + F_{0,0}(\vec{r}) B_0^* B(\vec{r}) \exp(2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})), \quad (2.38)$$

$$\tilde{F}_{h,k}(\vec{r}) = \exp(2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})) (A_0 A(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}) + F_{0,0}(\vec{r}) B_0^* B(\vec{r})), \quad (2.39)$$

$$\exp(2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r})) = \frac{\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})}{(A_0 A(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}) + F_{0,0}(\vec{r}) B_0^* B(\vec{r}))}. \quad (2.40)$$

Полученный результат свидетельствует о связи между анализируемым методом геометрической фазы поля фазовых сдвигов по снимку ВРПЭМ, с реальными деформациями в структуре, однако на данную зависимость достаточно большое влияние оказывает локальная вариация недифрагированного пучка, и говорить об однозначности определения деформаций возможно лишь в случае, если

$$\arg(A_0 A(\vec{r}) F_{0,0}^*(\vec{r}) + F_{0,0}(\vec{r}) B_0^* B(\vec{r})) = const \Rightarrow 2\pi i(\Delta\vec{k}(\vec{r})\vec{r}) = \arg(\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})) - const. \quad (2.41)$$

Соответственно для выполнения этого условия необходимо:

- слабая зависимость недифрагированного пучка от координаты:

$$F_{0,0}(\vec{r}) = const;$$

- малые деформации кристаллической решётки:

$$A(\vec{r}) = const, \quad B(\vec{r}) = const;$$

- кинематическое приближение.

Условие справедливо для рефлексов, расположенных ближе к центру.

Свойства ВРПЭМ–изображения соответствуют условиям применимости метода анализа геометрической фазы. Однако для использования этого метода необходимо понять причины появления высокой плотности артефактов типа «дислокаций» и найти способ их устранения.

2.4.6. Ограничения метода анализа геометрической фазы

Одной из проблем метода геометрической фазы является ухудшение реального латерального разрешения карт распределений полей деформаций, что связано с малыми размерами маски накладываемой в обратном пространстве на область вокруг выбранного рефлекса (рис. 2.29, рис. 2.30).

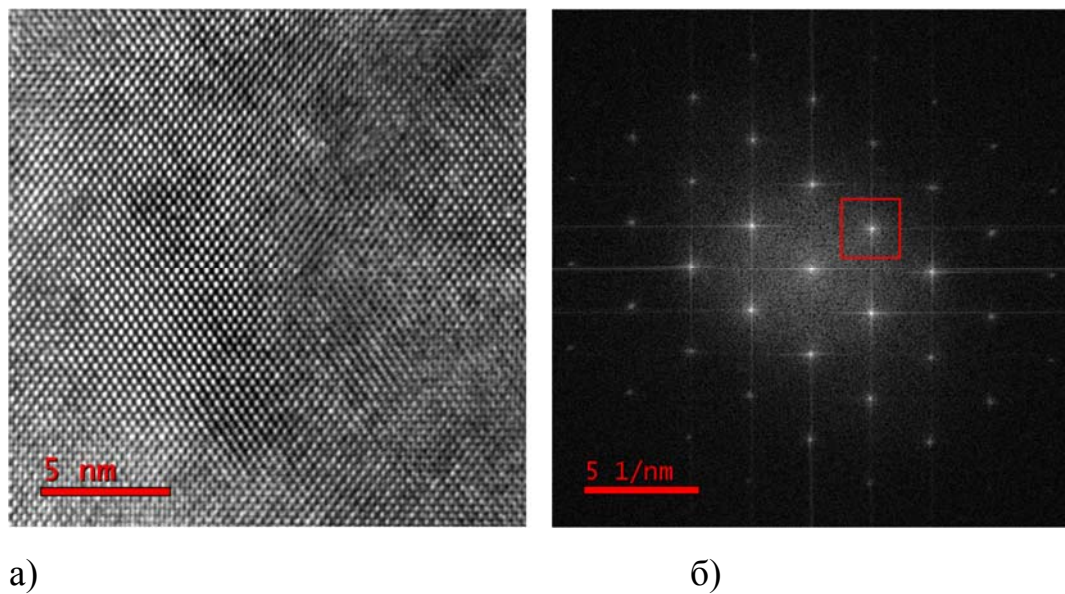


Рис. 2.29. Пример ВРПЭМ-снимка высокого разрешения (а) и распределение модуля Фурье-спектра от него (б).

Несмотря на то, что для увеличения разрешения необходимо увеличивать размер маски, нельзя допустить попадания в область маски точек приближенных к соседним рефлексам, а следовательно максимально достижимое латеральное разрешение определяется обратной величиной кратчайшей трансляции электронограммы изучаемой кристаллической структуры для заданной оси зоны.

Так максимальное латеральное разрешение полей деформаций, получаемых методом анализа геометрической фазы, для Si в направлении $[100]$ составляет 0,27нм.

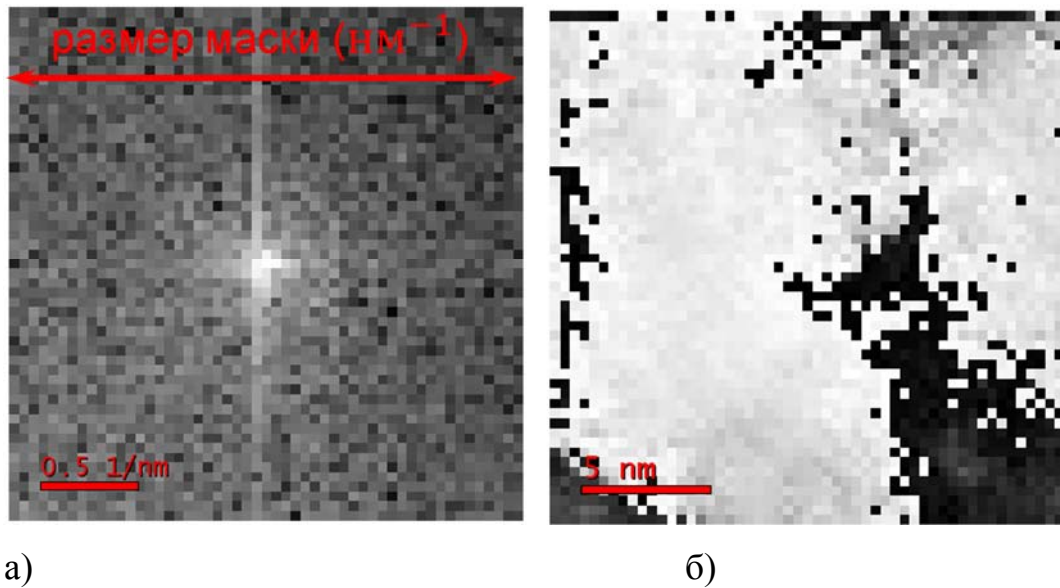


Рис. 2.30. (а) Выбранная на рисунке 2.29б область Фурье-спектра и (б) карта фазовых сдвигов, полученная от него.

Разрешение исходного изображения ВРПЭМ можно оценить как обратное расстояние до наиболее удалённого видимого рефлекса на Фурье–спектре. Оно зависит от настроек микроскопа и может достигать значения 0,03 нм.

Кроме ограничения разрешения так же существует неопределённость фазы при взятии функции аргумента от комплексного числа:

$$\varphi_{h,k}(\vec{r}) = \arg(\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})) + 2\pi n, n \in \mathbb{Z}, \quad (2.42)$$

таким образом, абсолютная величина изменения фазы от точки к точке не может превысить значения π , что проиллюстрировано на рис. 2.31.

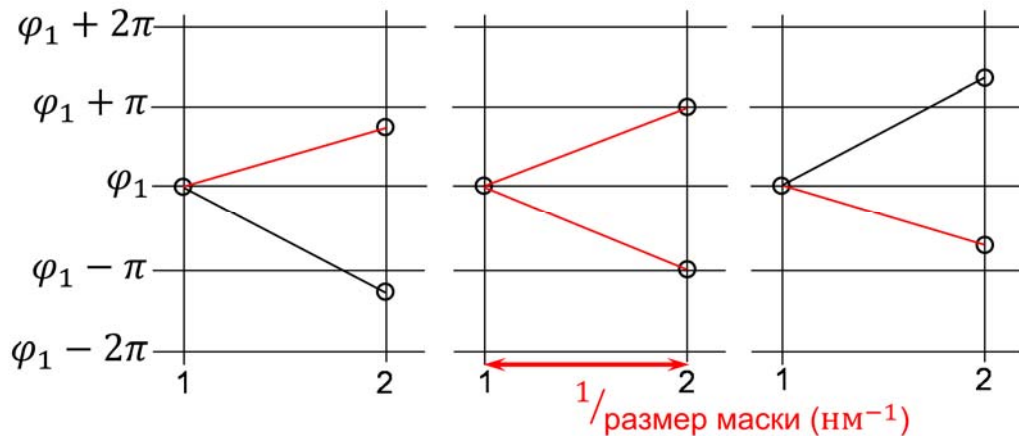


Рис. 2.31. Схема, иллюстрирующая неоднозначность определения фазы.

По отдельности эти факторы не являются значимыми, но при их наложении они могут приводить к серьёзным отрицательным эффектам. Поскольку реальное разрешение мало, а фаза не определена до 2π , то в случае, если в некоторой области изменение фазы будет велико, определяемое поле фазовых сдвигов в данной области будет носить случайный характер (рис. 2.32).

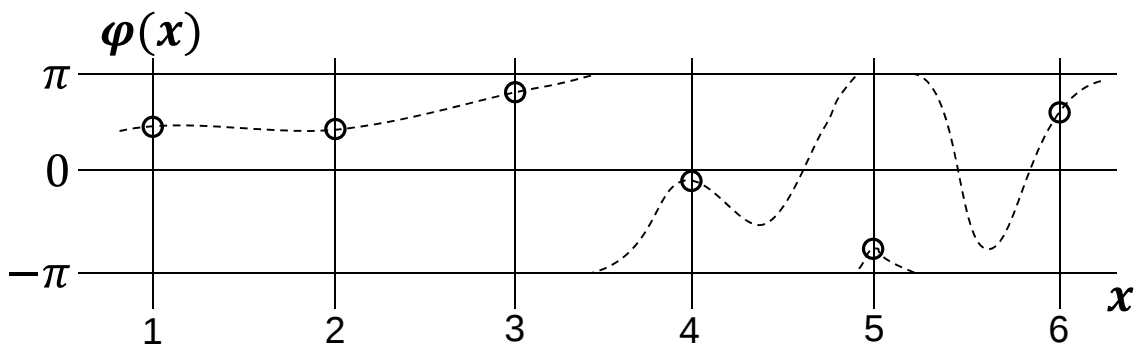


Рис. 2.32. Иллюстрация причин возникновения шума на распределении поля фазовых сдвигов.

Для увеличения разрешения получаемых полей фазовых сдвигов можно воспользоваться интерполяцией тригонометрическими функциями. Смысл данного вида интерполяции заключается в том, что подбирается определённый набор

периодических функций таким образом, чтобы функция, образованная их суммой, проходила через все точки изображения, что по сути является Фурье-преобразованием набора δ -функций. Для получения более высокого разрешения необходимо рассчитать значения подобранной таким образом интерполирующей функции в дополнительных точках, между точками исходного изображения (рис. 2.33). Данное действие эквивалентно увеличению Фурье-спектра исходного изображения заполненного нулями.

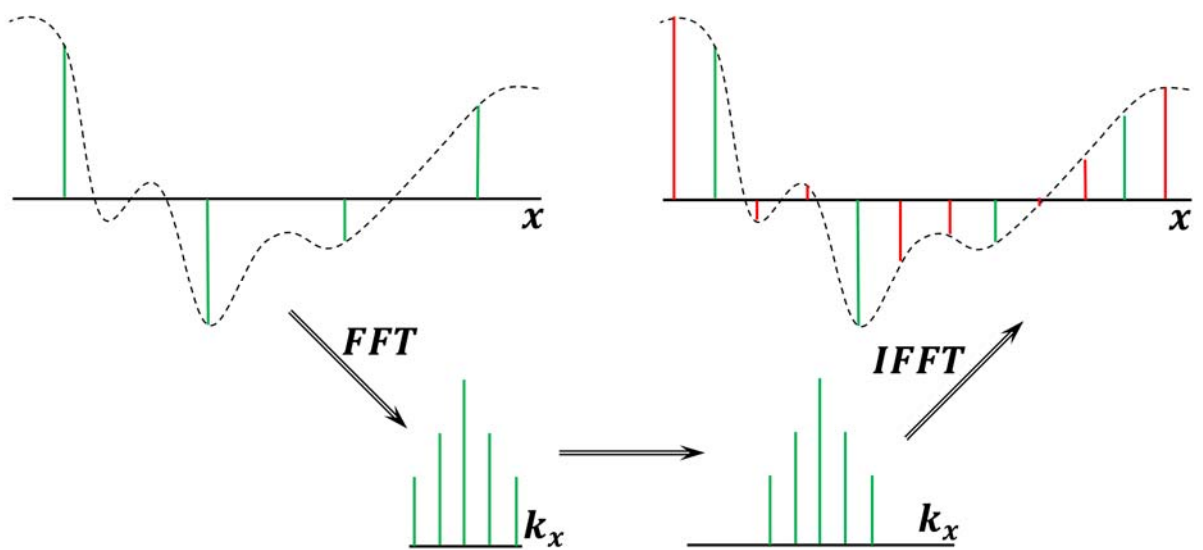


Рис. 2.33. Интерполяция Фурье-спектра пространственных частот тригонометрическими функциями.

Увеличение разрешения методом интерполяции тригонометрическими функциями приводит к появлению дислокаций в областях стохастического характера поведения интерполяционной функции поля фазовых сдвигов на снимке высокого разрешения (рис. 2.34).

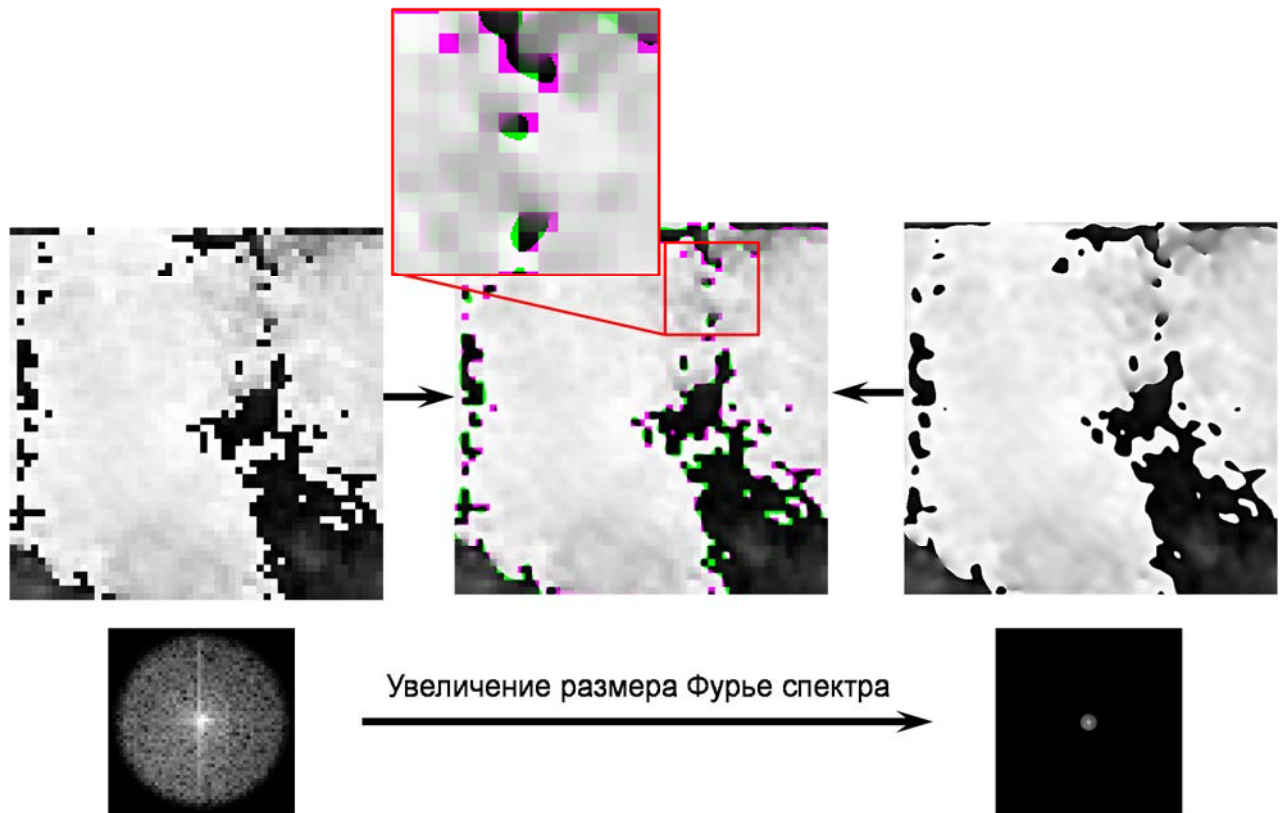


Рис. 2.34. Иллюстрация проявления дислокаций в областях случайного характера колебаний поля фазовых сдвигов на снимке высокого разрешения.

Для появления такого рода эффектов оказывается достаточным присутствие в Фурье-спектре функции $\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})$ всего лишь нескольких частот достаточной амплитуды, близких к нулевой частоте, что показано на рис. 2.35, где изменяется количество компонент Фурье-спектра (т. е. изменяется размер маски), но это не приводит к полному исчезновению характерных точек на распределении поля фазовых сдвигов, соответствующих дислокациям.

Для подавления действия рассмотренного эффекта возможно применение различных масок, накладываемых на область вокруг выбранного рефлекса. В одном из возможных вариантов в качестве края маски может быть выбрана тригонометрическая функция, показанная на рис. 2.36.

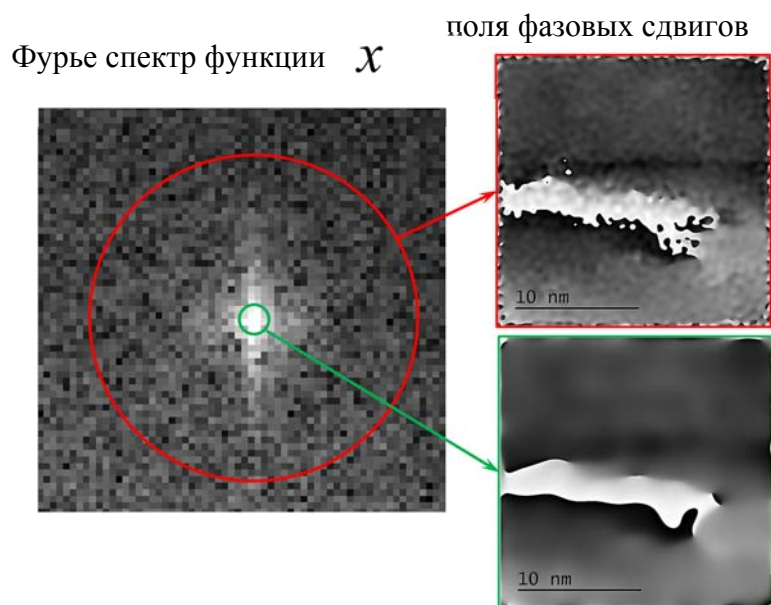


Рис. 2.35. Сильное влияние малых пространственных частот в Фурье-спектре функции $\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})$ на поле фазовых сдвигов, полученное от этой области.

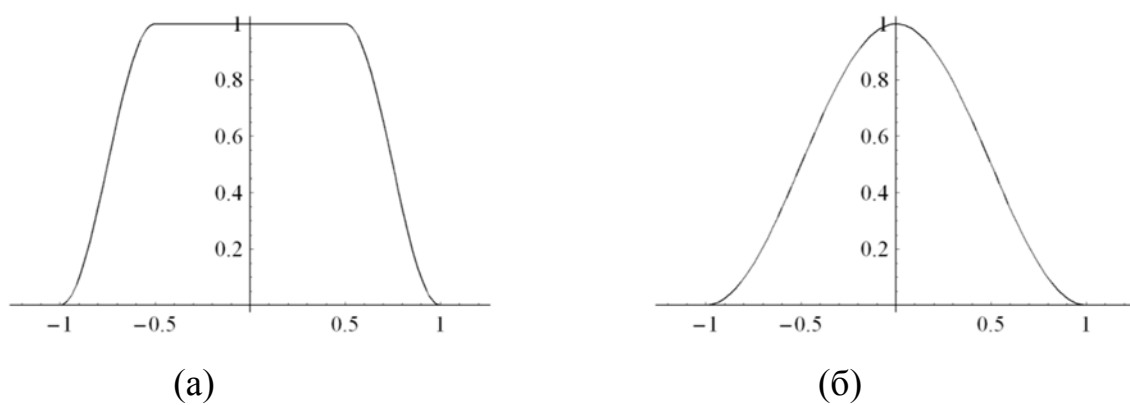


Рис. 2.36. Профиль маски при малом значении параметра сглаживания (а) и в случае его большого значения (б).

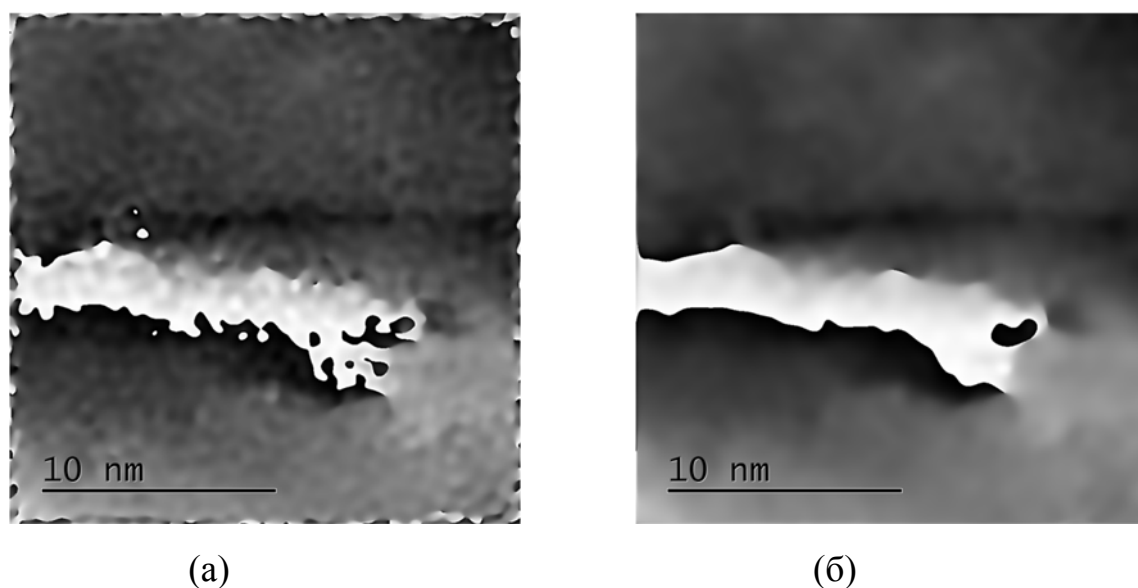


Рис. 2.37. Поля фазовых сдвигов при слабом (а) и сильном (б) сглаживании Фурье-спектра функции $\tilde{F}_{h,k}(\vec{r})$.

Как видно из рис. 2.38, для данного вида маски даже при большом значении параметра сглаживания остаётся достаточным влияние близких к нулевой пространственных частот, вследствие чего на распределениях полей фазовых сдвигов останется большое количество артефактов, визуализирующихся в виде дислокаций.

Для полного подавления малых пространственных частот можно воспользоваться маской, имеющей резкий спад относительно нулевой частоты. Такой маской, например, может являться показательная функция (рис. 2.38). Использование такой маски предотвращает появление характерного контраста на поле фазовых сдвигов, соответствующего дислокациям. Однако вместе с этим практически исчезает вариация фазы на всём изображении (рис. 2.39), что приводит к полной потере информации о деформациях в исследуемой структуре.

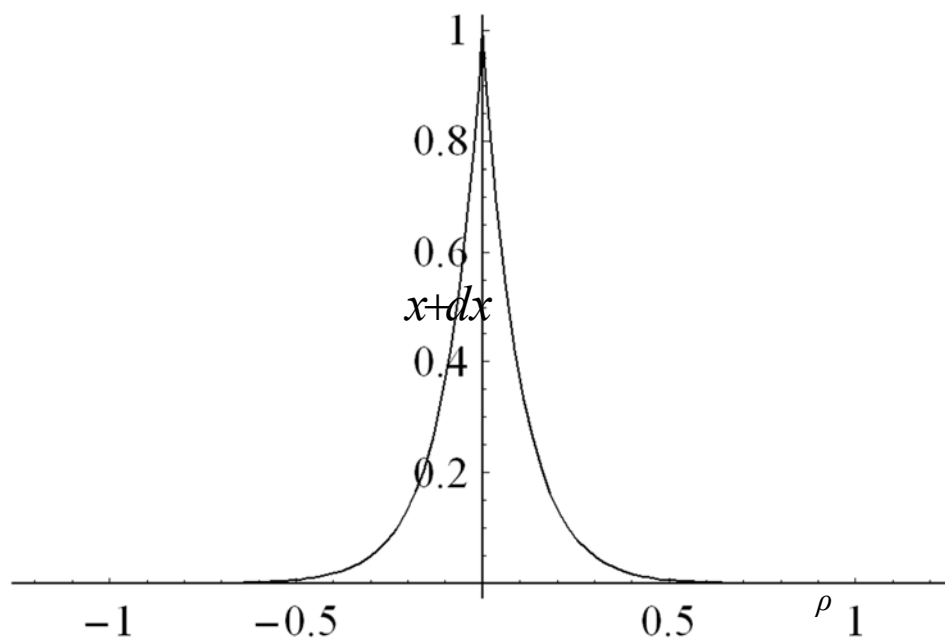


Рис. 2.38. Профиль маски показательной функции.

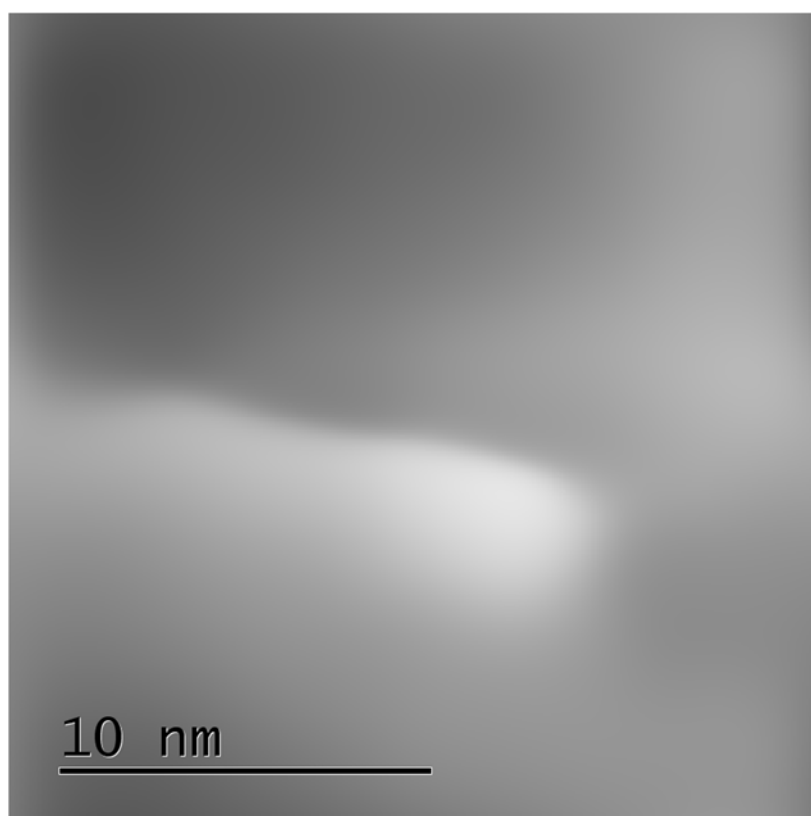


Рис. 2.39. Поле фазовых сдвигов, полностью избавленное от флуктуаций типа «дислокация» за счёт использования маски, показанной на рис. 2.38.

2.4.7. Подавление артефакта типа «дислокация»

Ввиду вышеизложенной проблемы использование метода геометрической фазы в исходном виде делает затруднительным извлечение достоверной информации о распределении деформаций в гетеронаноструктурах.

Для решения выявленной проблемы нами предложено следующее решение, заключающееся в ведении локального усреднения полей фазовых сдвигов. Данное решение основано на том, что комплексные амплитуды

$$\tilde{F}_{h,k}(\vec{r}) = A_{h,k}(\vec{r}) \exp(i\varphi_{h,k}(\vec{r})) \quad (2.43)$$

имеют не только фазу $\varphi_{h,k}(\vec{r})$, но и амплитуду $A_{h,k}(\vec{r})$, не рассматриваемую ранее в рамках метода геометрической фазы.

Локальный спад амплитуды колебаний на ПЭМ-снимке может быть вызван как локальными искажениями структуры кристалла, так и просто артефактами фотоплёнки или CCD-матрицы фотокамеры. В этих случаях необходимо усреднение дифференциалов полей фазовых сдвигов, участвующих в различных распределениях элементов матрицы деформаций в областях спада амплитуды (рис. 2.40).

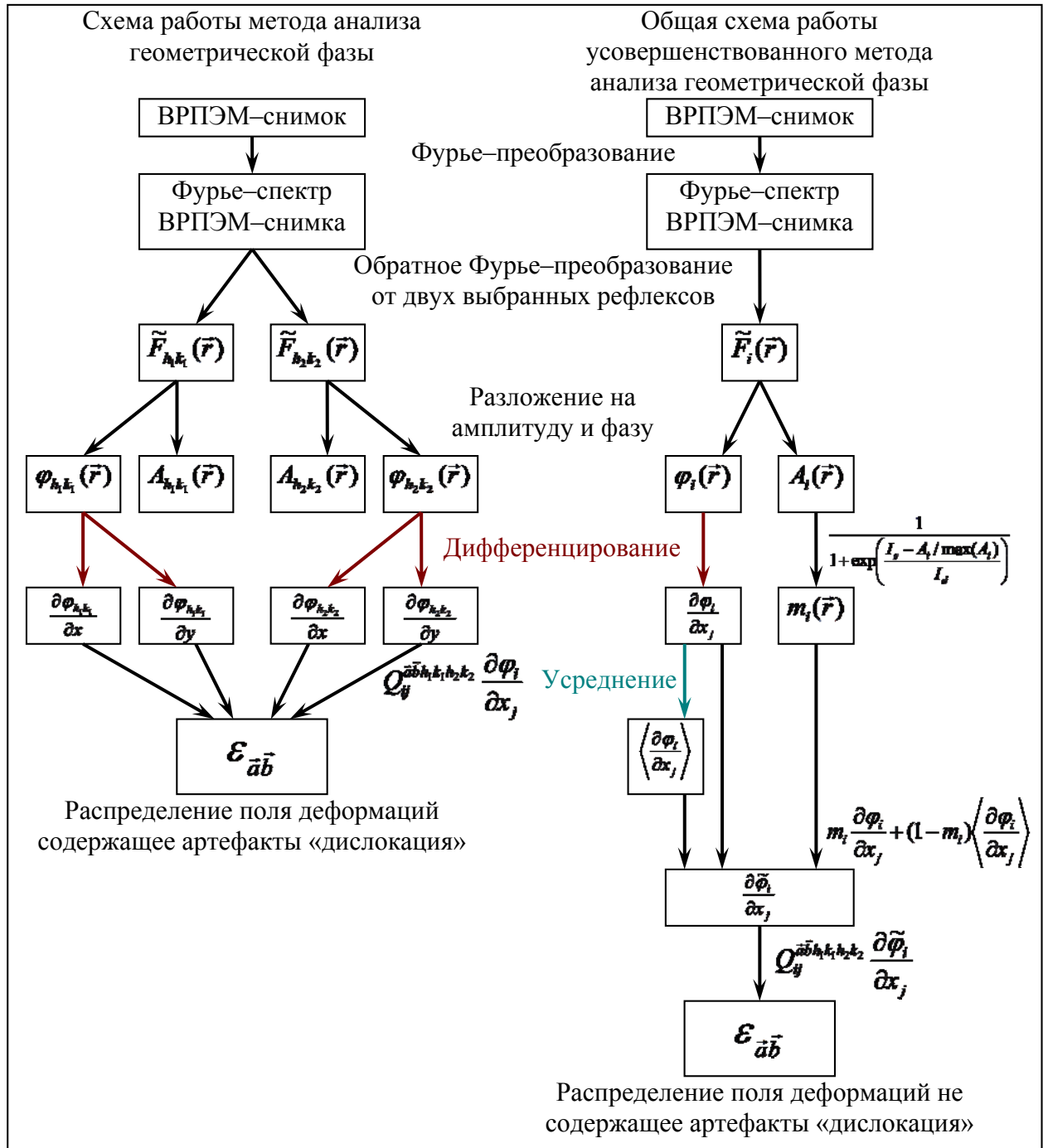


Рис. 2.40. Схема усовершенствование метода анализа геометрической фазы за счёт учёта амплитуды распределения интенсивности на снимке высокого разрешения.

Для получения введения селективной маски $m_i(\vec{r})$, характеризующей области локального спада интенсивности i -го рефлекса, используется следующее математическое выражение:

$$m_i(\vec{r}) = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{I_s - A_i / \max(A_i)}{I_d}\right)}, \quad (2.44)$$

где A_i – распределение интенсивности i -го рефлекса, I_s – уровень селекции интенсивности, I_d – резкость границы селекции (рис. 2.41).

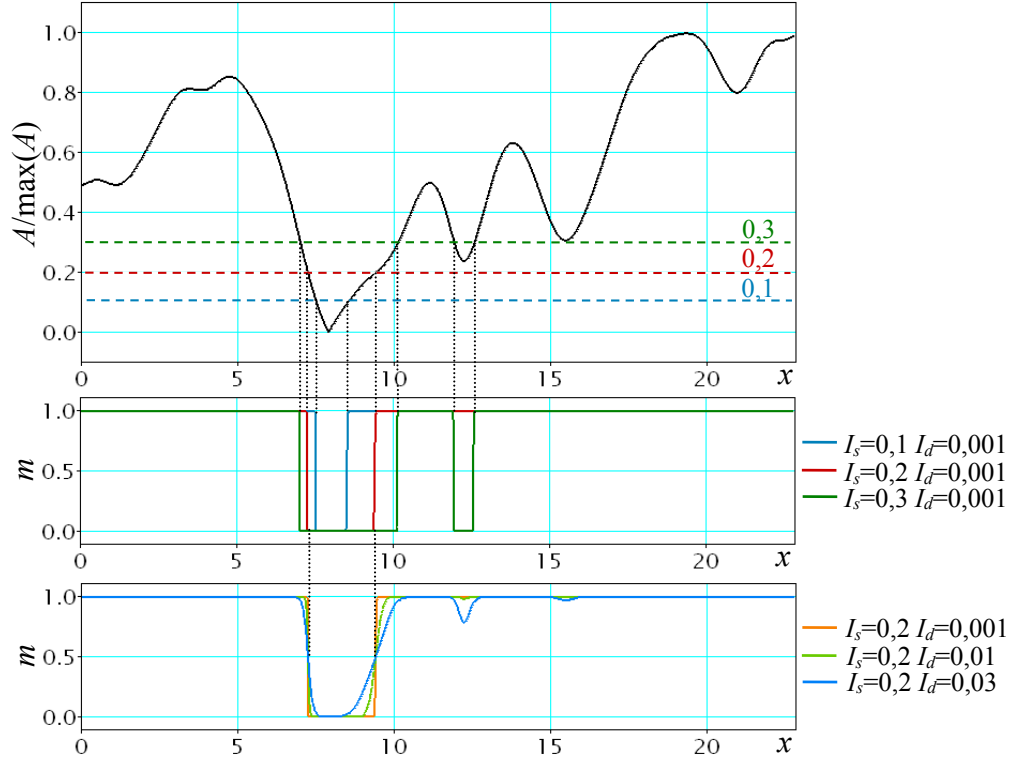


Рис. 2.41. Пример применения селективной маски $m_i(\vec{r})$ при различных значения параметров I_s и I_d .

Теперь при помощи селективной маски возможно заменить значения дифференциалов в области спада интенсивности, где и проявляются артефакты типа «дислокация», на их (дифференциалов) усреднённое значение:

$$\frac{\partial \tilde{\varphi}_i}{\partial x_j} = m_i \frac{\partial \varphi_i}{\partial x_j} + (1 - m_i) \left\langle \frac{\partial \varphi_i}{\partial x_j} \right\rangle_\rho, \quad (2.45)$$

где ρ – параметр задающий размер области усреднения. Область усреднения должна быть таковой, чтобы полностью покрывать область локализации артефактов, и тем самым предотвратить их проявление.

Такая доработка метода геометрической фазы позволяет избавиться от зашумления карт распределения деформаций от артефактов типа «дислокация» (рис. 2.42), что делает возможным практическое применение метода геометрической фазы.

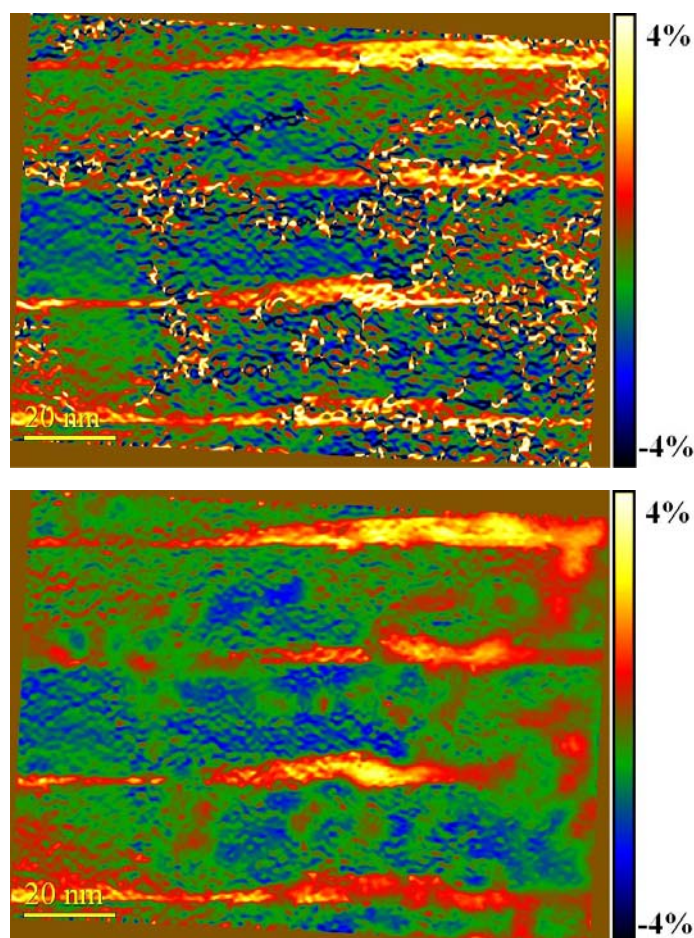


Рис. 2.42. Карта распределения деформаций в направлении [001], полученная от снимка 2.25, с использованием метода геометрической фазы (а) до применения селективной маски и (б) после.

2.5. Измерение межплоскостных расстояний методом геометрической фазы

Как и любой другой инструмент для измерения физических величин метод геометрической фазы требует калибровки, а именно – установки однозначного соответствия между параметром периодичности, выбранной за эталон, и межплоскостным расстоянием в данной конкретной точке исследуемого объекта (гетероструктуры). Кроме того, принципиальное значение приобретает оценка стандартной погрешности производимых измерений.

Нами было осуществлено усовершенствование метода геометрической фазы, которое позволило фиксировать реперную (эталонную) область на одном снимке высокого разрешения и использования её в качестве эталона для нескольких других снимков, сделанных в рамках единого эксперимента при одинаковых настройках осветительной системы микроскопа.

Это открыло ряд существенных преимуществ. Во-первых, оказалось возможным выбрать одну единственную реперную область для группы снимков, что позволило корректно согласовать между собой выполненные на них измерения величин упругих деформаций. Во-вторых, саму реперную область мы смогли выбрать на снимке атомного разрешения в глубине подложки. Это устранило влияние деформаций, возникающих при формировании гетероэпитаксиальной системы, на эталонную кристаллическую решётку, относительно которой эти деформации и определяются. В-третьих, выбор реперной области в глубине кремниевой подложки позволил произвести привязку периода реперной области к табличным значениям межплоскостных расстояний для кремния. Это в свою очередь обеспечило возможность количественных измерений межплоскостных расстояний в гетероэпитаксиальной структуре.

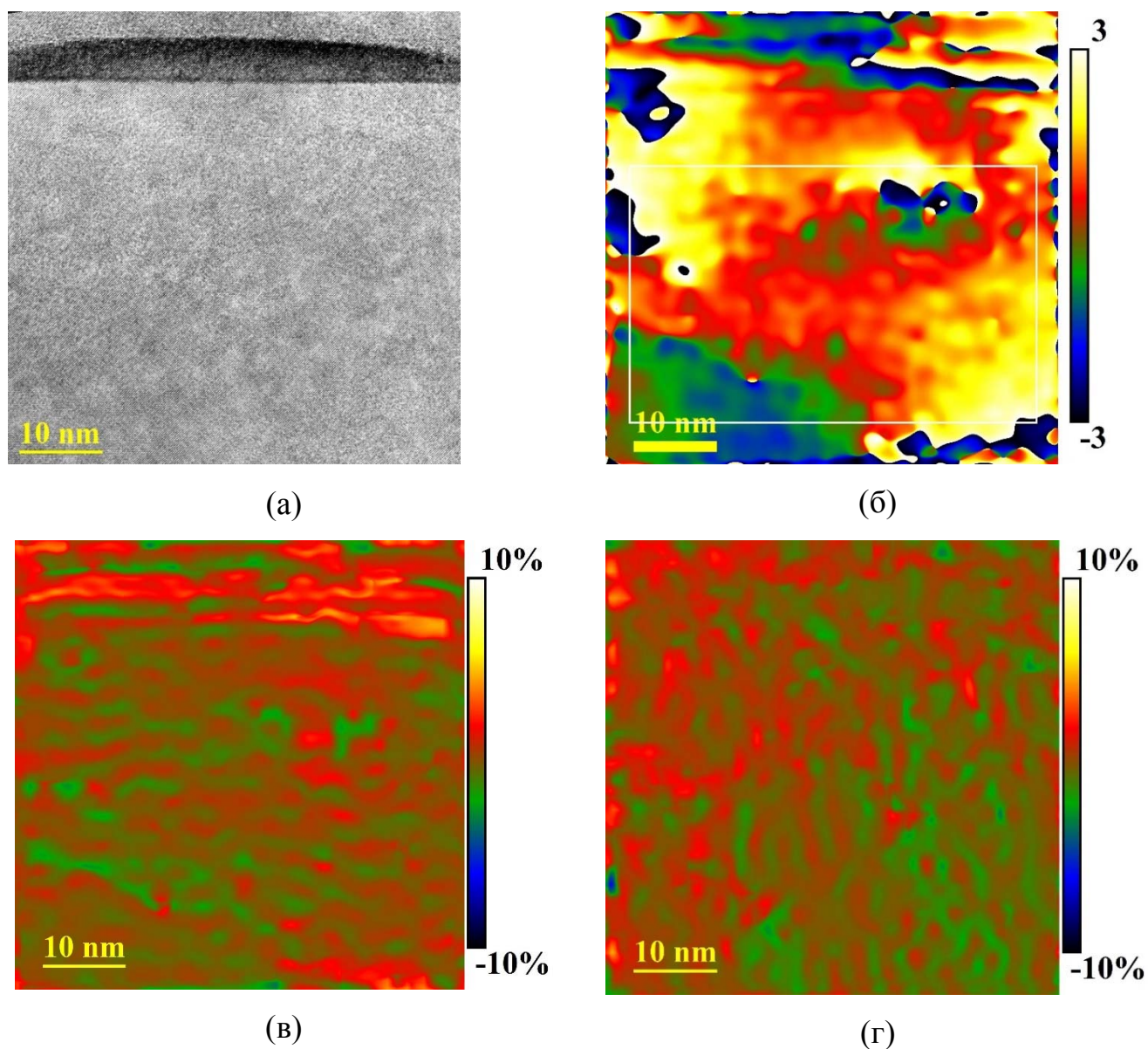


Рис. 2.43. (а) Снимок высокого разрешения подложки кремния, (б) картина полей фазовых сдвигов (реперная область отмечена белым прямоугольником) и карты полей деформаций в направлениях $[001]$ (в) и $[100]$ (г).

По реперной области, выбранной в глубине кремниевого монокристалла (рис. 2.43 б), оказалось возможным эмпирически определить среднеквадратичное отклонение измеренных методом геометрической фазы величин межплоскостных расстояний. По совокупности экспериментов его значение не превышало 0,5% от табличных значений для кремния.

Проверка измерений, выполненных с использованием метода геометрической фазы, осуществлялась при помощи нанодифракции. Последняя в данном случае представляла собой независимый по отношению к GPA-анализу метод определения межплоскостных расстояний в исследуемой структуре. Проверка осуществлялась следующим образом: в начале производилась фотосъёмка массива Ge(Si)-островков и его обработка при помощи метода геометрической фазы с учётом калибровки по подложке. Затем от каждого из островков фиксировалось не менее трёх электронограмм нанодифракции. Так же электронограммы в режиме нанодифракции фиксировались и от кремниевой подложки, выступавшей в качестве эталона с известными параметрами кристаллической решётки. Относительно неё измерялись деформации в гетероструктурах и определялись количественные значения межплоскостных расстояний. Эти результаты были обработаны статистическими методами и наложены на профили деформаций и межплоскостных расстояний, полученные методом геометрической фазы.

На рисунке 2.44 приведено одно из таких наложений. Можно видеть, что результаты измерений методом геометрической фазы качественно согласуются с данными нанодифракции.

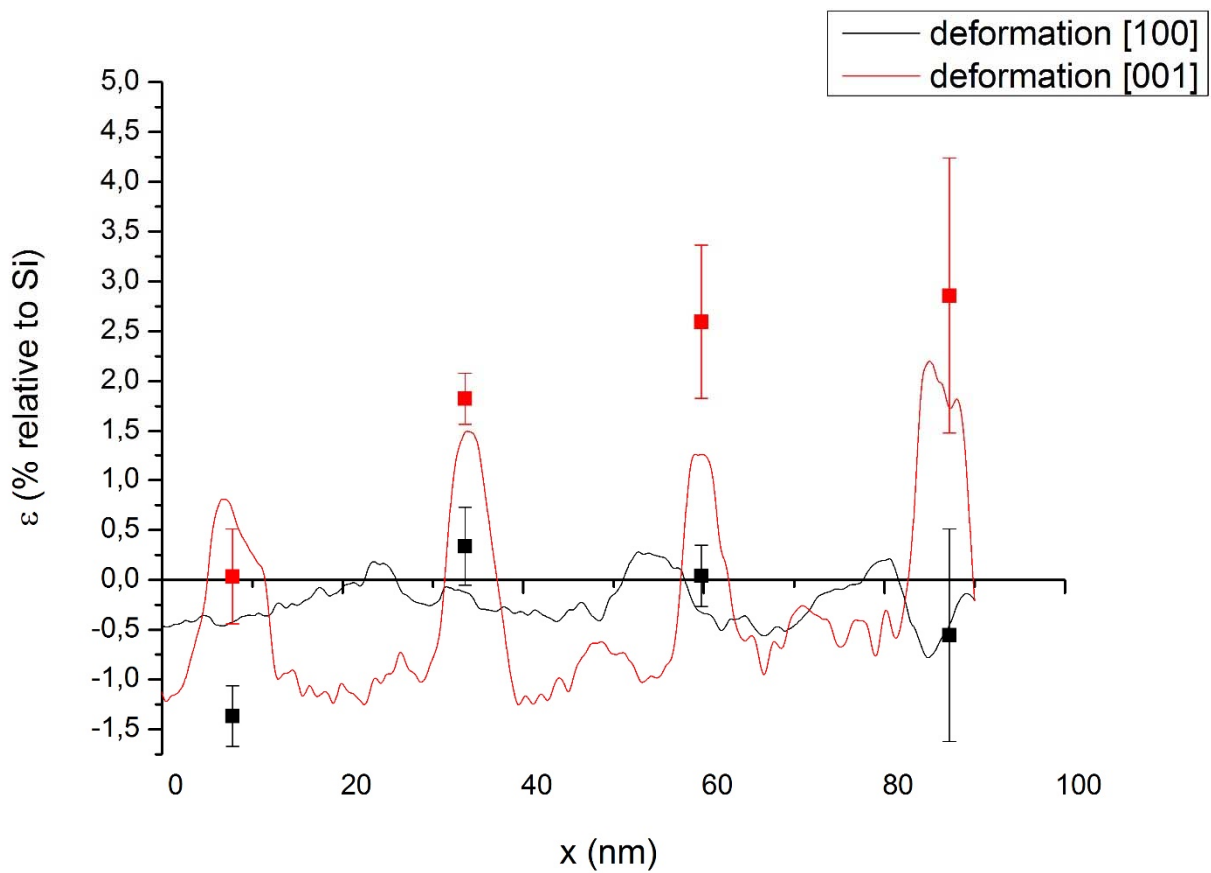


Рис. 2.44. Профиль деформаций массива Ge(Si)-островков, полученный методом геометрической фазы, совмещённый с результатами нанодифракции (точки на графике). Чёрный цвет соответствует деформация в направлении [100], красный – [001].

Некоторое расхождение количественных значений объясняется локальностью измерений деформаций методом нанодифракции, в то время как профиль деформаций, построенный методом геометрической фазы, является результатом усреднения по области размером в несколько десятков нанометров. На рисунке 2.43 (в) можно видеть, что поля деформаций в островке носят существенно неоднородный характер и локально могут достигать значительно больших величин, нежели среднее значение деформаций по всему островку.

Дополнительная проверка измерений, осуществляемых с помощью метода геометрической фазы, была выполнена на образце с пятью напряжёнными $\text{Ge}_{0.257}\text{Si}_{0.743}$ -слоями (рис. 2.45), выращенными при температуре 600°C .

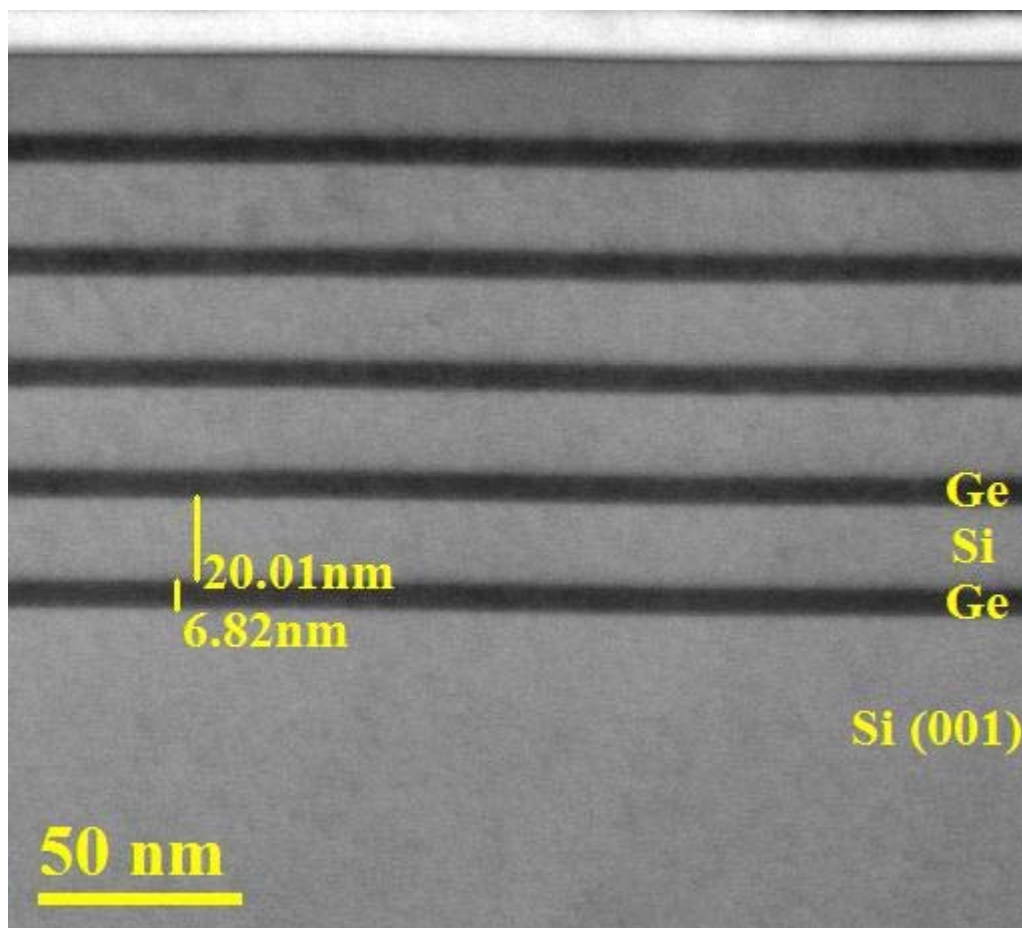


Рис. 2.45. СПЭМ-снимок структуры с 5-ю напряжёнными $\text{Ge}(\text{Si})$ -слоями.

Этот объект был исследован сразу тремя различными методиками структурных исследований – методом геометрической фазы (рис. 2.46), методом нанодифракции, и рентгеновской дифракции. Совмещённые профили деформаций показаны на рисунке 2.47. На лицо хорошее согласие результатов измерений, полученных с использованием различных инструментов. Кроме того, наши измерения согласуются с данными опубликованными другими исследовательскими группами [82].

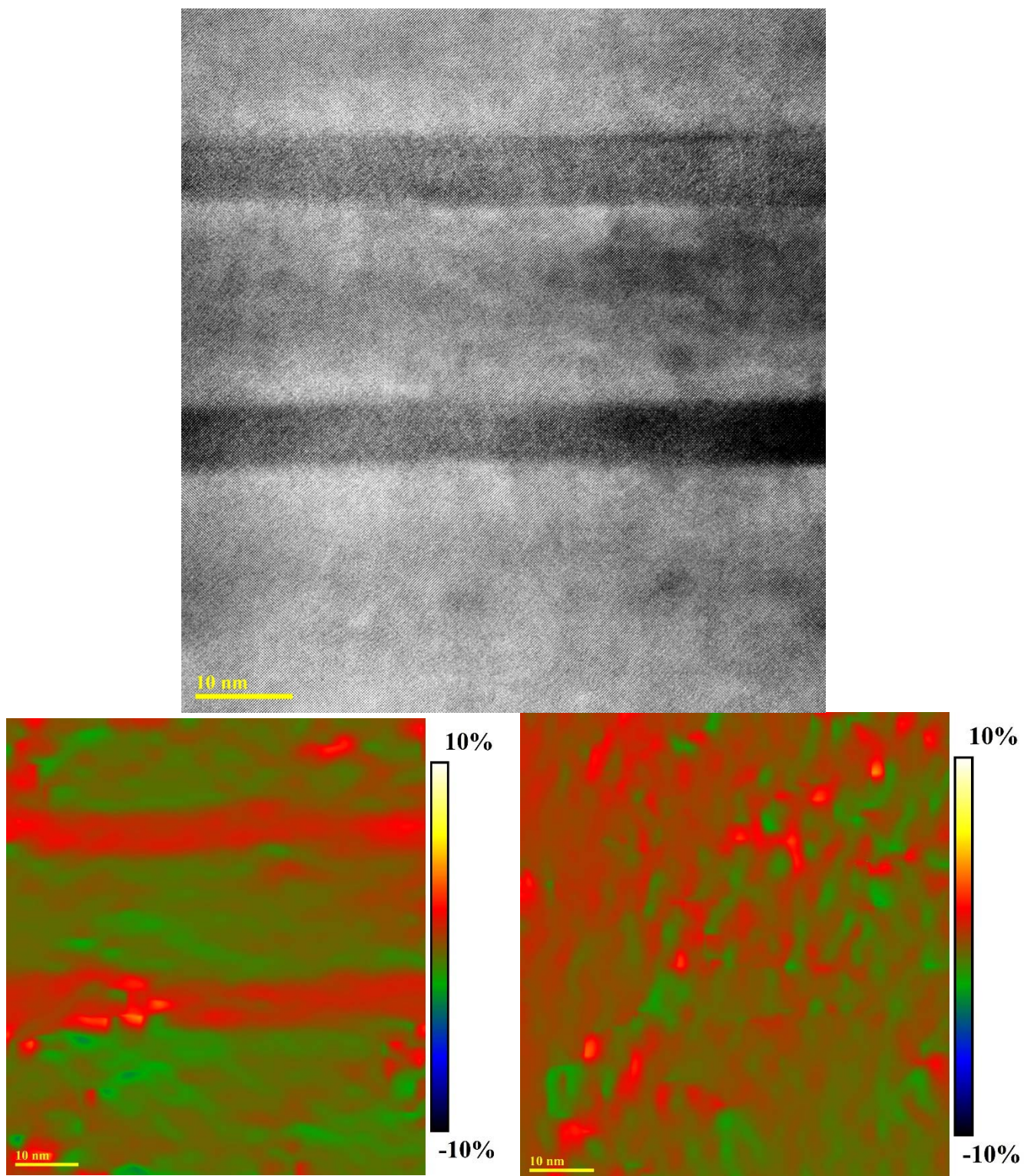
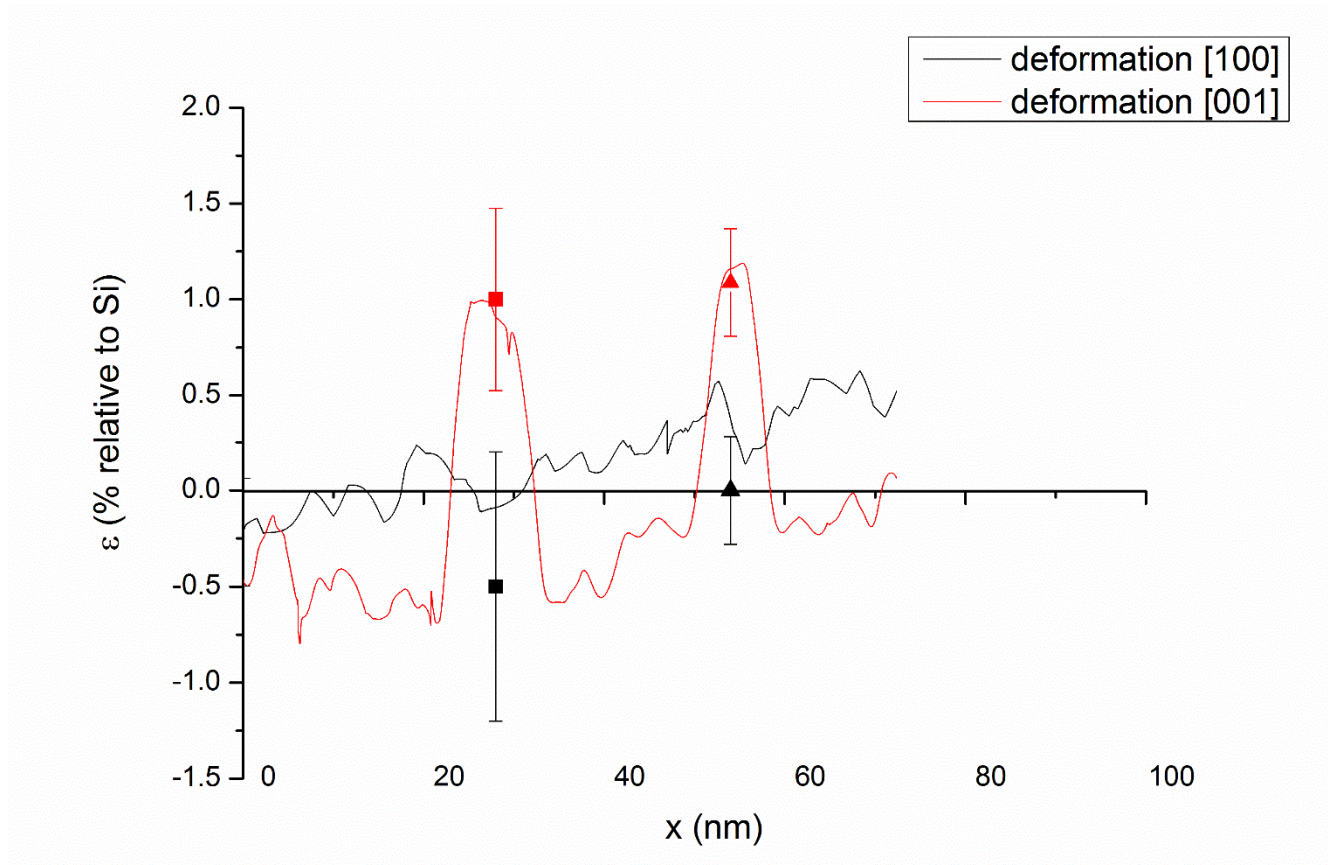


Рис. 2.46. а) Снимок высокого разрешения структуры, содержащей Ge(Si)-гетероэпитаксиальные слои. б) карта полей деформаций в направлении [001], в) карта полей деформаций в направлении [100].



Рас. 2.47. Профиль деформаций структуры, содержащей Ge(Si)-гетероэпитаксиальные слои. Точки-квадраты – данные нанодифракции, точки-треугольники – данные рентгеновской дифракции. Чёрный цвет соответствует деформация в направлении [100], красный – [001].

Измерение методом GPA упругих деформаций в исследованных структурах производилось относительно межплоскостных расстояний неискажённого монокристаллического кремния из подложки. Благодаря этому оказывается возможным определить межплоскостные расстояния в каждой точке деформационных карт, используя следующую формулу:

$$d = d_{Si} + \varepsilon \cdot d_{Si} \quad (2.45)$$

где d – искомое межплоскостное расстояние в конкретной точке исследуемой области, ε – упругая деформация в этой же точке, d_{Si} – межплоскостное расстояние кремния в соответствующем кристаллографическом направлении.

Таким образом, метод геометрической фазы, объединённый с маской для подавления артефактов типа «дислокация» и калибруемый по эталонной кристаллической решётке в подложке, позволяет достоверно измерять количественные значения величин межплоскостных расстояний и их относительные деформации.

2.6. Выводы

Проведённый в рамках настоящей главы сравнительный анализ показал, что метод геометрической фазы представляется наиболее информативным способом для исследования полей упругих деформаций в гетеронаноструктурах. С использованием эталонных объектов с его помощью возможно производить измерения межплоскостных расстояний с точностью не хуже $0,03\text{\AA}$.

Установлено, что непериодические колебания контраста на снимке высокого разрешения приводят к возникновению артефактов на картах полей деформаций, полученных с использованием метода геометрической фазы. Введение маски вида:

$$m_i(\vec{r}) = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{I_s - A_i / \max(A_i)}{I_d}\right)}$$

позволяет учесть влияние этого эффекта и обеспечивает получение достоверных картин деформационных полей в исследуемой области.

Глава 3. Метод профилирования напряжений в гетеронаноструктурах с использованием совокупности методов просвечивающей электронной микроскопии

В ряде работ [67] было показано, что распределение полей деформаций, возникающих над заращёнными Ge(Si)-наноструктурами типа dome, носит сложный характер. Для описания механизма их вертикального упорядочения в многослойных структурах уже не достаточно иметь информацию только лишь о распределении деформаций в исследуемом кристалле – требуется учёт тензорных упругих свойств исследуемого объекта. Аналогичная проблема имеет место и при объяснении эффекта влияния заращённых напряжённых Ge(Si)-слоёв на процесс эпитаксиального осаждения последующих гетерослоёв [86, 87].

Соответствующие уточнения способен дать расчёт напряжений, накапливаемых кремниевым кристаллом за счёт внедрения в него Ge(Si)-наноструктура. Согласно теоретической работе [44] толщина покровного слоя кремния, при которой происходит полная релаксация механических напряжений в его кристаллической решётке, может быть определена как максимальная дистанция, на которой возможно вертикальное упорядочение наноструктур.

Для определения напряжений в кристаллической решётке необходимо в каждой точке исследуемой области поперечного среза гетероэпитаксиальной структуры иметь информацию о составе и межплоскостных расстояниях. Решить данную задачу возможно, согласовав между собой несколько методов просвечивающей электронной микроскопии. В нашем случае для этого использовалась совокупность методов геометрической фазы, электронно-зондовой энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) и профилирования Z-контраста на снимках тёмного поля сканирующего просвечивающего электронного микроскопа (СПЭМ). При этом более перспективным представляется объединение метода геометрической фазы и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (EELS). Преимущества последнего подхода объясняются тем, что он позволяет получать снимки атомного разрешения и карты распределения состава в одном и том же

режиме просвечивающего электронного микроскопа, без изменения его юстировок. Это имеет принципиальное значение для обеспечения прецизионного наложения карт распределения состава и деформаций при проведении расчётов напряжений в исследуемой структуре. Также наличие согласованных карт распределения состава и деформаций позволяет получать не только профили напряжения, но и строить карты их распределений.

В нашем случае профилирование напряжений осуществлялось следующим образом: вначале на фотоплёнку фиксировался снимок атомного разрешения от массива вертикально связанных островков и по нему производилось картирование деформационных полей при помощи метода геометрической фазы. Затем микроскоп переводился в режим сканирования и фиксировался СПЭМ-снимок того же массива в темном поле. По этой же области производилось профилирование состава при помощи системы энергодисперсионного рентгеновского микроанализа. Затем следуя методике, описанной и обоснованной в работе [88], производилась нормировка профиля интенсивности Z-контраста по данным EDX о концентрации Ge в исследуемых структурах. Наконец было осуществлено наложение этого профиля элементного состава на профиль деформаций, полученный методом геометрической фазы. Способ расчёта напряжений и использованные для этого подходы подробно изложены ниже.

3.1. Энергодисперсионный электронно-зондовый рентгеновский анализ

Энергодисперсионный электронно-зондовый рентгеновский анализ основан на регистрации энергетических спектров характеристического рентгеновского излучения (ХРИ), возбуждаемого высокоэнергетичными электронами. В нашем случае для этих целей использовался просвечивающий электронный микроскоп в режиме сканирования. Для количественного определения концентрации конкретного химического элемента производится сопоставление интенсивности его спектральной линии ХРИ с интенсивностью той же линии в области образца с известным составом.

При исследовании структур методами просвечивающей электронной микроскопии большая часть электронов проходит сквозь образец либо без рассеяния, либо претерпевает дифракцию под малыми углами. При этом пространственное разрешение EDX-анализа зависит в основном от диаметра электронного зонда. Во всех экспериментах в рамках настоящей работы нами использовался электронный пучок с диаметром 0,7 нм.

3.1.1. Принцип действия кремний-дрейфового энергодисперсионного детектора X-MAX

EDX-детектор преобразует энергию каждого отдельного кванта рентгеновского излучения в напряжение пропорционального размера. Это результат достигается в три этапа. Во-первых, рентгеновский квант преобразуется в заряд ионизации атомов в полупроводниковом кристалле. Во-вторых, этот заряд преобразуется в напряжение с помощью предварительного усилителя на полевом транзисторе. Наконец, сигнал напряжения направляется в импульсный процессор для измерения. Выход от предварительного усилителя представляет собой изменение напряжения на затворе полевого транзистора, где каждый рентгеновский квант появляется в качестве шага изменения напряжения (рис. 3.2, 3.3). EDS детекторы предназначены для преобразования энергии рентгеновских лучей в напряжение с максимально возможной точностью. Для регистрации квантов рентгеновского излучения с низкой энергией к детектору предъявляются высокие требования по помехозащищённости. Кремниевый дрейфовый детектор (SDD) изготовлен из высокочистого бездефектного кремния. На лицевой стороне этого кристалла перед входящими рентгеновскими лучами напылён контакт большой площади. На противоположной стороне имеет место небольшой анодный контакт, окруженный несколькими концентрическими дрейфовыми электродами (рис. 3.1).

Когда детектор подвергается облучению, в кремнии образуются электрон-дырочные пары. Дырки ведут себя как свободные положительные заряды в датчике.

Электроны дрейфуют к аноду за счет градиента поля между анодом и кольцевыми электродами.

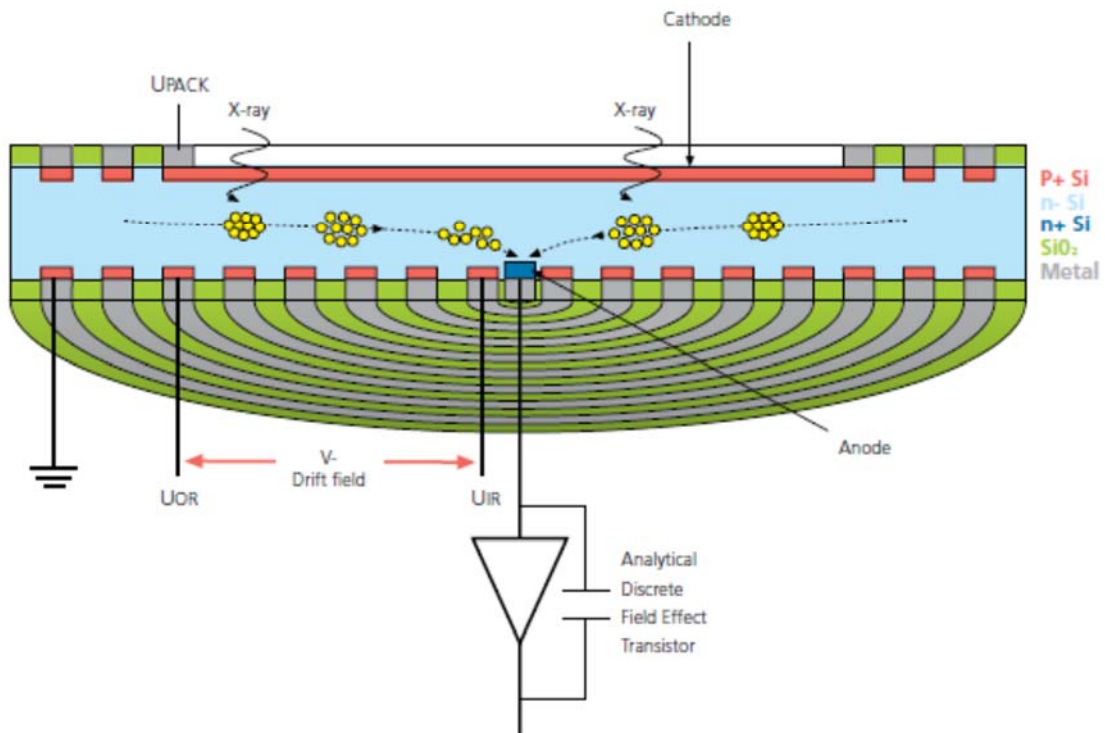


Рис. 3.1. Конструкция и принцип работы кремниевого дрейфового детектора. Рисунок адаптирован из [83].

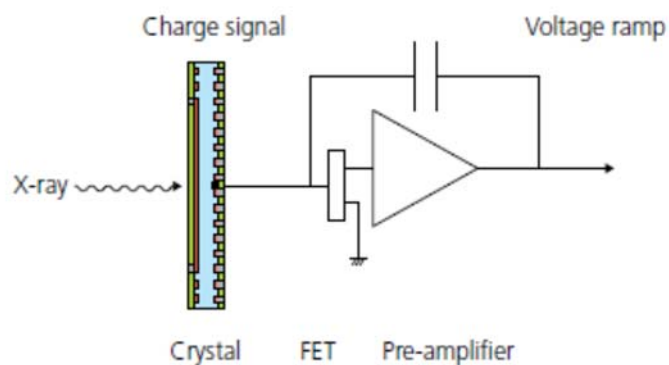


Рис. 3.2. Схема соединения SDD с предварительным усилителем на полевом транзисторе и конденсаторе обратной связи [83].

Заряд, накапливаемый на аноде, преобразуется в напряжение на полевом транзисторе (рис. 3.2). Во время этой операции, заряд накапливается на конденсаторе обратной связи. Все это происходит скачками во время каждого попадания на датчик рентгеновского кванта. Заряд на конденсаторе должен периодически обнуляться, чтобы предотвратить насыщение предварительного усилителя.

Форма волны на выходе проявляет колебания из-за шума, что определяет предел того, насколько точно может быть измерен каждый рентгеновский квант. Шум влияет на ширину рентгеновских пиков, особенно при низких энергиях. Шум влияет на коэффициент усиления полевого транзистора, входную емкость и ток утечки.

Заряд, создаваемый единичным рентгеновским фотоном, появляется в выходном сигнале усилителя как шаг напряжения на линейно увеличивающейся вольтовой шкале (рис. 3.3). Работа импульсного процессора заключается в точном измерении энергии входящего рентгеновского фотона, и присвоении ему цифрового сигнала, рассчитанного в соответствующем канале в компьютере.

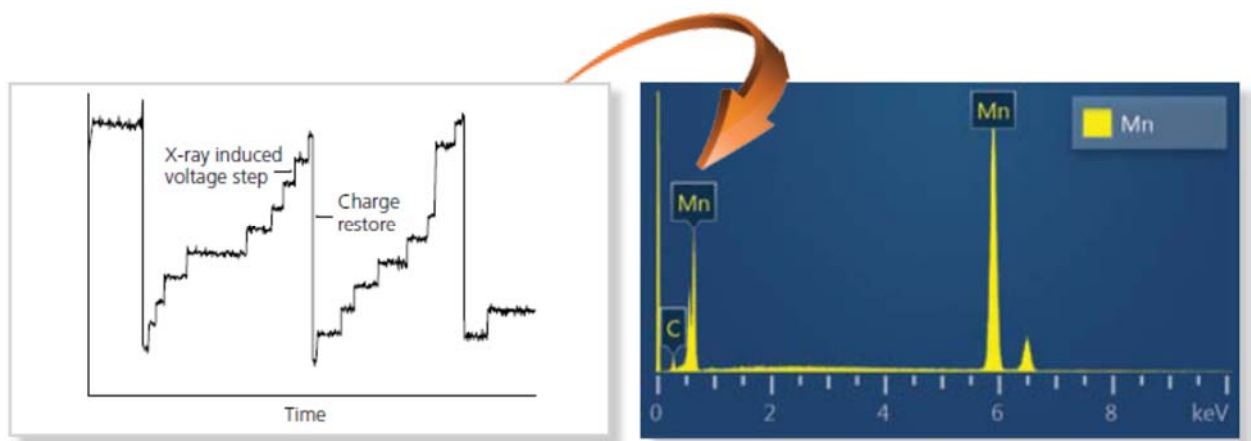


Рис. 3.3. Детектирование импульсов рентгеновских квантов и их преобразование в EDX-спектр [83].

3.1.2 Количественный рентгеноспектральный анализ, коэффициент Клиффа-Лоримера

Когда образец является тонким (условие действия кинематического приближения для рассеяния электронов), детектируемое характеристическое излучение элемента А может быть получено из уравнения (3.1) в виде:

$$N_A = \frac{(I\sigma_A\omega_A\rho_A N_0\rho C_A t\Omega\varepsilon_A)}{4\pi M_A} \quad (3.1)$$

где I – интенсивность падающего электронного пучка; C – концентрация элементов (вес, %); σ – поперечное сечение ионизации; t – толщина образца; ω – выход флуоресцентного излучения; Ω – телесный угол детектора; p – анализируемая доля генерируемого характеристического рентгеновского излучения; ε – эффективность детектирования; N_0 – число Авогадро; M – атомный номер; ρ – плотность.

Таким образом, отношение интенсивностей характеристического излучения от элементов А и В в соединении А–В определяется формулой:

$$N_A/N_B = \frac{(\sigma_A\omega_A\rho_A C_A\varepsilon_A M_B)}{(\sigma_B\omega_B\rho_B C_B\varepsilon_B M_A)} \quad (3.2)$$

Отношение концентрации (вес, %) элементов А и В (C_A/C_B) определяется отношением интенсивностей рентгеновского излучения N_A/N_B как

$$C_A/C_B = \left[\frac{(\sigma_B\omega_B\rho_B C_B\varepsilon_B M_A)}{(\sigma_A\omega_A\rho_A C_A\varepsilon_A M_B)} \right] \cdot (N_A/N_B) \quad (3.3)$$

где k_{AB} – так называемый k-фактор либо коэффициент Клиффа–Лоримера [5] определяется как

$$k = \left[\frac{(\sigma_B\omega_B\rho_B C_B\varepsilon_B M_A)}{(\sigma_A\omega_A\rho_A C_A\varepsilon_A M_B)} \right] \quad (3.4)$$

Из уравнения (3.3) видно, что соотношение концентрации элементов, входящих в образец, определяется интенсивностями рентгеновского излучения и k-фактором. Отношение атомных концентраций по аналогии определяется выражением:

$$C'_A/C'_B = \left[\frac{(\sigma_B\omega_B\rho_B\varepsilon_B)}{(\sigma_A\omega_A\rho_A\varepsilon_A)} \right] \cdot (N_A/N_B) = k'_{AB} (N_A/N_B) \quad (3.5)$$

показывающим, что отношение определяется фактором $k_{ав}$.

Для анализа элементного состава массивного образца с помощью электронно-зондового микроанализатора необходимо пользоваться так называемым методом ZAF-коррекции, т.е. необходимо учитывать различие в рассеянии электронов, обусловленном атомным номером (Z), влиянием поглощения рентгеновского излучения (A) и изменением интенсивности вследствие выхода флюоресценции (F).

Поскольку с помощью уравнения (3.3) можно определять элементный состав соединения, очевидно, что точность количественного элементного анализа зависит от точности определения k -фактора. Существует два пути определения k -фактора: один из них это расчет на основе теоретических формул, второй – экспериментальное определение с помощью эталонных образцов с известным элементным составом.

Для теоретического расчета k -фактора используется следующее уравнение поперечного сечения ионизации:

$$\sigma = \frac{6,51 \times 10^{-20}}{E_c^2 U^{d_s}} \cdot n_s b_s \ln(c_s U), \quad (3.6)$$

где n – число электронов в данной оболочке (т.е. 2, 8 и 18 для К, L и М оболочек); U – отношение энергии падающего электрона E к энергии ионизации E_c , называемое перенапряжением; b_s , C_s и d_s – параметры, полученные для К, L и М оболочек. Используемая в настоящей работе система электронного микроанализа укомплектована программным обеспечением INCA TEM Energy, содержащим расчетное значение k -фактора для различных элементов. С помощью такого программного обеспечения легко определять элементный состав по формуле (3.3). Также эта программа может рассчитывать интенсивность каждого из пиков ХРИ для перекрывающихся линий рентгеновского спектра [78].

Для экспериментального расчета k -фактора необходимо подготовить эталонный образец с известным составом, который, будет близок к составу анализируемого образца. При наличии такого эталона ошибка в определении элементного состава не будет превышать нескольких атомных процентов [78].

В рамках настоящей работы профилирование элементного состава поперечного среза структур с массивами Ge(Si)-наностроек производилось в СПЭМ-режиме при помощи рентгеновского энергодисперсионного детектора X-max (Oxford instruments), смонтированного на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F.

В качестве эталона для уточнения калибровок k-фактора нами была использована структура, специально выращенная для этой цели. Её СПЭМ-снимок приведен на рисунке 3.4 а. При проведении количественных измерений состава наностроек этот образец вклеивался в ПЭМ-диски в качестве спутника к исследуемой структуре. На рисунках 3.4б показан профиль состава для этой структуры.

В глубине этой структуры, под массивом наностроек, был захоронен псевдоморфный слой с 30% содержанием Ge (состав оценивался исходя из ростовых параметров), а на поверхности был нанесён аморфный слой $\text{Ge}_{0.4}\text{Si}_{0.6}$.

Состав поверхностного германий-кремниевого слоя исследуемой структуры уточнялся методом электронной Оже-спектроскопии (EOS), являющейся аттестованной методикой для определения концентрации Ge и Si [сертификат Российского федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений #1.31.2011.11150]. По её данным производилось уточнение калибровки EDX спектрометра и k-факторов для Ge и Si. Это позволило свести относительную ошибку определения состава Ge(Si) в островках до 5%.

Соответствующие калибровки были выполнены для всех структур, исследовавшихся в рамках настоящей работы.

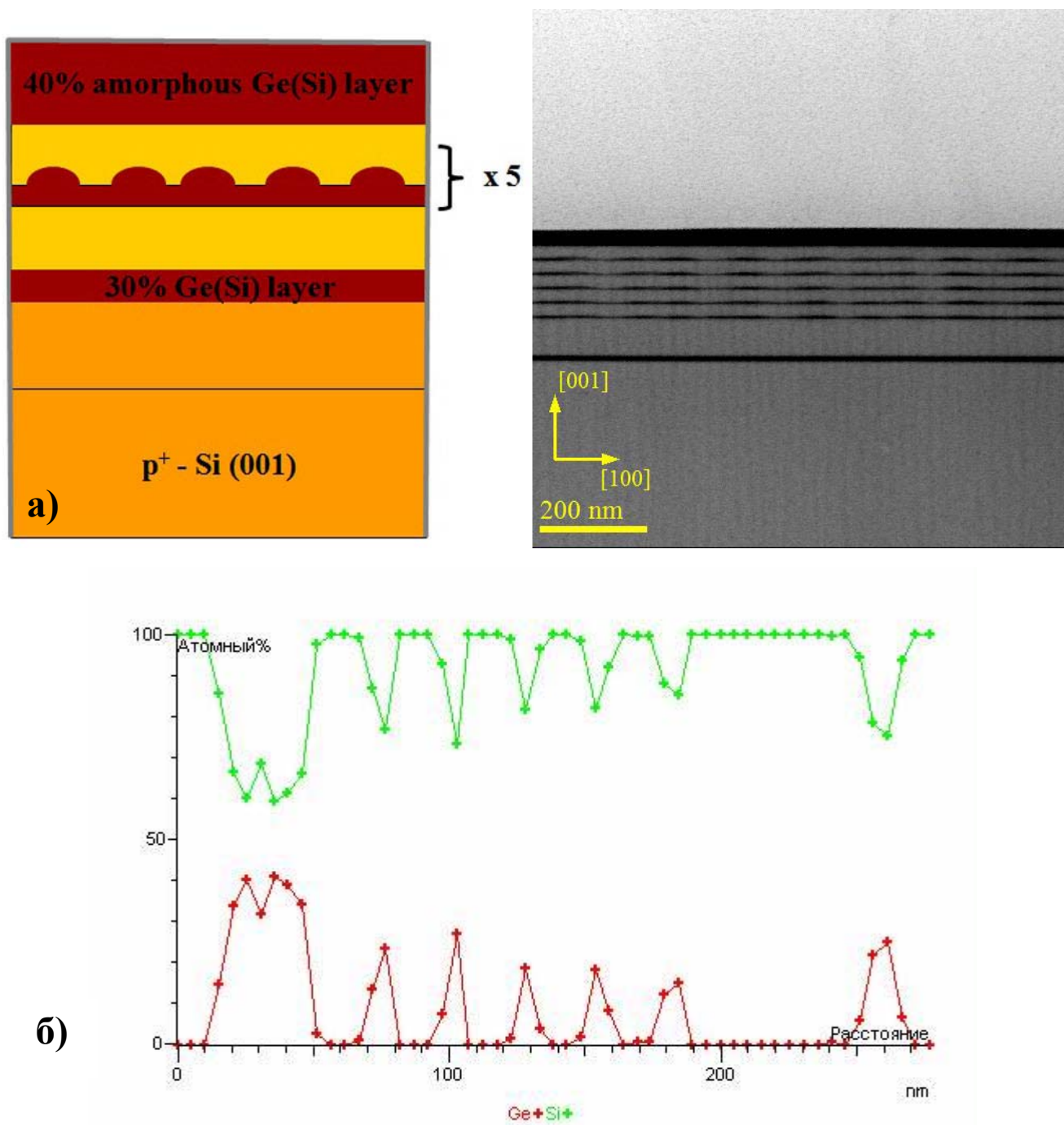


Рис. 3.4. а) Структура, содержащая эталонные слои для количественного измерения состава Ge(Si)-наноостровков, б) профиль её элементного состава.

3.2. Метод профилирования элементного состава по Z-контрасту

Энергодисперсионный анализ успешно позволяет решать задачу по определению соотношения элементов на поперечном срезе полупроводниковых структур. Однако пространственное разрешение при построении профилей элементного состава при помощи этого метода существенно ограничено шагом системы позиционирования электронного зонда сканирующего просвечивающего электронного микроскопа. В нашем случае шаг измерений при EDX-анализе не может быть меньше 1 нм. Для повышения пространственного разрешения при профилировании элементного анализа нами был использован метод Z-контраста. Этот метод основан на наличии прямой связи между составом полупроводниковой структуры и темнопольным контрастом на её СПЭМ-снимках.

Темнопольный контраст возникает за счёт того, что упруго рассеянные электроны распределяются в широком интервале углов рассеяния, в то время как не упруго рассеянные электроны распределяются в узком интервале углов рассеяния. Таким образом, селекция упруго рассеянных электронов может быть произведена путем детектирования электронов, рассеянных на высокие углы. Поскольку распределение рассеянных электронов, за исключением брэгговского рассеяния, обладает симметрией вращения, то для обеспечения высокой эффективности детектирования используется детектор кольцевой формы. При этом не регистрируются электроны, прошедшие без рассеяния, находящиеся в центре картины электронной дифракции.

На рисунке 3.6 показан принцип формирования темнопольного контраста. В соответствии с работой Пенникока и др. [78] частичное поперечное сечение рассеяния распределения электронов в кольцевой области, покрываемой кольцевым детектором, может быть получено интегрированием интенсивности резерфордского рассеяния в пределах угла рассеяния от θ_1 до θ_2 .

$$\sigma_{\theta_1\theta_2} = \left(\frac{m}{m_0}\right)^2 \frac{Z^2\lambda^2}{4\pi^3 a_0^2} \left(\frac{1}{\theta_1^2 + \theta_0^2} - \frac{1}{\theta_2^2 + \theta_0^2} \right) \quad (3.7)$$

где m – масса электрона, λ – длина волны электрона, m_0 – масса покоя электрона, a_0 – радиус Бора, Z – атомный номер и q_0 – угол рассеяния.

Когда число атомов в единице объёма равно N , то интенсивность рассеяния I_s может быть выражена в виде:

$$I_s = \sigma_{\theta_1\theta_2} \cdot NtI \quad (3.8)$$

где I – интенсивность падающих электронов.

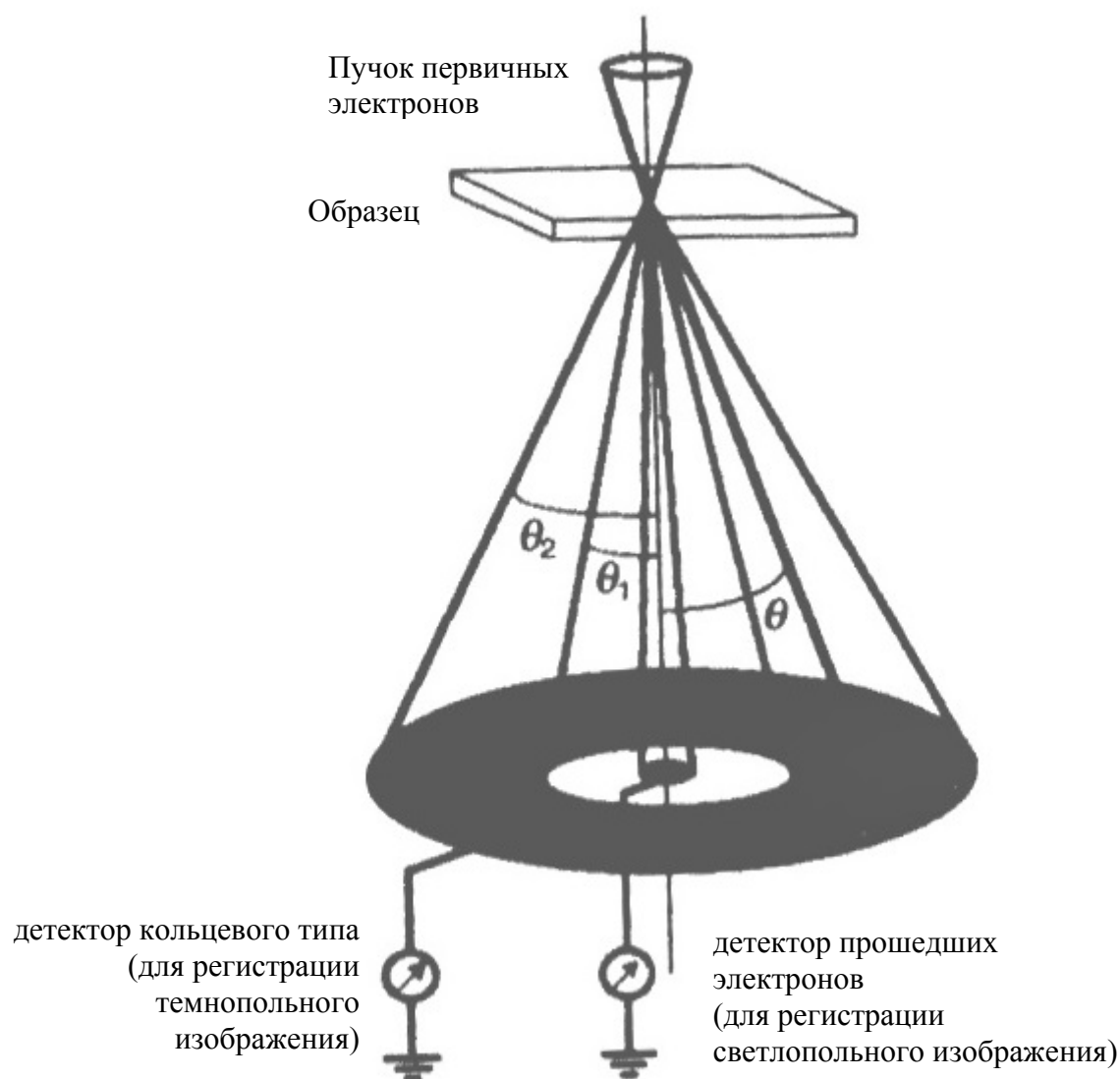


Рис. 3.5. Принцип темнопольной просвечивающей растровой электронной микроскопии с регистрацией высокоугловых прошедших электронов.

Из уравнений (3.7) и (3.8) видно, что интенсивность сигнала темнопольного детектора пропорциональна квадрату атомного номера Z . В результате, контраст темнопольного изображения, напрямую зависящий от Z , называют Z -контрастом.

Поскольку изображение формируется некогерентными электронами, в отличие от обычных изображений, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, или светлопольной просвечивающей растровой электронной микроскопии, интерпретация темнопольного изображения является сравнительно простой. Более светлый контраст на изображении прямо указывает на присутствие более тяжёлых элементов в структуре образца (при условии его равномерной толщины в области исследования). Для количественного профилирования состава Ge(Si)-структур при помощи Z -контраста его интенсивность на СПЭМ-снимке необходимо нормировать на максимальное содержание германия в исследуемом объекте. Для этого используются данные энергодисперсионной спектроскопии. В результате объединения этих двух методов оказывается возможным достижение высокого пространственного разрешения при определении состава Ge(Si)-гетеронаноструктур.

Описанные выше операции были проведены для структуры показанной на рисунке 3.4 а. В результате был построен профиль элементного состава с разрешением, аналогичным разрешению ПЭМ-снимка высокого разрешения. Результат приведён на рис. 3.6.

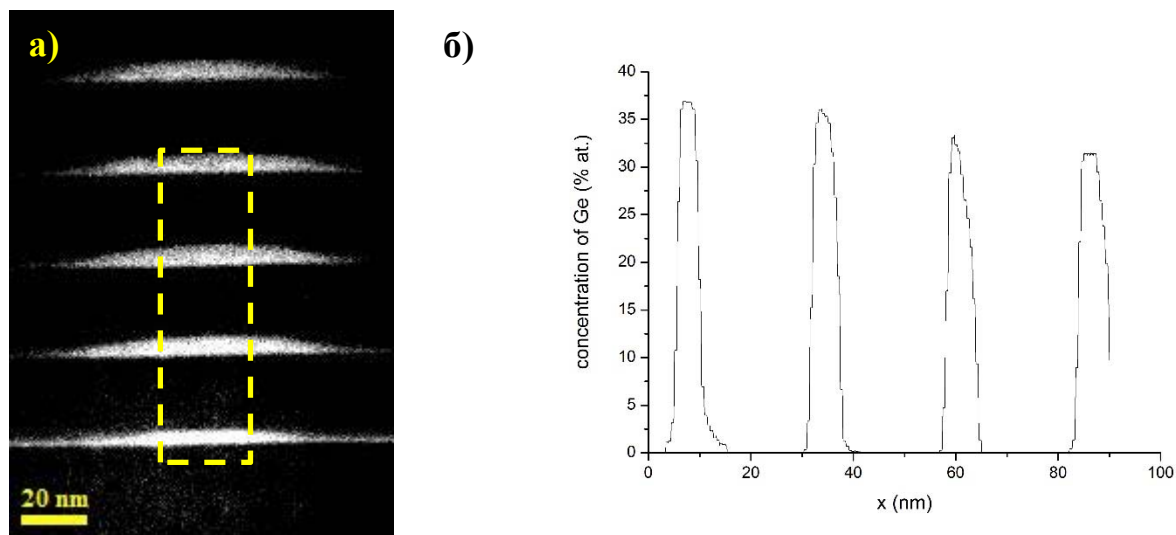


Рис. 3.6. (а) Темнопольное СПЭМ-изображение массива Ge(Si)-наноостровков в кремниевой матрице. (б) Профиль интенсивности Z-контраста по области выделенной жёлтым контуром, нормированный на концентрацию германия, определённую при помощи энергодисперсионного анализа.

Благодаря такому увеличению пространственного разрешения стало возможным согласовать между собой для одной и той же области исследуемой структуры профили распределения элементного состава с профилями деформаций, полученными методом геометрической фазы. Это в свою очередь позволило производить расчёты механических напряжений.

3.3. Математический аппарат для расчёта механических напряжений в гетеронаноструктурах на основании данных просвечивающей электронной микроскопии

Механические напряжения, оказываемые на элементарную ячейку полупроводника могут быть описаны в приближении бесконечно малого параллелепипеда, который мысленно был вырезан из анизотропного кристалла. В соответствии с теорией упругости [90] такой параллелепипед можно назвать элементарным объёмом, обозначения различных компонент напряжений для него показаны на рисунке 3.7.

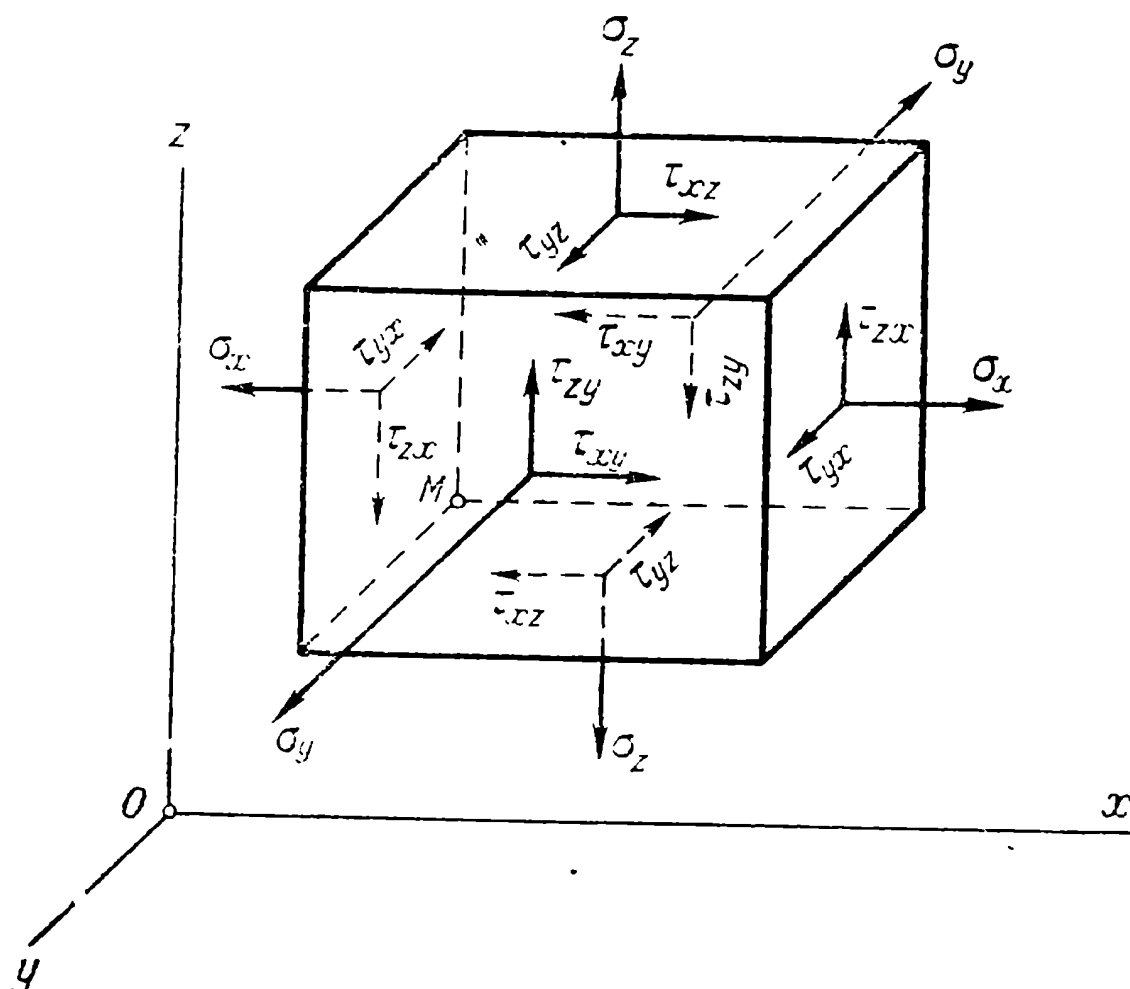


Рис. 3.7. Обозначения компонент напряжений по граням бесконечно малого параллелепипеда, вырезанного возле заданной точки [90].

Запишем все напряжения, определяющие собой напряжённое состояние в рассматриваемой точке в виде следующей матрицы:

$$T_H = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z \end{pmatrix} \quad (3.8)$$

Записанную таким образом матрицу называют тензором напряжений. В него входят как компоненты напряжений, связанные с изменением объёма элементарной ячейки, так и компоненты, приводящие к изменению её формы.

$$T_H = T_H^0 + D_H \quad (3.9)$$

где T_H^0 – тензор напряжений, характеризующий напряжённое состояние элементарного объёма, изображённого на рисунке 3.7.

$$T_H^0 = \begin{pmatrix} \sigma'_x & 0 & 0 \\ 0 & \sigma'_y & 0 \\ 0 & 0 & \sigma'_z \end{pmatrix} \quad (3.10)$$

а D_H – тензор-девиатор, или девиатор напряжений, описывающий напряжения, приводящие к изменению формы элементарного объёма.

$$D_H = \begin{pmatrix} \sigma_x - \sigma'_x & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_y - \sigma'_y & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_z - \sigma'_z \end{pmatrix} \quad (3.11)$$

Если деформация бесконечно мала и однородна, а также можно пренебречь изменением формы элементарного объёма, то для анизотропных твёрдых тел каждая компонента тензора напряжения линейно связана со всеми компонентами тензора деформаций [91, 92]. Математически этот закон Гука для монокристаллов запишется:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (3.12)$$

где C_{ijkl} – тензор упругой жёсткости, имеющий в общем случае 81 компоненту. При этом, так как тензор напряжения является симметричным, то из 81 компонент C_{ijkl} независимыми будут только 36 [91], а в матричной записи двойное сочетание $ij = m$ ($ij = 1, 2, 3$) и $kl = n$ ($kl = 1, 2, 3$) заменится одним индексом от 1 до 6.

В такой записи компоненты напряжений и деформаций имеют вид

$$\begin{vmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{vmatrix} \rightarrow \begin{pmatrix} \sigma_1 & \sigma_6 & \sigma_5 \\ \sigma_6 & \sigma_2 & \sigma_4 \\ \sigma_5 & \sigma_4 & \sigma_3 \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

$$\begin{vmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{vmatrix} \rightarrow \begin{pmatrix} \varepsilon_1 & 1/2 \varepsilon_6 & 1/2 \varepsilon_5 \\ 1/2 \varepsilon_6 & \varepsilon_2 & 1/2 \varepsilon_4 \\ 1/2 \varepsilon_5 & \varepsilon_4 & \varepsilon_3 \end{pmatrix} \quad (3.14)$$

$$\sigma_i = \sum_{j=1}^6 C_{ij} \varepsilon_j \quad \text{при } i, j = 1 \dots 6 \quad (3.15)$$

$$C_{ij} = \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{vmatrix} \quad (3.16)$$

Полное число упругих констант сокращается в зависимости от симметрии кристалла. Так для кубической симметрии оно равно 3 поскольку:

1. Симметрия куба обуславливает одинаковость характеристик кубических кристаллов вдоль осей координат

$$C_{11} = C_{22} = C_{33} \quad (3.17)$$

2. Вдоль пространственных диагоналей направлены оси симметрии третьего порядка, т. е.

$$C_{44} = C_{55} = C_{66} \quad (3.18)$$

$$C_{12} = C_{23} = C_{13}$$

3. Вращательные компоненты сил не могут привести к растяжению куба, поэтому

$$C_{41} = C_{51} = C_{61} = C_{42} = C_{52} = C_{62} = C_{43} = C_{53} = C_{63} \quad (3.19)$$

4. Силы, действующие на площадку перпендикулярную оси z , не могут изменить угол между осями z и x , т. е.

$$C_{45} = C_{46} = C_{56} \quad (3.20)$$

Следовательно, для кубической системы имеем следующую связь между компонентами тензоров напряжений и деформации.

$$C_{ij} = \begin{vmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{vmatrix} \quad (3.21)$$

Теперь применим эти уравнения к исследуемым в рамках настоящей работы гетероэпитаксиальным наноструктурам. Выберем за направление x кристаллографическое направление $[100]$, за направление y – $[010]$, за z – $[001]$. В качестве элементарного объёма выберем объём элементарной ячейки кремния. Тогда уравнение 3.12 примет вид:

$$\begin{cases} \sigma_{[100]} = C_{11}\varepsilon_{[100]} + C_{12}\varepsilon_{[010]} + C_{12}\varepsilon_{[001]} \\ \sigma_{[001]} = C_{12}\varepsilon_{[100]} + C_{12}\varepsilon_{[010]} + C_{11}\varepsilon_{[001]} \end{cases} \quad (3.22)$$

где ε и σ – относительная деформация и напряжения в соответствующих направлениях, C_{11} и C_{12} – коэффициенты упругой жёсткости для германий-кремниевого твёрдого раствора в каждой конкретной точке исследуемой структуры. Их расчёт производился на основе модели, опубликованной в работе [93], где было показано, что механические характеристики кремний-германиевого сплава изменяются по линейному закону. Численные значения коэффициентов упругой жёсткости для кремния и германия были взяты из работы [91].

Полагая что упругие деформации и напряжения в латеральных направлениях $[100]$ и $[010]$ одинаковы:

$$\begin{cases} \sigma_{[100]} = (C_{11} + C_{12})\varepsilon_{[100]} + C_{12}\varepsilon_{[001]} \\ \sigma_{[001]} = (C_{12} + C_{12})\varepsilon_{[100]} + C_{11}\varepsilon_{[001]} \end{cases} \quad (3.23)$$

Относительная деформация в этой системе определяется как:

$$\varepsilon_{[001]} = \frac{a_{[001]} - a_{GeSi}}{a_{GeSi}} \quad (3.24)$$

$$\varepsilon_{[100]} = \varepsilon_{[010]} = \frac{a_{[100]} - a_{GeSi}}{a_{GeSi}} \quad (3.25)$$

где a_{GeSi} – параметр элементарной ячейки ненапряженного Ge(Si) твёрдого раствора с составом, соответствующим составу в конкретной точке на поперечном срезе структуры. Его определение осуществлялось из закона Вегарда [94] и на основании данных об элементном составе, полученных с использованием метода, описанного в разделе 3.2. $a_{[100]}$ и $a_{[001]}$ – параметры элементарной ячейки, определённые при помощи метода геометрической фазы согласно методике, описанной во второй главе настоящей диссертации.

Для сопоставления рассчитываемых нами величин с теоретическими моделями, опубликованными в работах [58, 60], была также рассчитана полная энергия упругодеформированной элементарной ячейки

$$dW = \sum_{ik} \sigma_{ik} d\varepsilon_{ik} \text{ при } (i, k = 1, 2, 3) \quad (3.26)$$

подставив выражение 3.12

$$dW = C_{ik} \varepsilon_i d\varepsilon_k \quad (3.27)$$

и произведя интегрирование, получим

$$W = \frac{1}{2} C_{ik} \varepsilon_i \varepsilon_k \quad (3.28)$$

Для кубического кристалла с учётом тензора деформаций ε , имеем

$$\begin{aligned} W = & \frac{1}{2} C_{11} (\varepsilon_{[100]}^2 + \varepsilon_{[010]}^2 + \varepsilon_{[001]}^2) \\ & + \frac{1}{2} C_{12} (\varepsilon_{[100]} \varepsilon_{[001]} + \varepsilon_{[100]} \varepsilon_{[010]} + \varepsilon_{[010]} \varepsilon_{[001]}) \end{aligned} \quad (3.29)$$

С учётом того, что в одной элементарной ячейке содержится 8 атомов, то энергия, приходящаяся на один атом кремния, будет рассчитана как:

$$W_{\text{атом}} = \frac{1}{8} W \quad (3.30)$$

3.4. Измерение напряжений в псевдоморфных GeSi-слоях в кремниевой матрице

Используя совокупность описанных выше методов нами было осуществлено профилирование напряжений в захороненных псевдоморфных GeSi-слоях, выращенных при температуре 500°C с содержанием германия $25,3 \pm 0.8$ ат.%. На рисунках ниже приведены ПЭМ-изображения исследуемой структуры, а также профили деформаций и напряжений в них.

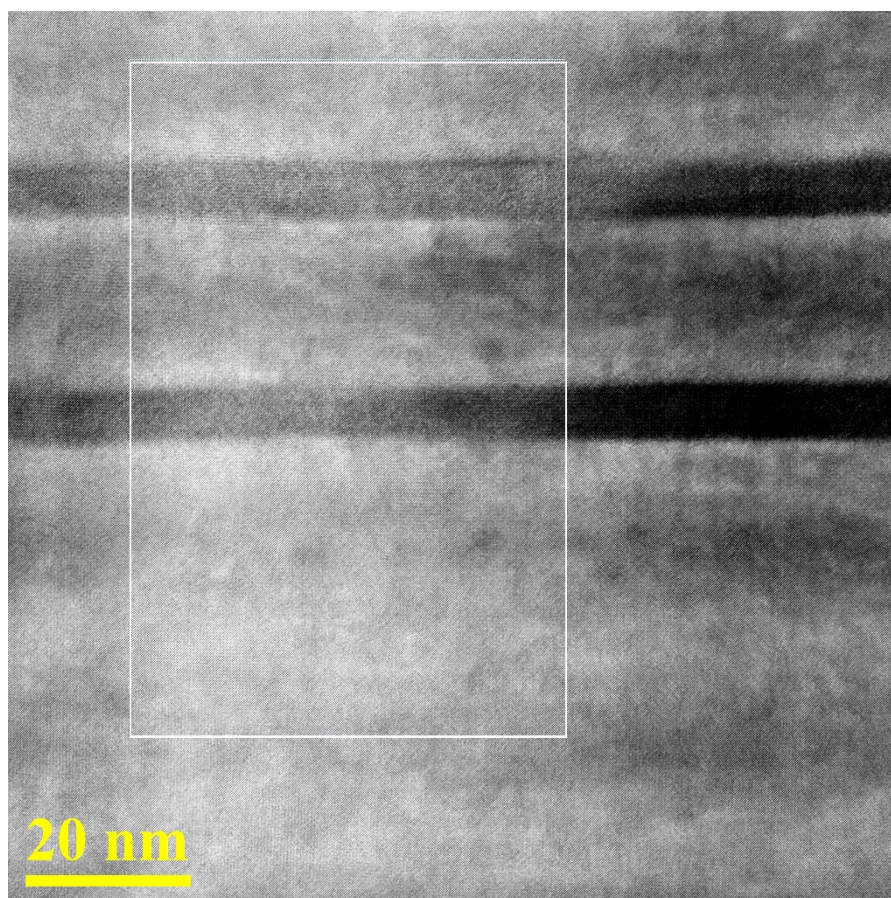


Рис. 3.8. ПЭМ-снимок структуры с двумя псевдоморфными GeSi-слоями.

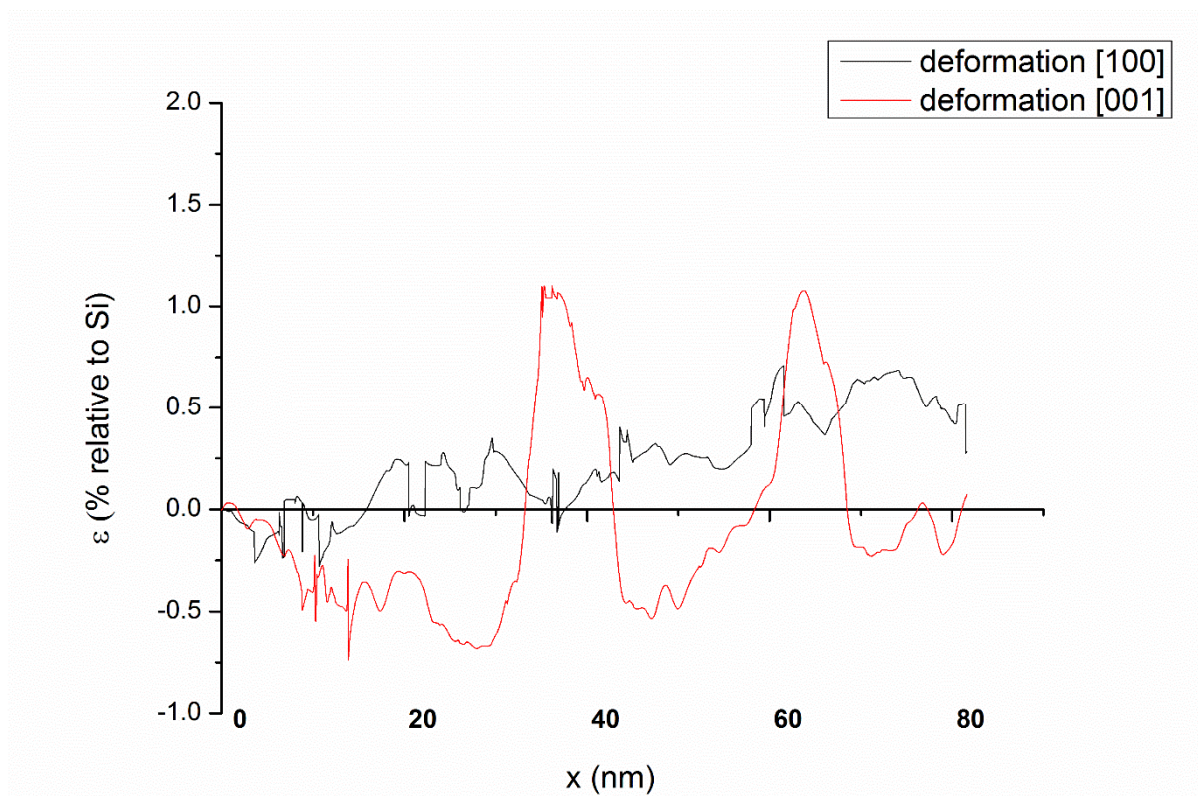


Рис. 3.9. Профиль деформаций для структуры, показанной на рисунке 3.8.

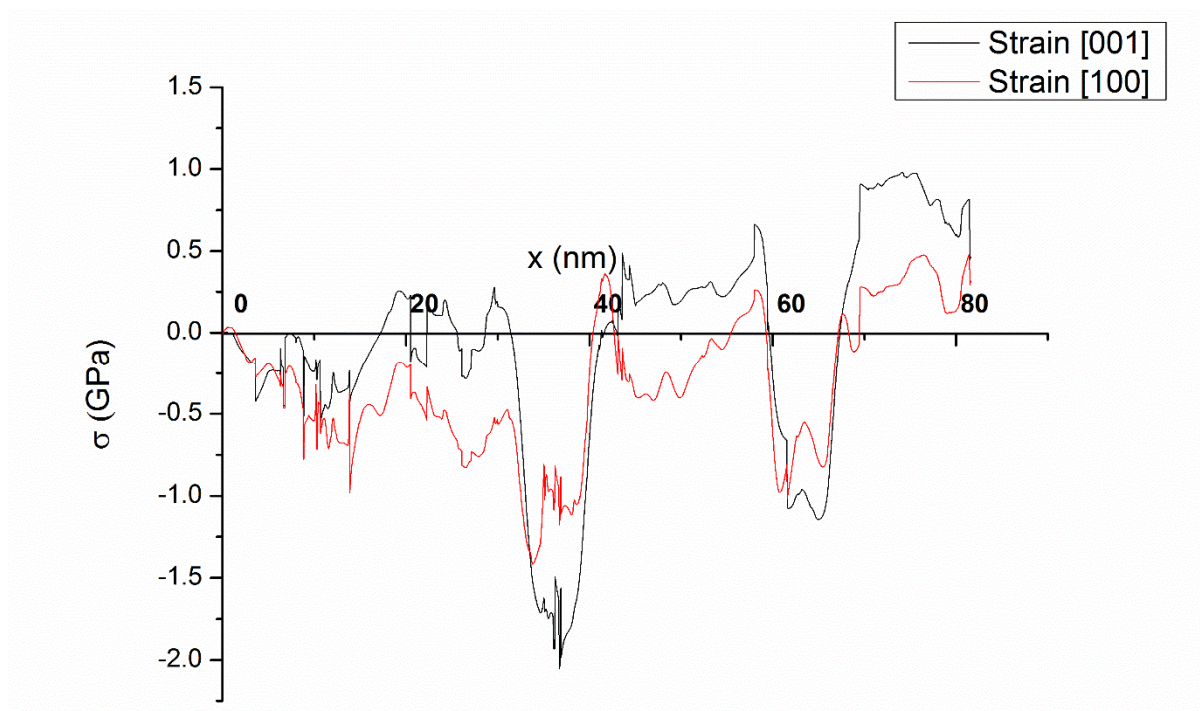


Рис. 3.10. Профиль напряжений для структуры, показанной на рисунке 3.8.

Из профиля деформаций на рис. 3.9 видно, что напряжённый GeSi-слой приводит к увеличению межплоскостных расстояний в разделительных слоях кремния в латеральном направлении. При этом в направлении роста его решётка претерпевает сжатие. Что согласуется с моделью, описанной в работах [95, 96].

Расчёт напряжений показал, что GeSi-слои оказываются всесторонне сжаты окружающей их матрицей. При этом деформации и напряжения, создаваемые в первом GeSi-слое, распространяются через разделительные кремниевые слои к последующим GeSi-слоям. Этот результат согласуется с работами [97, 98], где было показано, что наличие напряжённого захороненного GeSi-слоя приводит к уменьшению критической толщины перехода от двухмерного к трёхмерному росту для германиевой плёнки, осаждаемой поверх разделительного Si слоя. Авторы этих работ установили, что влияние напряжённого слоя снижается с увеличением толщины разделительного слоя. Как можно видеть из графиков 3.9 и 3.10 деформации и напряжения действительно спадают с увеличением толщины слоя кремния, что согласуется с данными, полученными в рамках диссертации Юрасова Д.В. [23].

3.5. Выводы

Предложена оригинальная методика определения механических напряжений в гетеронаноструктурах при помощи совокупности методов просвечивающей электронной микроскопии, к которым относятся метод геометрической фазы, нанодифракция, энергодисперсионный анализ и метод Z-контраста.

Установлено, что захороненные напряжённые псевдоморфные GeSi-слои оказываются сжаты окружающей их матрицей. При этом они создают поля деформаций и напряжений, оказывающие влияние на последующие эпитаксиально осаждаемые гетерослои.

Глава 4. Экспериментальное наблюдение и изучение механизма вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-островков

Как указывалось в главе 1, одной из важнейших задач современной эпитаксиальной технологии является создание эффективных оптоэлектронных приборов на основе композиционных многослойных гетеронаноструктур, содержащих самоформирующиеся наноструктуры. В подобных структурах на основе гетеропары Ge и Si при комнатной температуре наблюдались интенсивные сигналы люминесценции [97-102] и фотопроводимости [103-105] в важной для телекоммуникации области длин волн 1.3-1.55 мкм. Это демонстрирует перспективность их использования для создания комбинированных оптоэлектронных интегральных микросхем, совместимых со стандартной кремниевой технологией.

Для повышения эффективности таких оптоэлектронных приборов необходимо увеличивать плотность оптически активной среды – то есть увеличивать количество наноструктур на единицу объёма полупроводникового кристалла [19]. При этом нужно учитывать накопление кристаллической решёткой деформаций и упругих напряжений, связанных с внедрением в неё наноструктур. Именно этот эффект приводит к возникновению с одной стороны эффекта вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-наноструктур [58], с другой – к образованию дислокаций в островках на верхних слоях многослойных структур [19, 20].

Преодолеть эти ограничения на плотность массивов наноструктур возможно только путём прогнозирования возникающих в них напряжений и управления ими за счёт подбора различных ростовых параметров гетероэпитаксии. Для этой цели рядом исследовательских групп было произведено математическое моделирование процесса формирования вертикально связанных массивов наноструктур [41, 57, 58, 62, 66]. Такие модели требуют экспериментальной проверки и подтверждения вычисляемых с их помощью значений деформаций и напряжений посредством прямых измерений. Решению этой задачи посвящена настоящая глава диссертационной работы.

4.1. Распределение упругих деформаций и напряжений в одиночном захороненном Ge(Si)-островке

На рисунке 4.1 показаны снимки высокого разрешения и карты полей деформаций для одиночного Ge(Si)-островка. На рисунке 4.2 представлены профили деформаций и напряжений для области, выделенной на рисунке 4.1 белым цветом. Измерение деформаций производилось методом геометрической фазы относительно межплоскостных расстояний в глубине кремниевой подложки.

На картах полей деформаций (рис. 4.2 а) в островке закономерно наблюдается увеличение межплоскостных расстояний относительно эталонной кремниевой решётки в направлении роста, что связано с присутствием в них германия. Распределение упругих деформаций в островке носит неоднородный характер. Одной из причин этого эффекта является диффузия кремния и его неравномерное распределение в островке. Этот результат согласуется с данными из работы [106], в которой исследовалась однослойная структура с незарощенными Ge(Si)-островками, полученными на кремниевой подложке с ориентацией ростовой поверхности (001).

Непосредственно под островком кремниевая решётка претерпевает растяжение в латеральном направлении [100], подстраиваясь под параметры Ge(Si)-твёрдого раствора наноостровка. Это в свою очередь приводит к существенному сжатию межплоскостных расстояний кремния в направлении роста [001] в той же самой области. Аналогичная ситуация имеет место и над островком, однако распределение деформаций там носит более сложный характер. Подробное описание деформационных эффектов, проявляющихся над островком будет дано в последующих разделах настоящей главы.

Из профиля напряжений, представленного на рисунке 4.2 б видно, что материал островка оказывается всесторонне сжат. При этом кремний как под, так и над островком оказывается в латеральном направлении под воздействием растягивающих механических напряжений, достигающих 1,5 ГПа. Эти измерения согласуются с результатами математического моделирования, опубликованными в работах [62, 66].

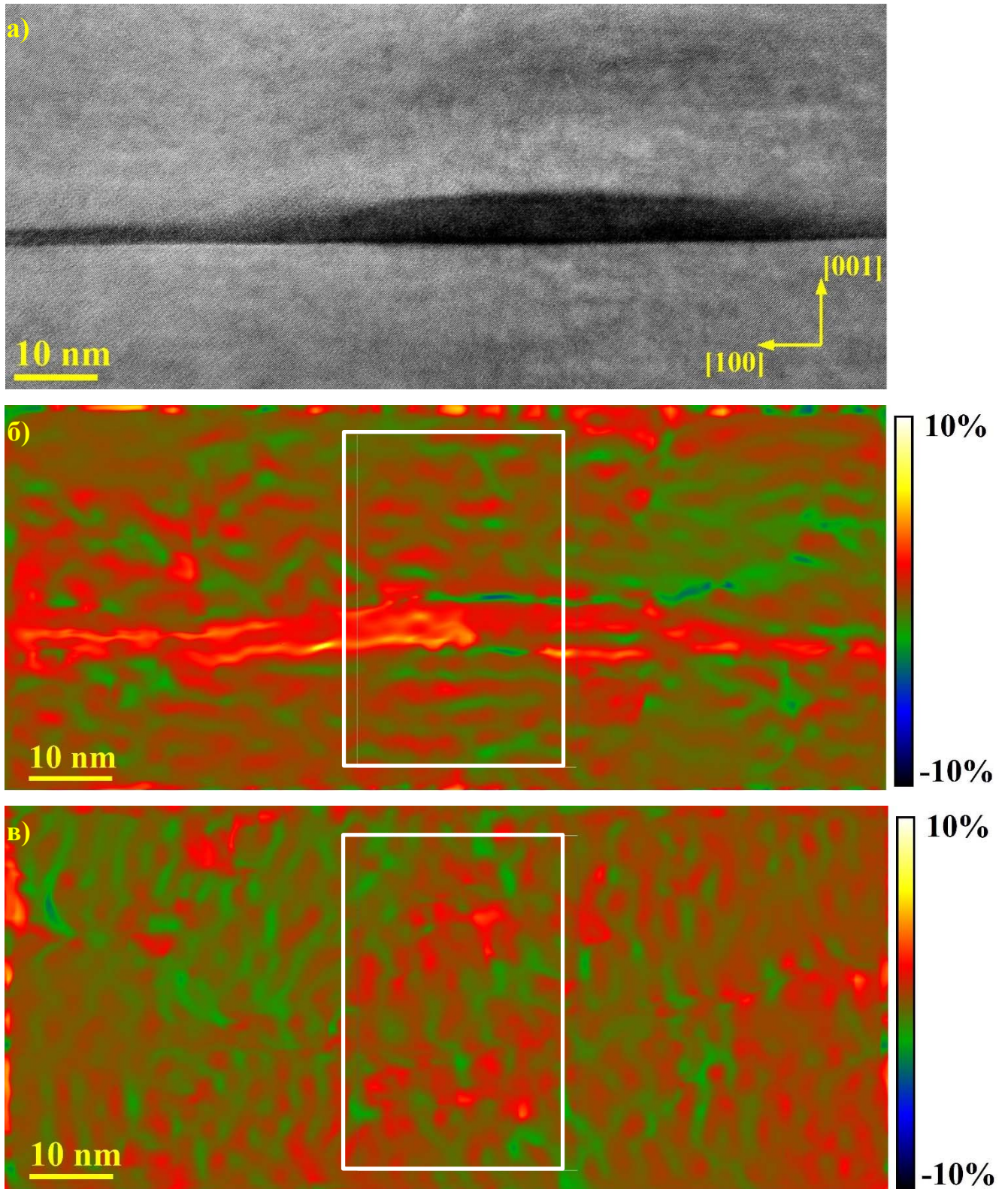
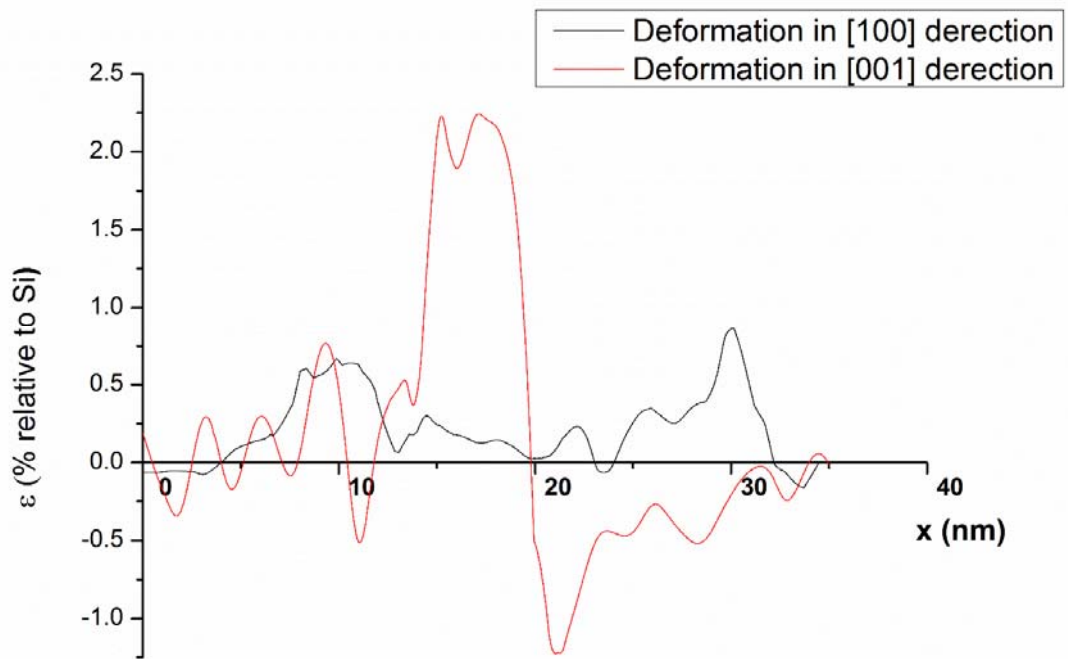


Рис. 4.1. а) ПЭМ-снимок высокого разрешения одиночного захороненного Ge(Si)-островка и карты полей деформаций в направлениях [001] (б) и [100] (в).

a)



б)

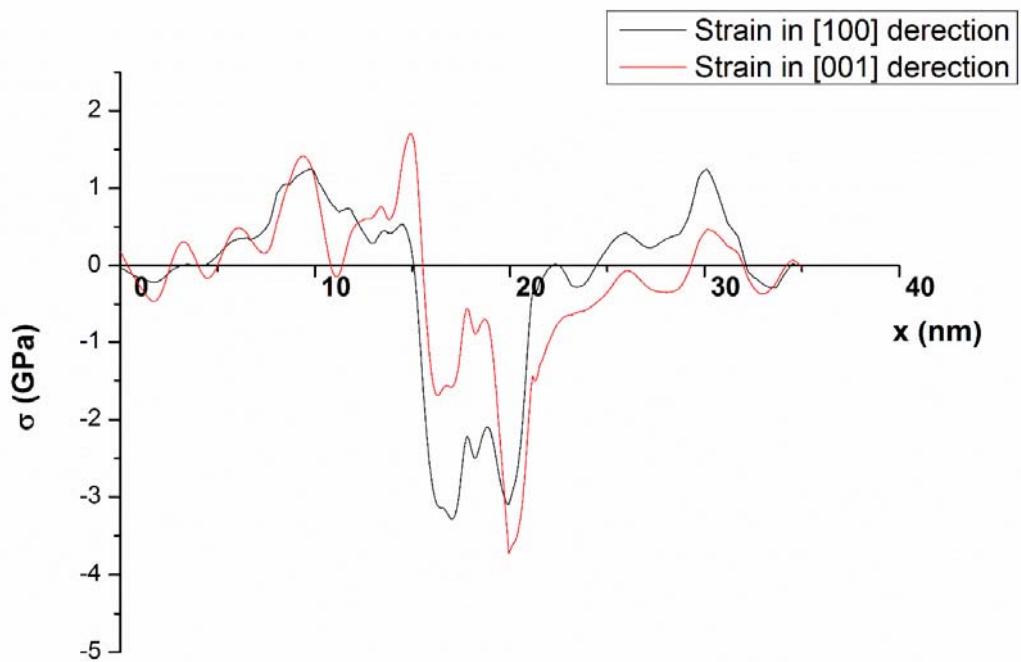


Рис. 4.2. Профили деформаций (а) и напряжений (б) кристаллической решётки в области Ge(Si)-наноостровка в латеральном направлении [100] и в направлении роста [001].

4.2. Распределение механических напряжений в массивах Ge(Si)-островков

Согласно теоретическим моделям, опубликованных в работах [42, 44, 106] кристаллическая решётка кремния, разделяющего соседние слои с наноструктурами германия, претерпевает растяжение в латеральном направлении $[100]$ и сжатие в ростовом $[001]$. Этот эффект объясняется авторами работ релаксацией в разделительных слоях кремния механических напряжений, созданных в островках. Наличие таких деформационных полей и обуславливает возникновение вертикального упорядочения в массивах наноструктур.

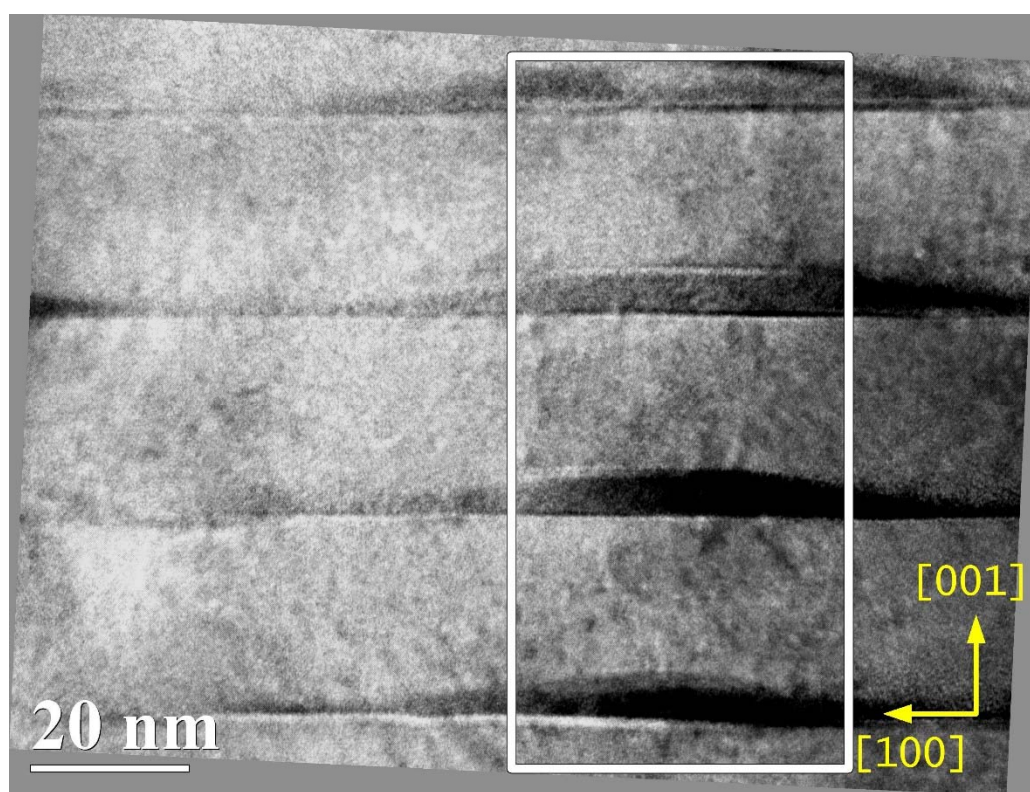


Рис. 4.3. ПЭМ-снимок высокого разрешения поперечного сечения вертикально упорядоченной группы Ge(Si)-островков в кремниевой матрице (ориентация среза образца $[010]$).

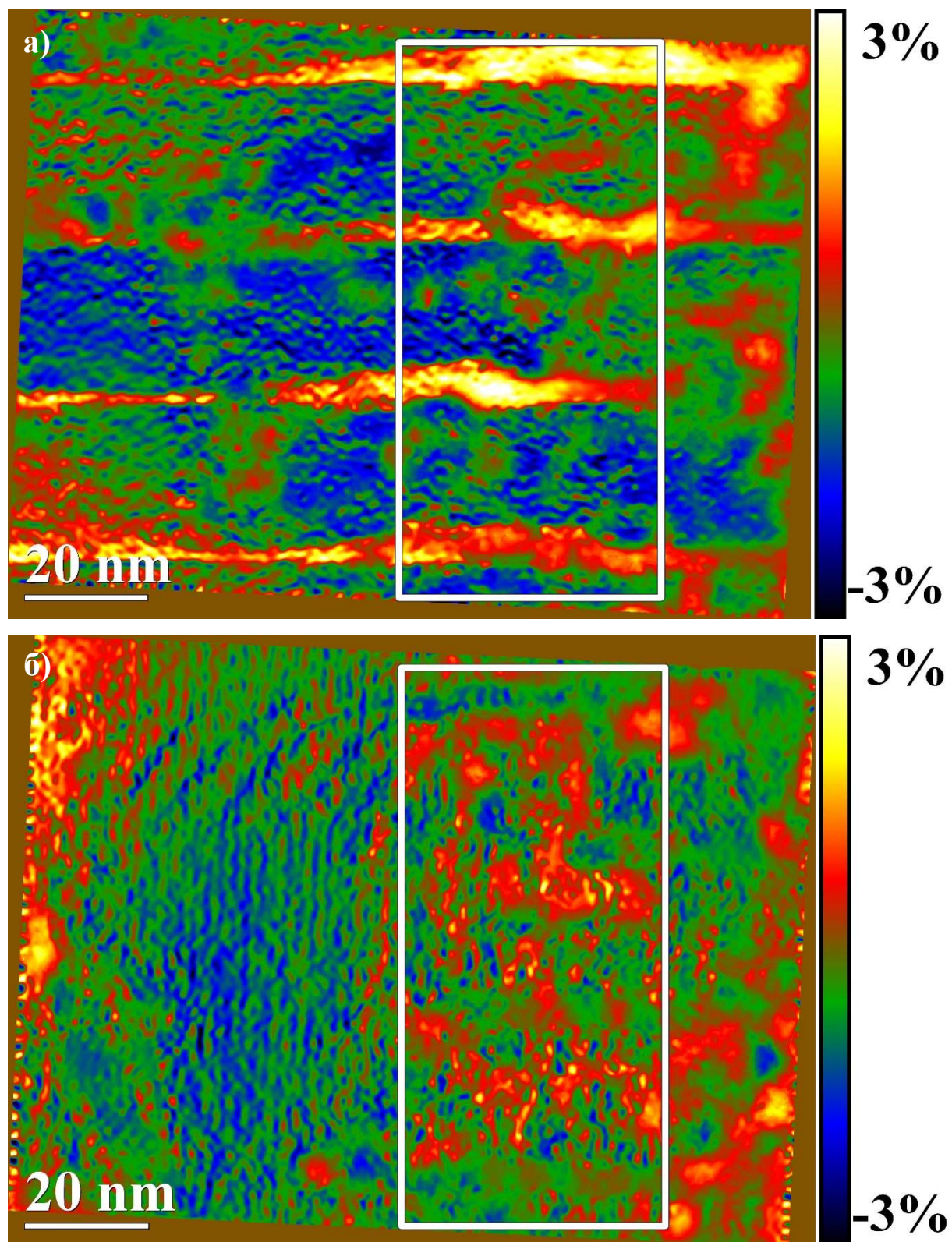


Рис. 4.4. а) Карта полей деформаций в ростовом направлении $[001]$, полученная от снимка 4.3 методом геометрической фазы, и б) карта полей деформаций в латеральном направлении $[100]$. Белой рамкой

обозначена область, по которой производилось построение профиля состава, измерение упругих деформаций и расчёт напряжений.

В исследованных нами структурах распределение полей деформаций над островком носит неоднородный характер. Так на рисунке 4.4а можно видеть, что деформации в направлении $[001]$ в межостровковом пространстве принимают как положительные, так и отрицательные значения. При этом области сжатия кремния переходят от одного слоя с островками к новому не строго вертикально, а под углом, близким к плотноупакованному направлению $[1-11]$. Из этого наблюдения можно предположить, что распространение полей деформаций в пространстве между островками имеет некоторое выделенное направление. Исходя из полученных нами результатов, оно близко к наиболее плотноупакованному направлению типа $[111]$ кристаллической решётки кремния. Это утверждение наглядно проиллюстрировано на рисунке 4.5б, на котором показана карта распределения упругих деформаций в ростовом направлении структуры. Карта была получена от ПЭМ-снимка (рис. 4.5а), зафиксированного в кристаллографической ориентации образца $[110]$. Область локализации деформаций сжатия в направлении $[001]$ отмечена эллипсом. Чёрной стрелкой на рисунке обозначено направление большой оси этого эллипса, и оно близко к кристаллографическому направлению $[1-11]$. Наблюдаемый нами эффект согласуется с результатами, опубликованными в работе [67], где методом математического моделирования совместно с ростовым экспериментом было показано наличие выделенных направлений, вдоль которых распространяются напряжения в разделительных слоях массивов Ge(Si)-островков.

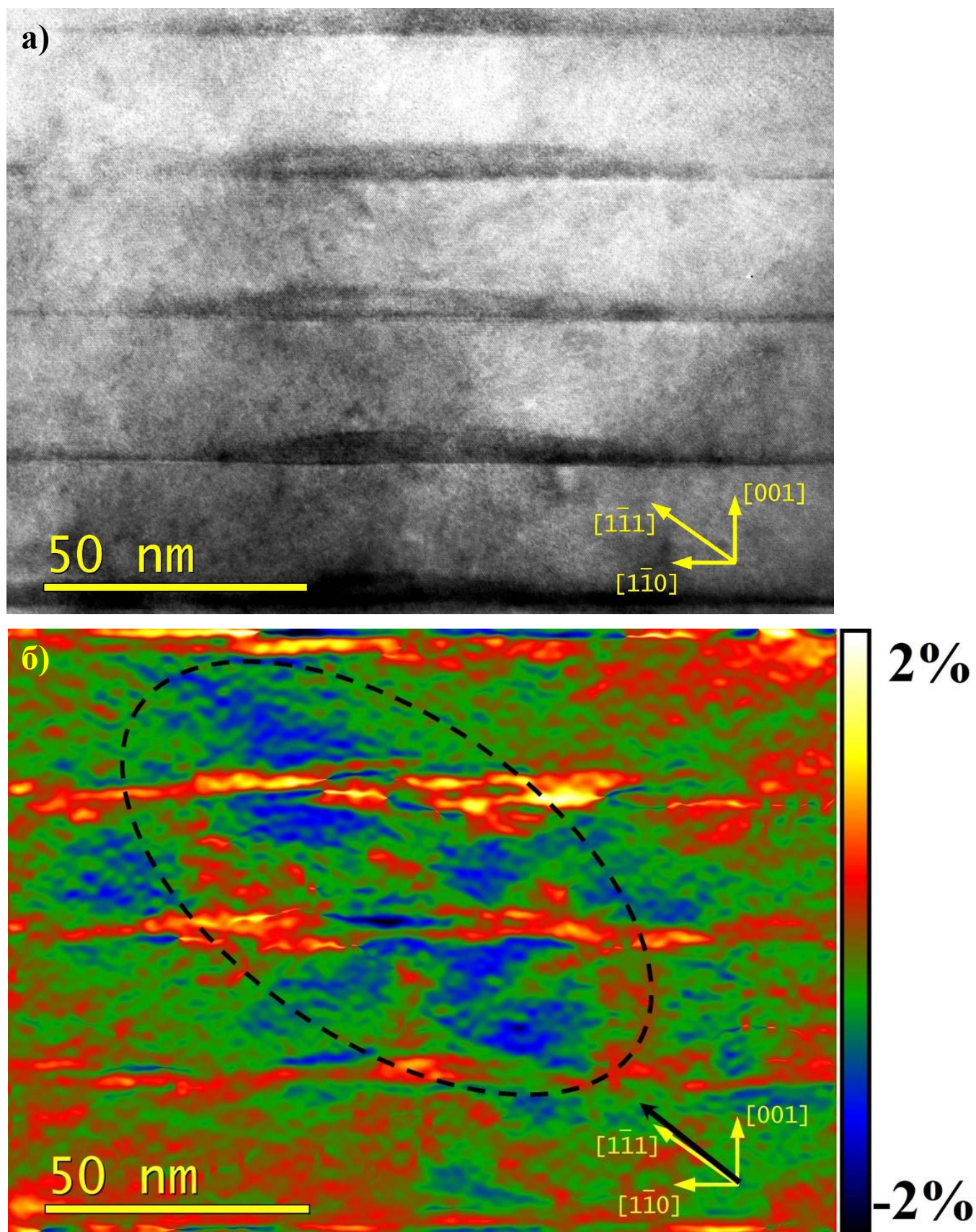


Рис. 4.5. а) ВРПЭМ-снимок поперечного сечения вертикально упорядоченной группы Ge(Si)-островков в кремниевой матрице

(ориентация образца $[110]$); б) карта полей деформаций в ростовом направлении $[001]$, полученная от рисунка (а) методом геометрической фазы. Чёрной штриховой линией, образующей эллипс, обозначена область локализации деформаций сжатия в направлении $[001]$. Чёрной стрелкой на рисунке показано направление большой оси этого эллипса.

Несмотря на обнаруженную нами особенность, общий механизм вертикальной связи в массивах Ge(Si)-островков согласуется с моделями, опубликованными в работах [42, 106]. Наиболее наглядно это демонстрируют профили упругих деформаций, представленные на рисунках 4.6 а. Из их общего вида следует, что буферные слои кремния между Ge(Si)-островками упруго деформируются, претерпевая малые искажения в латеральном направлении и сжимаясь в направлении роста. Запасённые таким образом напряжения передаются от одного эпитаксиального слоя к другому (рис. 4.6в) и приводят к образованию минимума поверхностной энергии непосредственно над островком из предыдущего гетероэпитаксиального слоя [58, 60]. В результате образуются места предпочтительного зарождения островков непосредственно над зарожёнными. Этот эффект теоретически был описан в работах [42, 106], а также продемонстрирован многочисленными ростовыми экспериментами [60, 62, 65, 107, 108], однако прямыми методами до настоящего времени изучен не был.

Кроме того, следует отметить, что распределение деформаций над островком носит сложный характер и не может быть описано в рамках классических представлений об островке как о дипольном источнике деформационных полей, что согласуется с результатами математического моделирования из работы [108]. Объяснения требует наличие существенных деформаций сжатия кристаллической решётки кремния в направлении $[001]$ в разделительных слоях между слоями островков германия. Неочевидными также представляются причины возникновения отрицательных деформаций сжатия кремния непосредственно над германий-кремниевым островком.

Простой ответ на эти вопросы даёт профиль напряжений на рисунке 4.6 в, построенный с использованием профилей деформаций и данных об элементном составе, представленных на рисунках 4.6 а,б.

Из него видно, что Ge(Si)-наностроек создаёт в кремниевом кристалле напряжения сжатия, которые передаются в окружающую его кремниевую матрицу. С увеличением толщины разделительного кремниевого слоя эти напряжения релаксируют. При этом, если вырастить последующий слой с наностройками раньше, чем эти напряжения успеют аннигилировать в разделительном слое кремния, то возникает эффект вертикального упорядочения.

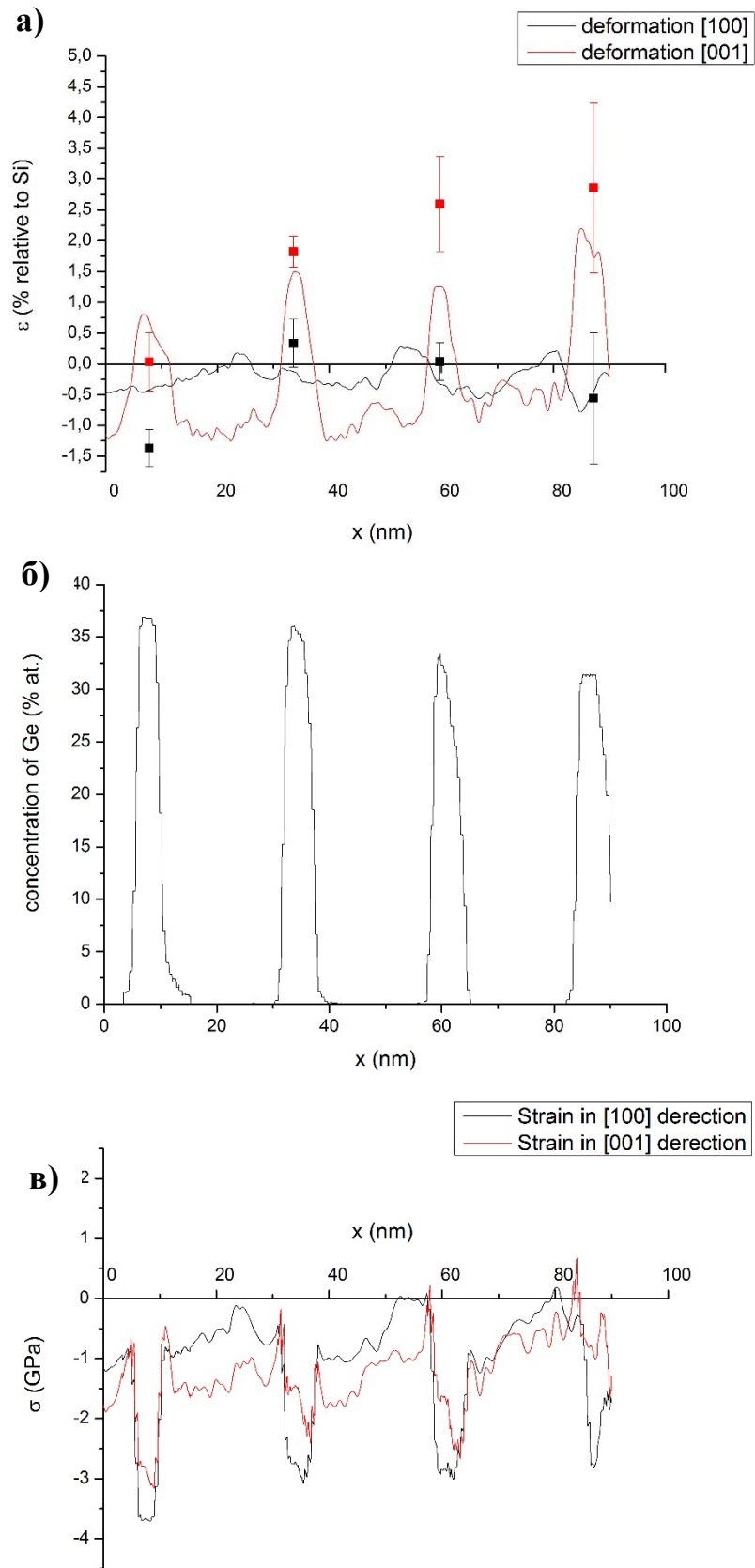


Рис. 4.6. а) Профиль упругих деформаций в массиве вертикально связанных Ge(Si)-островков (от области, отмеченной белой рамкой на

рис. 4.4) в ростовом направлении $[001]$, совмещенный с профилем упругих деформаций в латеральном направлении $[100]$: сплошная линия получена методом геометрической фазы, точками отмечены значения определённые при помощи NBED. б) Профиль Z-контраста, полученный в режиме темнопольного СПЭМ и калиброванный по данным EDX и EOS. в) Профили механических напряжений в ростовом $[001]$ и латеральном $[100]$ направлениях.

4.3. Изучение механизма возникновения вертикального упорядочения в массивах Ge(Si)-островков

Для подтверждения предположения о механизме возникновения вертикального упорядочения Ge(Si)-наностроек через передачу упругих напряжений от одного слоя к другому нами была подготовлена подборка образцов с различными толщинами разделительных кремниевых слоёв: 15 нм, 24 нм, 30 нм, 45 нм и 75 нм соответственно (рис. 4.7-4.9).

По данным ростовых экспериментов эффект строгого вертикального упорядочения наностроек проявляется вплоть до дистанции между слоями в 75 нм. При толщине разделительного слоя в 100 нм влияние захороненного слоя полностью исчезает [44].

На каждой из этих структур было проведено профилирование деформаций, элементного состава и осуществлён расчёт напряжений по методике описанной выше. В результате были получены профили деформаций и напряжений, представленные в таблице 1.

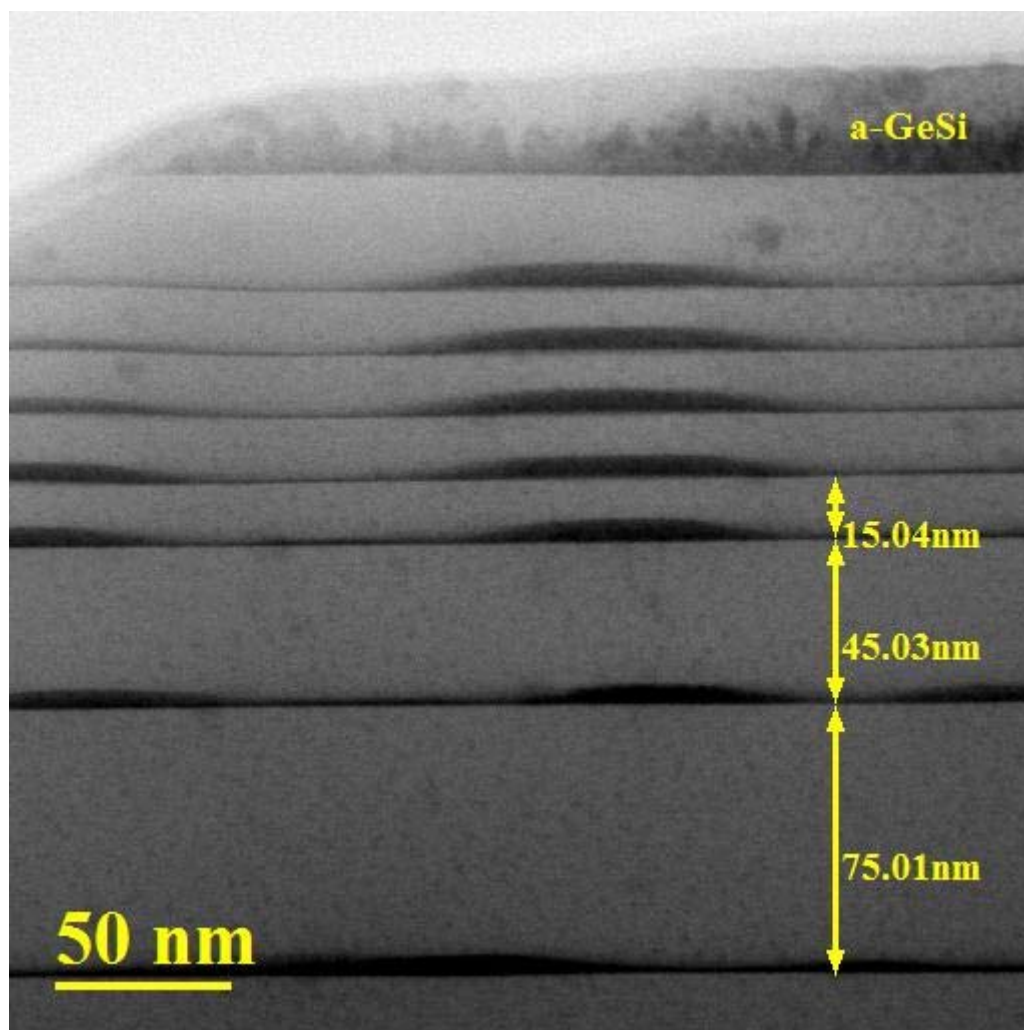


Рис.4.7. СПЭМ-снимок структуры с вертикально упорядоченными Ge(Si)-наноструктурами с толщинами разделительных слоёв в 15, 45 и 75 нм. На поверхности структуры аморфный GeSi-слой с 40%-ым содержанием германия, использованный для калибровки EDX-детектора.

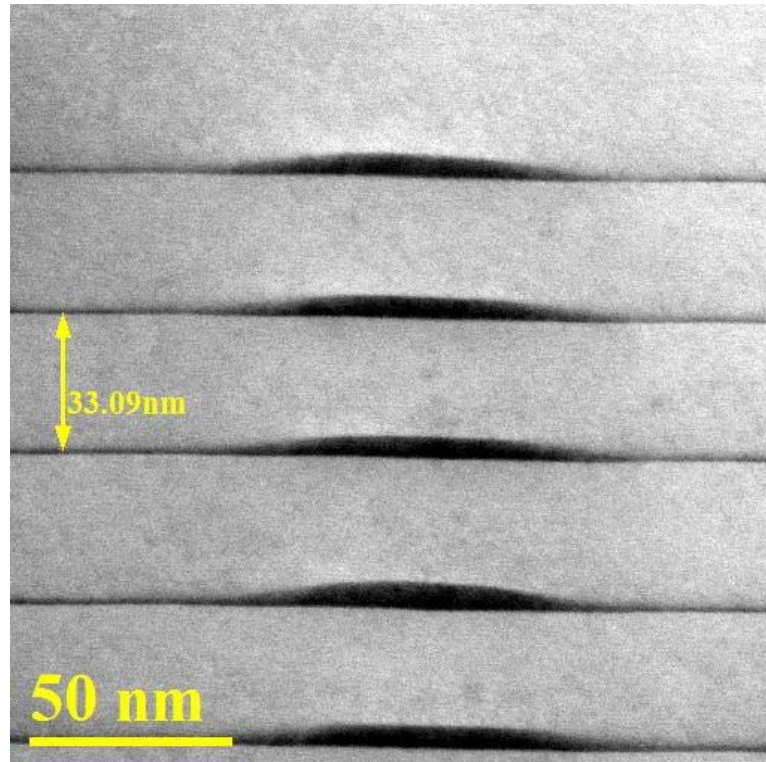


Рис. 4.8. СПЭМ-снимок структуры с вертикально упорядоченными Ge(Si)-нанодоотками с толщиной разделительного слоя в 33 нм.

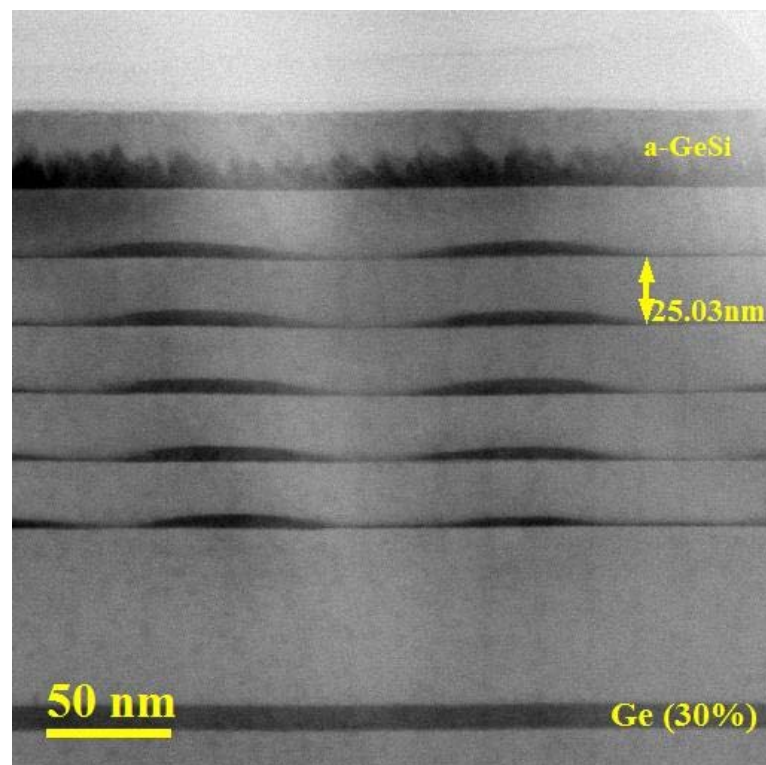
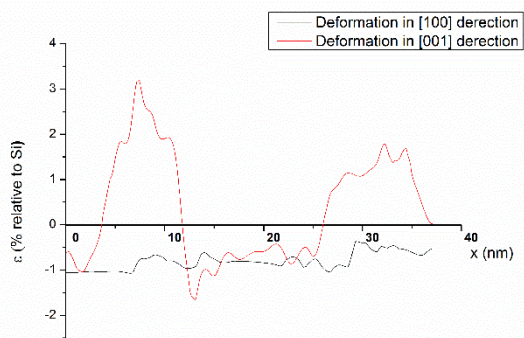
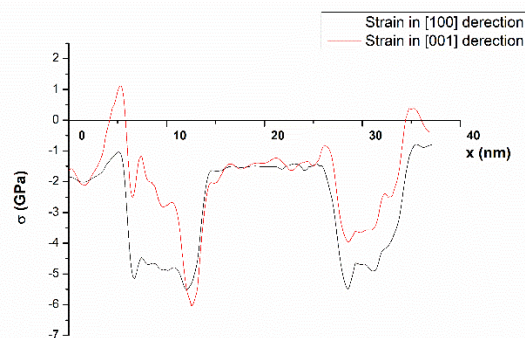
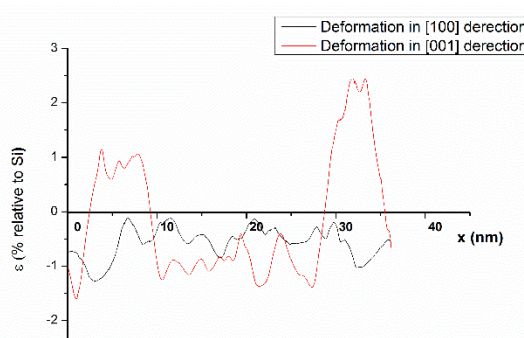
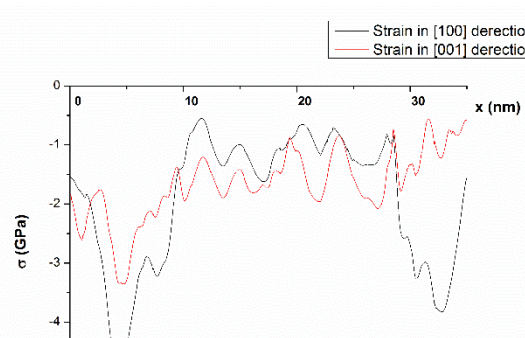


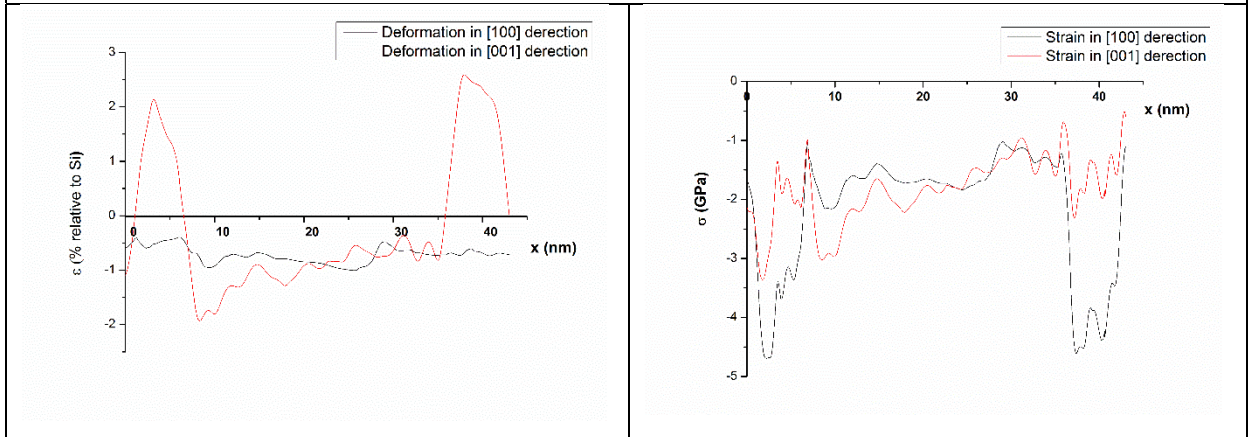
Рис.4.9. СПЭМ-снимок структуры с вертикально упорядоченными Ge(Si)-нанодоотками с толщиной разделительного слоя в 25 нм. На

поверхности структуры аморфный GeSi-слой с 40%-ым содержанием германия, использованный для калибровки EDX-детектора. Для этой же цели использовался захороненный напряжённый слой с концентрацией германия 30%.

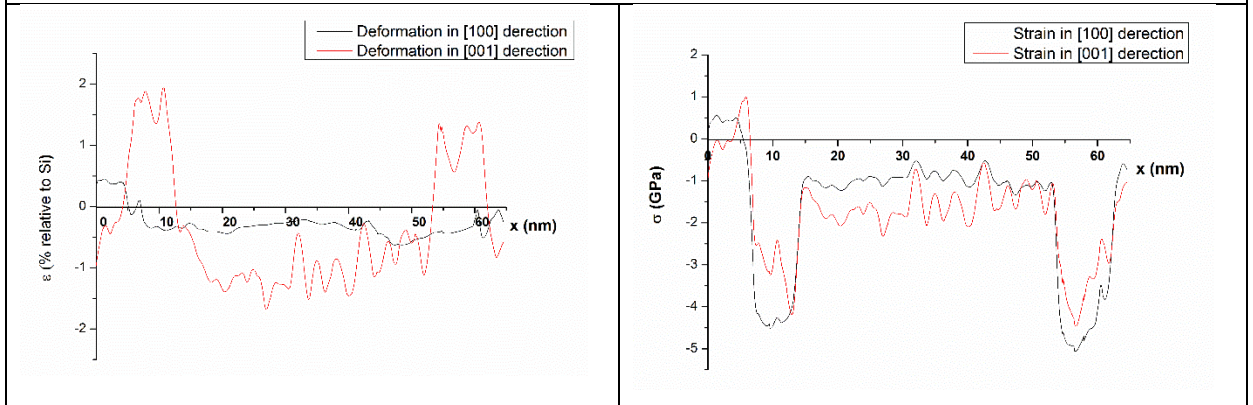
Таблица №1. Сравнение профилей деформаций и напряжений для массивов Ge(Si)-островков с различной толщиной разделительного кремниевого слоя.

Профили деформаций	Профили напряжений
Толщина разделительного слоя кремния - 15 нм.	
	
Толщина разделительного слоя кремния - 25 нм.	
	

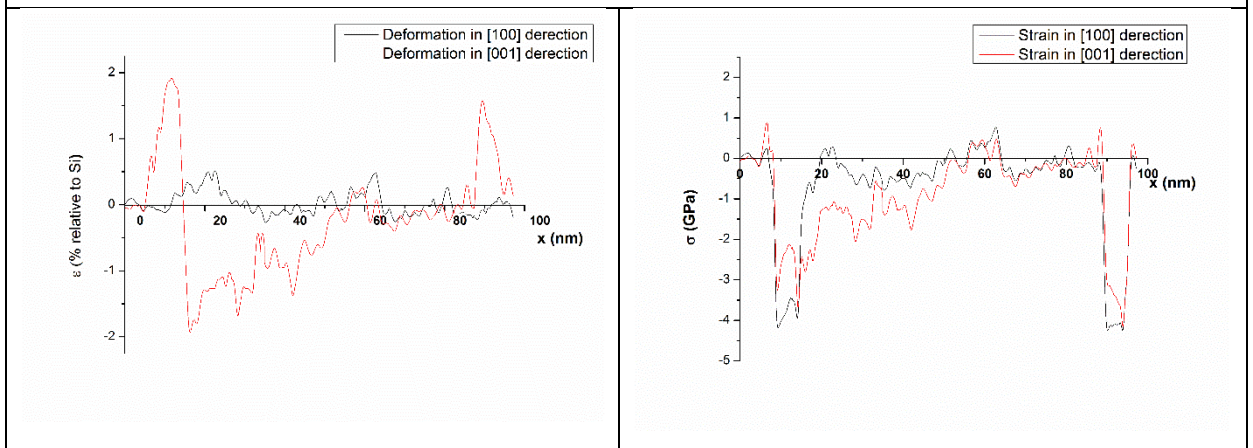
Толщина разделительного слоя кремния - 33 нм.



Толщина разделительного слоя кремния - 45 нм.



Толщина разделительного слоя кремния - 75 нм.



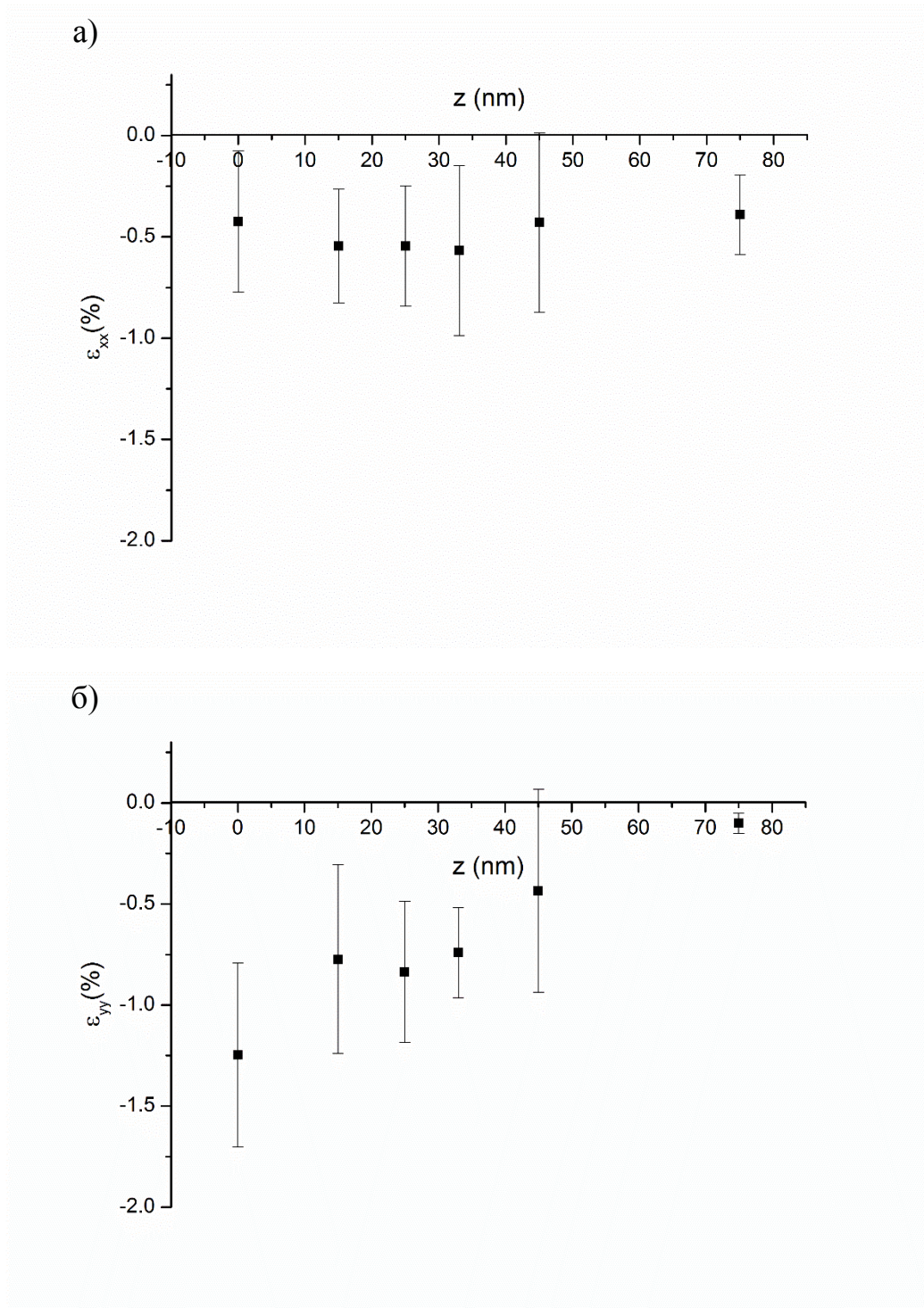


Рис. 4.10. Профили деформаций кристаллической решётки в разделительном кремниевом слое между Ge(Si)-нанеоостровками в массиве: в латеральном направлении [100] (а) и направлении роста [001] (б).

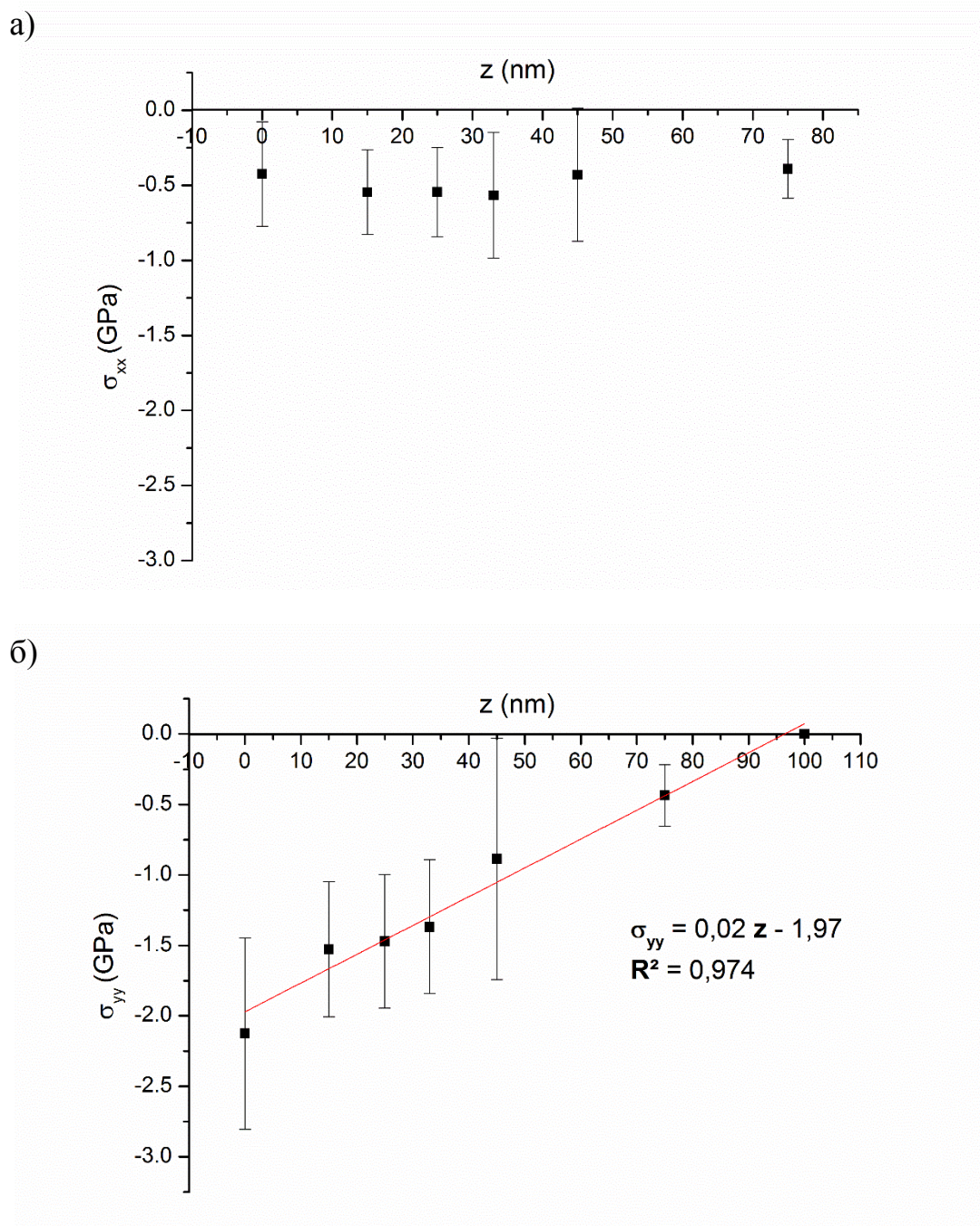


Рис. 4.10. Профили распределения упругих напряжений кристаллической решётки в разделительном кремниевом слое между Ge(Si)-нанеоостровками в массиве: (а) в латеральном направлении [100] и (б) в направлении роста [001].

Из анализа профилей, приведённых в таблице 1 и на рисунках 4.10 и 4.11, можно сделать вывод о том, что островок создаёт в кремнии над собой упругие

напряжения сжатия, проявляющие себя преимущественно в направлении роста [001]. В числовом выражении эти напряжения непосредственно над островком колеблются в пределах от 1,5-2,5 ГПа. Распространяясь через разделительный кремниевый слой, они постепенно релаксируют и почти полностью исчезают на дистанции 75 нм. Эта зависимость описывается выражением:

$$\sigma_{yy} = 0,02 \cdot z(\text{нм}) - 1,97 \quad (4.1)$$

Настоящий результат согласуется с данными ростовых экспериментов проведёнными в рамках настоящего диссертационного исследования, а также опубликованными в работе [44].

При этом кристаллическая решётка кремния в латеральном направлении оказывается слабо чувствительна к присутствию Ge(Si)-наноостровка и в явном виде не проявляет закономерностей, которые можно было связать с эффектом вертикального упорядочения.

Для согласования наших измерений и расчётов с опубликованными ранее теоретическими работами [60, 67] нами была рассчитана упругая энергия для разных толщин межостровкового слоя кремния согласно формулам 3.29 и 3.30. В результате был получен профиль, показанный на рис. 4.11. Представленная зависимость математически может быть записана как:

$$W = 59,12 - 1,22 z^2 \quad (4.2)$$

На рис. 4.12 показано распределение химического потенциала на поверхности покровного кремниевого слоя над островком, рассчитанное в работе [60]. Упругая энергия даёт основной вклад в изменение энергии поверхности над островком (область на рис. 4.12(а, б) от ~5,5 до ~27,5 нм). Можно видеть, что рассчитанная нами на основе экспериментальных данных упругая энергия в разделительном слое кремния непосредственно над островком (точка на графике на рис. 4.11 при $z=0$) качественно согласуется с энергией, полученной методами математического моделирования.

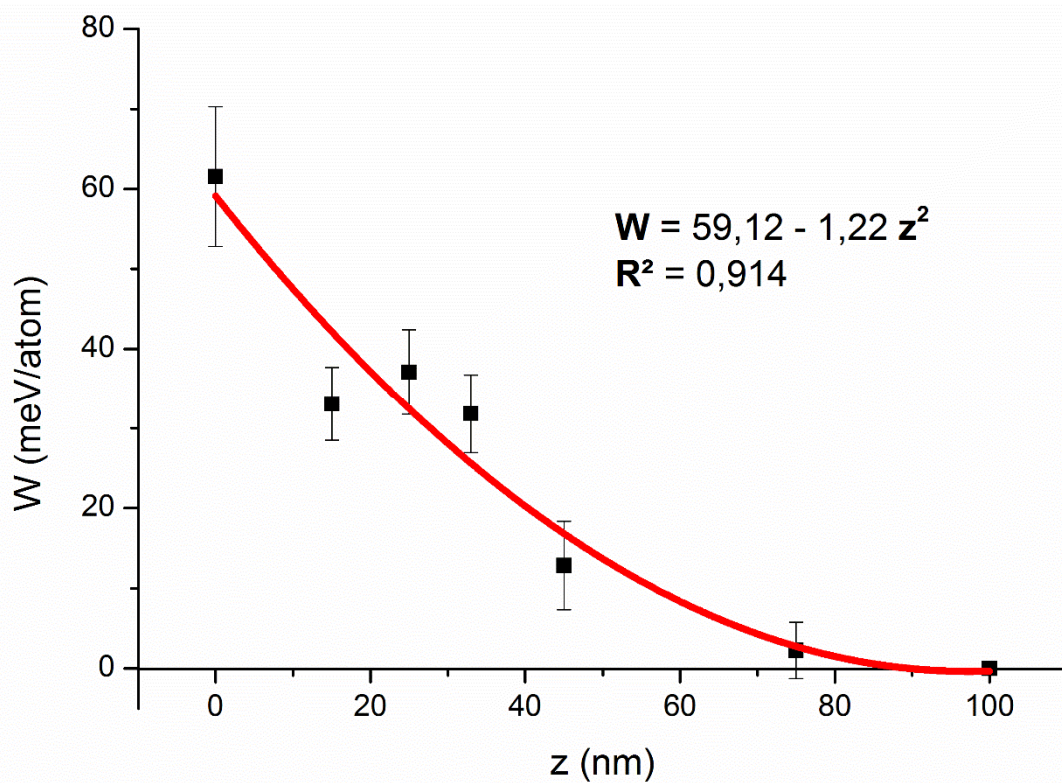


Рис. 4.11. Профиль упругой энергии кристаллической решётки в разделительном кремниевом слое между Ge(Si)-наноостровками в массиве.

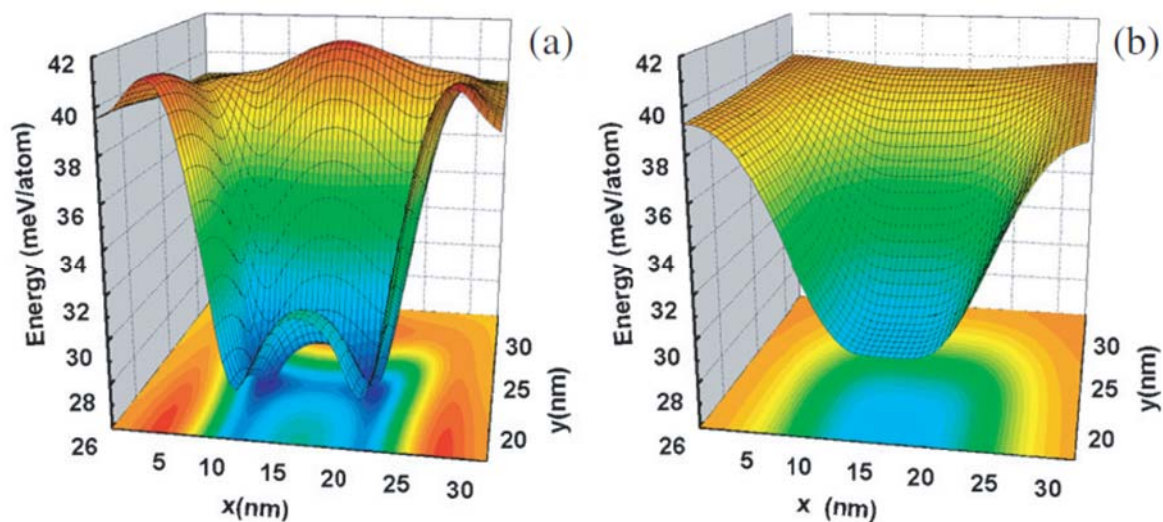


Рис. 4.12. Профиль распределения химического потенциала на поверхности покровного слоя кремния над Ge(Si)-островком при его толщине $H = 2,5$ (a) и $H = 5,4$ (b) [60].

Все описанные выше результаты получены для массивов Ge(Si)-наноструктур, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии при температуре 600°C на установке «Riber Siva-21».

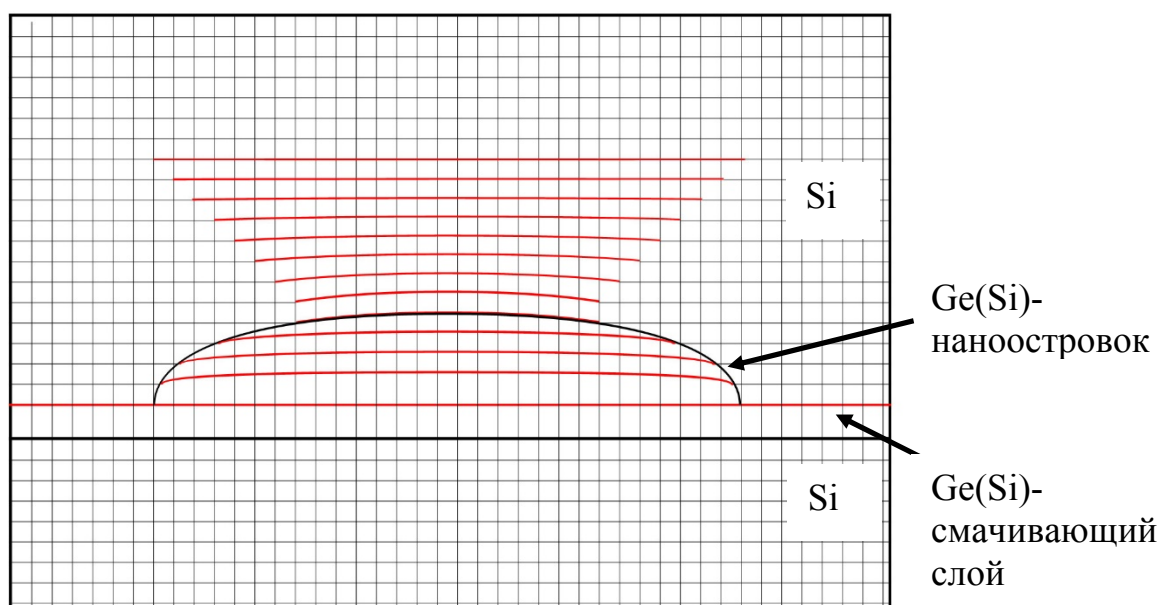


Рис. 4.13. Схематическая иллюстрация предложенной в рамках настоящей диссертационной работы модели возникновения упругих деформаций в Ge(Si)-наноструктурах и их распространения в покровном слое кремния.

На основе полученных данных следует предложить следующую модель возникновения вертикального упорядочения. При осаждении германия на кремниевую подложку происходит встраивание его атомов в кремниевую кристаллическую решётку. При этом в плоскости роста кристаллическая решётка Ge(Si)-наноструктура воспроизводит параметры подложки. Компенсация этих деформаций происходит за счёт удлинения элементарной ячейки Ge(Si)-твёрдого раствора в ростовом направлении. При зарастивании наноструктура осаждаемые поверх него атомы кремния стремятся выровнять шероховатость поверхности, заполняя пространство между островками. В целом параметры решётки сохраняются близкими к недеформированному кремнию, как в латеральном направлении, так и в

ростовом. Над островком кремний оказывается сжат в вертикальном направлении, поскольку снизу его сдавливает Ge(Si)-наноостровок с увеличенным в ростовом направлении параметром решётки. В то же время сверху на него воздействуют в процессе роста силы поверхностного натяжения, стремящиеся выровнять ростовую поверхность, а после завершения процесса эпитаксии – упругие силы кристаллической решётки. Настоящая модель схематично проиллюстрирована на рисунке 4.13.

4.4. Выводы

Механизм вертикального упорядочения в массивах самоформирующихся Ge(Si)-наноостровков возникает за счёт передачи упругих напряжений в разделительных кремниевых слоях. При этом деформации кристаллической решётки кремния в латеральном направлении не проявляют в явном виде прямого влияния на возникновение этого эффекта. Следует отметить, что наличие зафиксированных параметров решётки, заданных подложкой, также создаёт вклад в накопление механических напряжений в кремниевом кристалле в процессе гетероэпитаксии, и является одним из факторов возникновения вертикального упорядочения наноостровков.

Напряжения в ростовом направлении, создаваемые островком в разделительном кремниевом слое, релаксируют с увеличением его толщины по линейному закону. Полная упругая энергия, накопленная кристаллической решёткой кремния над Ge(Si)-наноостровком, спадает по квадратичному закону.

Общие выводы

1. Усовершенствованный метод анализа геометрической фазы способен обеспечить проведение измерений межплоскостных расстояний и деформаций в Ge(Si)-гетероструктурах с погрешностью измерений не превышающей 0,03 Å.
2. Совместное использование информации о деформациях и составе в гетероструктурах позволяет рассчитывать механические напряжения, благодаря чему становится возможным получить целостную картину процессов, происходящих в атомной структуре полупроводниковых материалов при их изовалентном легировании.
3. Деформации и напряжения, создаваемые в кремниевом кристалле Ge(Si)-островком проявляются преимущественно в ростовом направлении. В плоскости роста гетероструктура сохраняет межатомные расстояния заданные подложкой.
4. Напряжения сжатия в ростовом направлении [001] в разделительном слое кремния релаксируют с увеличением его толщины по линейному закону

$$\sigma_{yy} = 0,02 \cdot z(\text{нм}) - 1,97$$

Полная упругая энергия при этом имеет квадратично спадающую функцию в зависимости от толщины разделительного слоя:

$$W = 59,12 - 1,22 z^2$$

Заключение

Для создания эффективных светоизлучающих структур на основе массивов полупроводниковых наноструктур необходимо прецизионное измерение полей деформаций в них. В качестве инструмента для решения этой задачи в наибольшей степени подходит метод геометрической фазы. В первоначальном исполнении этот метод имеет ряд недостатков. К ним относились ограничения на проведение калибровки измерений для нескольких снимков высокого разрешения, выполненных при одинаковых настройках просвечивающего электронного микроскопа, а также искажения карт полей деформаций, связанные с изменением контраста на снимке высокого разрешения. В рамках настоящей работы эти проблемы метода геометрической фазы были преодолены. А согласованные измерения деформаций и элементного состава позволили произвести расчёт напряжений, возникающих в массивах Ge(Si)-наноструктур.

Анализ описанными выше методами подборки структур с массивам Ge(Si)-наноструктур, различающихся толщиной разделительных кремниевых слоёв, позволил выявить закономерность релаксации механических напряжений, создаваемых захороненным Ge(Si)-островком. Установлено, что эта зависимость носит линейный характер. Релаксация полной упругой энергии происходит по квадратичному закону.

Было установлено, что деформации, создаваемые захороненными Ge(Si)-наноструктурами, проявляются, преимущественно, в ростовом направлении. При этом в латеральном направлении кристаллическая решётка претерпевает сравнительно небольшие деформации – в пределах 1% относительно недеформированного кремния.

Список сокращений и обозначений

КТ – квантовая точка

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия

GPA – метод геометрической фазы

ВРПЭМ – высокоразрешающая просвечивающая электронная микроскопия

CBED – дифракция в сходящемся пучке электронов

NBED – нанодифракция электронов

СПЭМ – сканирующая просвечивающая электронная микроскопия

EDX – энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия

ХРИ – характеристическое рентгеновское излучение

EELS – спектроскопия характеристических потерь энергии электронами

SDD – кремниевый дрейфовый детектор

EOS – электронная Оже-спектроскопия

Список используемой литературы

1. Демиховский, В.Я. Физика квантовых низкоразмерных структур / В.Я. Демиховский, Г.А. Вугальтер. – М. : Логос, 2000. – 250 с.
2. Шик, А.Я. Физика наноразмерных систем / А.Я. Шик, Л.Г. Бакуева, С.Ф. Мусихин, С.А. Рыков. – СПб. : Наука, 2001. – 160 с.
3. Щука, А.А. Нанoeлектроника / А.А. Щука. – М. : Физмат книга, 2007. – 464 с.
4. Леденцов Н.Н. Гетероструктуры с квантовыми точками: получение, свойства, лазеры / Н.Н. Леденцов и др. // Физика и техника полупроводников. – 1998. – Т.32. – №4. – С. 385-410.
5. Kiravittaya, S. Advanced quantum dot configurations / S. Kiravittaya, A. Rastelli, O.G. Schmidt // Reports on Progress in Physics. – 2009. – V.72. – P. 046502-046535.
6. Paul, D.J. Si/SiGe heterostructures: from material and physics to devices and circuits / D.J. Paul // Semiconductor Science Technology. – 2004. – V.19. – P. R75-R108.
7. Brunner, K. Si/Ge nanostructures/ K. Brunner // Reports on Progress in Physics. – 2002. – V.65. – P. 27-72.
8. Hytch, M.J. Mapping stress and strain in nanostructures by high-resolution transmission electron microscopy / M.J. Hytch, F. Houdellier // Microelectronic Engineering. – 2007. – V.84. – P. 460–463.
9. Isaacson, D.M. Strained-Silicon on Silicon and Strained-Silicon on Silicon-Germanium on Silicon by Relaxed Buffer Bonding / D.M. Isaacson et al. // Journal of The Electrochemical Society. – 2006. – V.153 (2). – P. 134-140.
10. Zinke-Allmang, M. Growth mechanism and clustering phenomena: the Ge-on-Si system / M. Zinke-Allmang, L.C. Feldman, S. Nakahara, B.A. Davidson // Physical Review B. – 1989. – V.39(11). – P. 7848-7851.
11. Feng, Liu Self-organized nanoscale structures in Si/Ge films / Feng Liu, M.G. Lagally // Surface Science. – 1997. – V.386. – P. 169–181.

12. Dobbs, H.T. Theory of quantum dot formation in Stranski–Krastanov systems / H.T. Dobbs, D.D. Vvedensky, A. Zangwill // *Applied Surface Science*. – 1998. – V.124. – P. 646–652.
13. Guha, S. Onset of incoherency and defect introduction in the initial stages of molecular beam epitaxial growth of highly strained $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ growth on $\text{GaAs}(001)$ / S. Guha, A. Madhukar, K.C. Rajkumar // *Applied Physics Letters*. – 1990. – V.57. – P. 2110-2112.
14. Eaglesham, D.J. Dislocation-free Stranski-Krastanow growth of Ge on $\text{Si}(001)$ / D.J. Eaglesham, M. Cerullo // *Physical Review Letters*. – 1990. – V.64. – P. 1943-1946.
15. Оура, К. Введение в физику поверхности / К. Оура и др. ; под ред. В.И. Сергиенко. – М. : Наука, 2006. – 490 с.
16. Liu, J.P. Evolution of height distribution of Ge islands on $\text{Si}(1\ 0\ 0)$ / J.P. Liu et al. // *Journal of Crystal Growth*. – 1999. – V.200. – P. 617-620.
17. Хир, К. Статистическая механика, кинетическая теория и стохастические процессы / К. Хир. – М. : Мир, 1976. – 600 с.
18. Daruka, I. Dislocation-free island formation in heteroepitaxial grown : a study at equilibrium / I. Daruka, A.-L.Barabasi // *Physical Review Letters*. – 1997. – V.71. – P. 3708.
19. Надточий, А.М. Многослойные массивы квантовых точек высокой объемной плотности / А.М. Надточий и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2014. – V.48(11). – P. 1487-1491.
20. Лобанов, Д.Н. Влияние толщины кремниевого разделительного слоя на электролюминесценцию многослойных структур с самоформирующимися островками $\text{Ge}(\text{Si})/\text{Si}(001)$ / Д.Н. Лобанов и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2012. – V.46(11). – С. 1448-1452.
21. Лобанов, Д.Н. Влияние параметров $\text{Ge}(\text{Si})/\text{Si}(001)$ самоформирующихся островков на их электролюминесценцию при комнатной температуре / Д.Н. Лобанов и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2009. – V.43(3). – С. 332-336

22. Шалеев, М.В. Гетероструктуры с Ge(Si) самоформирующимися наноостровками и квантовыми точками на Si(001) и релаксированных SiGe/Si(001) буферных слоях : особенности роста и фотолюминесценции : дис. ... кандидата физ.-мат. наук / Шалеев Михаил Владимирович. – М., 2006. – 152 с.
23. Юрасов, Д.В. Особенности образования наноостровков в многослойных SiGe гетероструктурах и метод селективного легирования SiGe структур сегрегирующими примесями : дис. ... кандидата физ.-мат. наук / Юрасов Дмитрий Владимирович. – М., 2012. – 153 с.
24. Lagally, M.G. Atom motion on surfaces / M.G. Lagally // *Physics Today*. – 1993. – V.11. – P. 24-31.
25. Voigtlander, B. Fundamental processes in Si/Si and Ge/Si epitaxy studied by scanning tunneling microscopy during growth / B. Voigtlander // *Surface Science Reports*. – 2001. – V.43. – P. 127-254.
26. Ашкрофт, Н. Физика твердого тела / Н. Ашкрофт, Н. Мермин. – М. : Мир, 1979. – Т.1. – С. 88.
27. Chen, X. Vacancy-Vacancy Interaction on Ge-Covered Si(001) / X. Chen, F. Wu, Z. Zhang, M.G. Lagally // *Physical Review Letters*. – 1994. – V.73. – P. 850-853.
28. Tong, S. Normal-incidence Ge quantum-dot photodetectors at 1.5 μm based on Si substrate / S. Tong, J.L. Liu, J. Wan, Kang L. Wang // *Applied Physics Letters*. – 2002. – V.80. – P. 1189-1191.
29. Goldfarb, I. Nucleation of "Hut" Pits and Clusters during Gas-Source Molecular-Beam Epitaxy of Ge/Si(001) in In Situ Scanning Tunneling Microscopy / I. Goldfarb, P.T. Hayden, J.H.G. Owen, G.A. Briggs // *Physical Review Letters*. – 1997. – V.78. – P. 3959-3962.
30. Brunner, K. Si/Ge nanostructures / K. Brunner // *Reports on Progress in Physics*. – 2002. – V.65. – P. 27-72.
31. Кукушкин, С.А. Зарождение когерентных полупроводниковых островков при росте по механизму Странского-Крастанова, индуцированное упругими

- напряжениями / С.А. Кукушкин, А.В. Осипов, F. Schmitt, P. Hess // Физика и техника полупроводников. – 2002. – Т.36. – №.10. – С. 1177-1185.
32. Tu, Y. Origin of Apparent Critical Thickness for Island Formation in Heteroepitaxy / Y. Tu, J. Tersoff // Physical Review Letters. – 2004. – V.93. – P. 216101-216104.
 33. Yurasov, D.V. Features of two-dimensional to three-dimensional growth mode transition of Ge in SiGe/Si(001) heterostructures with strained layers / D.V. Yurasov, Yu.N. Drozdov, M.V. Shaleev, A.V. Novikov // Applied Physics Letters. – 2009. – V.95. – P. 151902-151904.
 34. Дроздов, Ю.Н. Исследование перехода эпитаксиальной пленки Ge от послойного к трехмерному росту в гетероструктурах с напряженными подслоями SiGe / Ю.Н. Дроздов, А.В. Новиков, М.В. Шалеев, Д.В. Юрасов // Физика и техника полупроводников. – 2010. – Т.44. – Вып. 4. – С. 538–543.
 35. Tersoff, J. Barrierless Formation and Faceting of SiGe Islands on Si(001) / J. Tersoff, B.J. Spencer, A. Rastelli, H. von Kanel // Physical Review Letters. – 2002. – V.89. – P. 196104-196107.
 36. Rastelli, A. Island formation and faceting in the SiGe/Si(001) system / A. Rastelli, H. von Knel // Surface Science. – 2003. – V.532–535. – P. 769-773.
 37. Vailionis, A. Pathway for the Strain-Driven Two-Dimensional to Three-Dimensional Transition during Growth of Ge on Si(001) / A. Vailionis, et al. // Physical Review Letters. – 2000. – V.85. – P. 3672-3675.
 38. Mo, Y.-W. Kinetic pathway in Stranski-Krastanov growth of Ge on Si(001) / Y.-W. Mo, D.E. Savage, B.S. Swartzentruber, M.G. Lagally // Physical Review Letters. – 1990. – V.65. – P. 1020-1023.
 39. Ross, F.M. Coarsening of Self-Assembled Ge Quantum Dots on Si(001) / F.M. Ross, J. Tersoff, R.M. Tromp // Physical Review Letters. – 1998. – V.80. – P. 984-987.
 40. Floro, J.A. SiGe coherent islanding and stress relaxation in the high mobility regime / J.A. Floro et al. // Physical Review Letters. – 1997. – V.79. – P. 3946-3949.
 41. Dashiell M.W. Photoluminescence investigation of phononless radiative recombination and thermal-stability of germanium hut clusters on silicon(001) /

- M.W. Dashiell, U. Denker, O.G. Schmidt // *Applied Physics Letters*. –2001. – V.79(14). – P. 2261-2263.
42. Tersoff, J. Self-Organization in Growth of Quantum Dot Superlattices/ J. Tersoff, C. Teichert, M.G. Lagally // *Physical Review Letters*. – 1996. – V.76. – P. 1675-1678.
 43. Le Thanh, V. Vertically self-organized Ge/Si(001) quantum dots in multilayer structures / V. Le Thanh et al. // *Physical Review B*. – 1999. – V.60. – P. 5851-5857.
 44. Schmidt, O.G. Multiple layers of self-assembled Ge/Si islands: Photoluminescence, strain fields, material interdiffusion, and island formation / O.G. Schmidt, K. Eberl // *Physical Review B*. – 2000. – V.61. – P. 13721-13729.
 45. Luth, H. Semiconductor nanostructures: a new impact on electronics / H. Luth // *Applied Surface Science*. – 1998. – V.130. – P. 855–865.
 46. Зиновьев, В.А. Зарождение и рост упорядоченных групп квантовых точек SiGe / В.А. Зиновьев и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2015.– Т.49. – Вып.2. – С. 155-159.
 47. Bayer, M. Coupling and Entangling of Quantum States in Quantum Dot Molecules/ M. Bayer et al. // *Science*. – 2001. – V.291(5503). – P. 451-453.
 48. Kiravittaya, S. Advanced quantum dot configurations / S. Kiravittaya, A. Rastelli, O.G. Schmidt // *Reports on Progress in Physics*. – 2009. – V.72. – P. 046502.
 49. Yakimov, A.I. Calculating the energy spectrum and electronic structure of two holes in a pair of strained Ge/Si coupled quantum dots / A.I. Yakimov, A.A. Bloshkin, A.V. Dvurechenskii // *Physical Review B*. – 2010. – V.81. – P. 115434.
 50. Максимов, М.В. Квантовые точки как активная среда оптоэлектронных приборов : автореф. дис. ... доктора физ.-мат. наук: 01.04.10 / Максимов Михаил Викторович. – СПб., 2009. – 38 с.
 51. Жуков, А.Е. Приборные характеристики длинноволновых лазеров на основе самоорганизующихся квантовых точек / А.Е. Жуков, М.В. Максимов, А.Р. Ковш // *Физика и техника полупроводников*. – 2012. – Т.46(10). – P. 1249-1273.

52. Naval, L. Optimization of $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ waveguide photodetectors operating at $\lambda = 1.3 \mu\text{m}$ IEEE / L. Naval, B. Jalali, L. Gomelsky, J.M. Liu // J. Lightwave Technol. – 1996. – V.14. – P. 787-797.
53. Jalali, B. Si-based receivers for optical data links / B. Jalali, L. Naval, J. Levi // Lightwave Technol. – 1994. – V.12. – P. 1930-1934.
54. Алфёров, Ж.И. Инжекционный гетеролазер на основе массивов вертикально связанных квантовых точек InAs в матрице GaAs / Ж.И. Алфёров и др. // Физика и техника полупроводников. – 1996. – Т.30. – P. 351-356.
55. Liao, M.H. Electroluminescence from the Ge quantum dot MOS tunneling diodes / M.H. Liao et al. // Electron Device Letters, IEEE. – 2006. – V.27. – P. 252-254.
56. Talalaev, V.G. Transient spectroscopy of InAs quantum dot molecules / V.G. Talalaev et al. // Applied Physics Letters. – 2004. – V.85. – № 2. – P. 284-286.
57. Schmidt, O.G. Long-range ordered lines of self-assembled Ge islands on a flat Si .001. surface / O.G. Schmidt et al. // Applied Physics Letters. – 2000. –V.77. – P. 4139-4141.
58. Schmidt, O.G. Strain and band-edge alignment in single and multiple layers of self-assembled Ge/Si and GeSi/Si islands // O.G. Schmidt, K. Eberl, Y. Rau // Physical Review B. – 2000. –V.62 (24). – P. 16715-16720.
59. Wen-Hao, Chang Effects of spacer thickness on optical properties of stacked Ge/Si quantum dots grown by chemical vapor deposition/ Wen-Hao Chang et al. // Journal of Applied Physics. – 2003. – V.93(9). – P. 4999.
60. Marchetti, R. Vertical and lateral ordering of Ge islands grown on Si(001): theory and experiments / R. Marchetti et al. // Applied Physics Letters. – 2005. –V.87. – P. 261919.
61. Xie, Q. Vertically Self-Organized InAs Quantum Box Islands on GaAs(100) / Q. Xie, A. Madhukar, P. Chen, N.P. Kobayashi // Physical Review Letters. – 1995. – V.75. – P. 2542-2545.
62. Shtinkov, N. Strain-induced vertical self-organization of semiconductor quantum dots / N. Shtinkov // Journal Applied Physics. – 2013. – V.114. – P. 243513.

63. Hanke, M. Vertical composition gradient in In Ga As/Ga As alloy quantum dots as revealed by high-resolution x-ray diffraction / M. Hanke et al. // J. Applied Physics Letters. – 2004. – V.85. – P. 3062-3064.
64. Zhong, J. Dependence of surface strain on island geometry in embedded quantum-dot systems / Zhong J., Wells J. C. Niu, Zhang Z. // Surface Science. – 2003. – V.539. – P. 525-530.
65. Cherkashin, N. Determination of stress, strain, and elemental distribution within In(Ga)As quantum dots embedded in GaAs using advanced transmission electron microscopy / N. Cherkashin et al. // Applied Physics Letters. – 2013. – V.102. – P. 173115.
66. Montalenti, F. Vertical and lateral ordering of Ge islands grown on Si(001): theory and experiments / F. Montalenti et al. // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2007. – V.19. – P. 225001.
67. Zinovyev, V.A. Strain-Induced Formation of Fourfold Symmetric SiGe Quantum Dot Molecules / V.A. Zinovyev, A.V. Dvurechenskii, P.A. Kuchinskaya, V.A. Armbrister // Physical Review Letters. – 2013. – V.111. – P. 265501.
68. Hesse, A. Effect of overgrowth on shape, composition, and strain of SiGe islands on Si(001) / A. Hesse, et al. // Physical Review B. – 2002. – V.66. – P. 085321.
69. Stangl, J. Effect of overgrowth temperature on shape, strain, and composition of buried Ge islands deduced from x-ray diffraction / J. Stangl et al // Applied Physics Letters. – 2003. – V.82(14). – P. 2251-2253.
70. Kegel, I. Determination of strain fields and composition of self-organized quantum dots using x-ray diffraction / I. Kegel et al. // Physical Review B. – 2001. – V.63 – P. 035318.
71. Qin, L. Raman scattering of Ge/Si dot superlattices under hydrostatic pressure / L. Qin et al. // Physical Review B. – 2001. – V.64. – P. 075312.
72. Laghumavarapu, R.B. Improved device performance of InAs/GaAs quantum dot solar cells with GaP strain compensation layers / R.B. Laghumavarapu, M. El-Emawy, N. Nuntawong, A. Moscho // Applied Physics Letters. – 2007. – V.91. – P. 243115.

73. Шалеев, М.В. Влияние напряженного Si-слоя на фотолюминесценцию Ge(Si) самоформирующихся островков, выращенных на релаксированных SiGe/Si(001)-буферных слоях / М.В. Шалеев и др. // Физика и техника полупроводников. – 2007. – Т.41(2). – С. 172-176.
74. Mervyn, R. Efficient method for calculating electronic states in self-assembled quantum dots / R Mervyn, P.A. Maksym // Physical Review B. – 2003. – V.68(23). – P. 235308.
75. Новиков, А.В. Исследование роста и свойств самоорганизующихся наноструктур GeSi на Si(001) : дис. ... кандидата физ.-мат. наук / Новиков Алексей Витальевич. – М., 2001. – 136 с.
76. Hesse, A. Struth Effect of overgrowth on shape, composition, and strain of SiGe islands on Si(001) / A. Hesse et al. // Physical Review B. – 2002. – V.66. – P. 085321.
77. Hrauda, N. X-ray diffraction study of the composition and strain / N. Hrauda et al. // European Physical Journal - Special Topics. – 2009. – V.167. – P. 41-46.
78. Синдо, Д. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия / Д. Синдо, Т. Оикава. – М. : Техносфера, 2006. – 265 с..
79. Gatan, Inc. Precision Ion Polishing System User's Guide Revision 3 // November 1998.
80. Hytch, M.J. Mapping stress and strain in nanostructures by high-resolution transmission electron microscopy / M.J. Hytch, F. Houdellier // Microelectronic Engineering. – 2007. – V.84. – P. 460-463.
81. Ganesh, K.J. D-STEM: A Parallel Electron Diffraction Technique Applied to Nanomaterials / K.J. Ganesh, M. Kawasaki, J.P. Zhou, P.J. Ferreira // Microsc. Microanal. – 2010. – V.16. – P. 614-621.
82. Béch , A. Improved accuracy in nano beam electron diffraction / A. B   , L. Cl  ment, J.-L. Rouvi  re // Journal of Physics: Conference Series. – 2010. – V.209. – P. 012063.
83. Williams David, B. Transmission electron microscopy: a textbook for materials science / Williams David B., Carter C. Barry. – New-York : Springer, 2009. – 932 p.

84. Hytch, M.J. Measurement of the displacement field of dislocations to $0.03\text{\AA}$ by electron microscopy / M.J. Hytch, J.-L. Putaux, J.-M. Penisson // *Nature*. – 2003. – V.423. – P. 270-273.
85. Hytch, M.J. Stress and strain around grainboundary dislocations measured by high-resolution electron microscopy / M.J. Hytch, J.-L. Putaux, J. Thibault // *Philosophical Magazine*. – 2006. – V.86. – P. 4641-4656.
86. Дроздов, Ю.Н. Исследование перехода эпитаксиальной пленки Ge от послойного к трехмерному росту в гетероструктурах с напряженными подслоями SiGe / Ю.Н. Дроздов, А.В. Новиков, М.В. Шалеев, Д.В. Юрасов // *Физика и техника полупроводников*. – 2010. – Т.44(4). – С. 538-543.
87. Шалеев, М.В. Переход от двумерного к трехмерному росту пленки Ge при ее осаждении на релаксированные SiGe/Si(001) буферные слои / М.В. Шалеев и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2013. – Т. 47(3) – С. 404-409;
88. Vanfleet, R.R. Silicon–germanium interdiffusion and interfaces in self-assembled quantum dots / R.R. Vanfleet et al. // *Applied Physics A*. – 2007. – V.86(1). – P. 1-9.
89. Apertz, R. Photoluminescence and electroluminescence of SiGe dots fabricated by island growth / R. Apertz, L. Vescan, A. Hartmann, C. Dieker, H. Luth // *Applied Physics Letters*. –1995. – V.66. – P. 445-447.
90. Безухов, Н.И. Основы теории упругости, пластичности и ползучести / Н.И. Безухов. – Изд. 2-е, испр. и доп. – М. : Высшая школа, 1968. – 512 с.
91. Кривцов, А.М. Сравнение микромодулей описания упругих свойств алмаза / А.М. Кривцов, О.С. Лобода, С.С. Хакало // *Механика твёрдого тела*. – 2012. – № 5. – С. 44-52.
92. Kittel, C. Introduction to Solid State Physics: 8th ed / C. Kittel. – John Wiley & Sons, Inc. : Hoboken, USA, 2005 – 682 p.
93. Wortman, J.J. "Youngs' Modulus, Shear Modulus and Poisson's Ratio in Silicon and Germanium / J.J. Wortman, R.A. Evans // *Journal of Applied Physics*. – 1965. – V.36. – P. 153-156.

94. Denton, A.R. Vegard's law / A.R. Denton, N.W. Ashcroft // *Physical Review A*. – 1991. – V. 43. – P. 3161-3164.
95. Болховитянов, Ю.Б. Кремний-германиевые эпитаксиальные плёнки: физические основы получения напряжённых и полностью релаксированных гетероструктур / Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, С.И. Чикичев // *Успехи физических наук*. – 2001. – V.171(7). – С. 689-715.
96. Béché, A. Strain measurement at the nanoscale: Comparison between convergent beam electron diffraction, nano-beam electron diffraction, high resolution imaging and dark field electron holography / A. Béché, J.L. Rouvière, J.P. Barnes, D. Cooper // *Ultramicroscopy*. – 2013. – V.131. – P. 10-23.
97. Apertz, R. Photoluminescence and electroluminescence of SiGe dots fabricated by island growth / R. Apertz et al. // *Applied Physics Letters*. – 1995. – V.66. – P. 445-447.
98. Sunamura, H. Island formation during growth of Ge on Si(100): A study using photoluminescence spectroscopy / H. Sunamura, N. Usami, Y. Shiraki, S. Fukatsu // *Applied Physics Letters*. – 1995. – V.66. – P. 3024-3026.
99. Schittenhelm, P. Photoluminescence study of the crossover from two-dimensional to three-dimensional growth for Ge on Si(100) / P. Schittenhelm et al. // *Applied Physics Letters*. – 1995. – V.67. – P. 1292-1294.
100. Vescan, L. Size distribution and electroluminescence of self-assembled Ge dots / L. Vescan et al. // *Journal of Applied Physics*. – 2000. – V.87. – P. 7275-7282.
101. Лобанов, Д.Н. Влияние параметров Ge(Si)/Si(001) самоформирующихся островков на их электролюминесценцию при комнатной температуре / Д.Н. Лобанов, и др. // *Физика и техника полупроводников*. – 2009. – Т.43. – Вып. 3. – С. 332-336.
102. Lobanov, D.N. Electroluminescence and photoconductivity of GeSi heterostructures with self-assembled islands in the wavelength range 1.3–1.55 μm / D.N. Lobanov et al. // *Physica E*. – 2009. – V.41. – P. 935-938.

103. Yakimov, A.I. Normal-incidence infrared photoconductivity in Si p-i-n diode with embedded Ge self-assembled quantum dots / A.I. Yakimov et al // Applied Physics Letters. – 1999. – V.75. – P. 1413-1415.
104. Krasilnik, Z.F. SiGe nanostructures with self-assembled islands for Si-based optoelectronics / Z.F. Krasilnik et al. // Semiconductor Science and Technology. – 2011. – V.26. – P. 014029.
105. Tong, S. Normal-incidence Ge quantum-dot photodetectors at 1.5 μm based on Si substrate / S. Tong, J.L. Liu, J. Wan, K.L. Wang // Applied Physics Letters. – 2002. – V.80. – P. 1189-1191.
106. Montoro, L.A. Revealing Quantitative 3D Chemical Arrangement on Ge/Si Nanostructures / L.A. Montoro et al. // The Journal of Physical Chemistry C. – 2009. – V.113. – P. 9018.
107. Wen-Hao Chang Effects of spacer thickness on optical properties of stacked Ge/Si quantum dots grown by chemical vapor deposition / Wen-Hao Chang et al. // Journal of Applied Physics. –2003. –V.93. – P. 4999.
108. Seta, M. De Effect of interlayer strain interaction on the island composition and ordering in Ge/Si(001) island superlattices / M.D. Seta et al. // Journal of Applied Physics. – 2007. –V.102. – P. 043518.