

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК CdTe,
ПОЛУЧЕННЫХ ВАКУУМНЫМ НАПЫЛЕНИЕМ
В КВАЗИЗАМКНУТОМ ОБЪЕМЕ**

У. Р. Наимов¹, Р. Б. Хамрокулов², Н. Султонов², А. Т. Акобиров²

*Кафедра «Радиотехника» (1), resbn@jesby.tstu.ru,
ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия;
кафедра физической электроники (2), Таджикский национальный
университет, г. Душанбе, Республика Таджикистан*

Ключевые слова: квазизамкнутый объем; напыление; поликристаллическая пленка; рентгеноструктурный анализ; теллурид кадмия.

Аннотация: Приведены результаты рентгенографических исследований пленок теллурида кадмия на подложках из GaAs, Si и CdTe, полученных методом вакуумного напыления в квазизамкнутом объеме. Приведены результаты исследования структурных характеристик. Установлено, что пленки теллурида кадмия, полученные вакуумным напылением в квазизамкнутом объеме на различных монокристаллических подложках, обладают поликристаллической структурой с размерами зерен 140...175 Å. С ростом толщины пленок кристаллиты становятся более дефектными, что препятствует росту размера кристаллитов и способствует возрастанию микроискажений. Толщина активной пленки теллурида кадмия варьировалась от 30 до ~500 мкм. Сравнительно толстые пленки на вышеуказанных подложках были получены в два приема – сначала получили активную пленку толщиной ~100 мкм, далее ее охлаждали со скоростью 2°/мин до комнатной температуры и осаждали второй слой пленки. Наиболее толстые пленки до 570 мкм получили для системы CdTe–CdTe. Исследования проводили на дифрактометре ДРОН-1.

Пленки CdTe получены методом термического испарения в вакууме и последующей конденсацией на монокристаллических подложках из CdTe, GaAs и Si [1]. При конденсации на подложке 110 GaAs преимущественную ориентацию в пленках CdTe имеют плоскости 100 и 111, параллельные плоскости подложки. В случае использования в качестве подложки 111 Si получили пленки 111 CdTe, что согласуется с литературными данными [2]. Возможно получение монокристаллических пленок CdTe на подложке 100 GaAs с ориентацией плоскостей 110. Известно, что форма кристаллитов зависит от того, какая плоскость оказывается энергетически выгодной при осаждении из газовой фазы. В случае CdTe, которая имеет структуру типа цинковой обманки, этими плоскостями являются 100, 110 или 111. Обычно в подобных структурах направление преимущественной ориентации при росте пленки имеет грани 100, 110 или 111 [2].

Исследования тонких пленок теллурида кадмия, проведенных методом рентгеноструктурного анализа, показали, что микроструктура пленок зависит от температуры подложки и при этом возможно образование аморфной гексагональной и кубической модификаций [3].

В работах [4, 6] получены тонкие и сравнительно толстые пленки теллурида кадмия на различных подложках. Однако авторы данных работ стремились получить монокристаллические пленки. Несмотря на то, что для решения большинства задач полупроводниковой техники и микроэлектроники необходимы поликристаллические пленки соединений A_2B_6 , исследований по технологии получения поликристаллических пленок и изучению их свойств крайне мало.

В данной работе приведены результаты рентгенографических исследований полученных на подложках из GaAs, Si и CdTe методом вакуумного напыления в квазизамкнутом объеме (**КЗО**) пленок. Толщина активной пленки теллурида кадмия варьировалась от 30 до ~500 мкм.

Исследования проводили на дифрактометре ДРОН-1 с использованием рентгеновской трубки с медным антикатодом CuK_α . На спектре излучения трубки с антикатодом имеется характеристические излучения K_α с длиной волны 1,54 Å и линии K_β с длиной волны 1,39 Å. Излучение K_β фильтруется при помощи никеля – никель практически полностью поглощает K_β , а K_α полностью проходит через фильтр.

Для регистрации рассеянного излучения использовали гониометр ГУР-5, где предусмотрено раздельное и собственное вращения счетчика и образца. Использован режим соотношения скоростей 2:1, то есть скорости вращения счетчика и образца составляли 1 и 0,5 °/мин соответственно.

Регистрацию интенсивности рассеяния I осуществляли сцинтилляционным счетчиком. Углы дифракционных максимумов (по шкале гониометра и по диаграмме на ленте самописца) измеряли с точностью 0,03 мин.

Дифракционные максимумы для монокристаллов обладают некоторой шириной, которая определяется по уравнению [4]:

$$\Delta\theta_{1/2} = \frac{\sqrt{\ln 2} \lambda}{2\sqrt{\pi} \cos \theta L}, \quad (1)$$

где $\Delta\theta_{1/2}$ – полуширина максимума интенсивности; λ – длина характеристического рентгеновского излучения; L – размер монокристалла.

Если $L = 0,1$ мм (размер кристалла выбираем равным ширине первой щели в гониометре) при $\theta_{\max} = 30^\circ$, то, согласно формуле (1), кристалл размером 0,1 мм дает полуширину $\Delta\theta_{1/2} \approx 1,4 \cdot 10^{-5}$ рад, что соответствует трем угловым секундам.

Таким образом, условия Брэгга для монокристаллов соблюдаются строго и размытие рефлексов начинается при размерах монокристалла $10^{-3} \dots 10^{-4}$ мм, то есть коллоидных размерах.

Для поликристаллических веществ наличие кристаллитов с размером $L \geq 10^{-4}$ мм влечет за собой дифракционное расширение рефлекса, которое поддается измерению, когда $L \geq 10^{-4}$ мм (1000 Å), то есть $L = (50 \dots 1000) \lambda$.

Полуширина рефлексов определяется формулой Шерера [5]

$$\Delta\varphi = \frac{\lambda}{h_k \cos \theta}, \quad (2)$$

где h_k – проекция линейного размера кристаллита на направление вдоль экватора рентгенограммы; $\Delta\varphi$ – полуширина дифракционного максимума; θ – половина угла дифракции.

Размытие рефлексов, то есть уширение рефлексов, обусловлено малым числом параллельных друг другу отрастающих плоскостей.

Полуширина дифракционного максимума для монокристаллических подложек, в соответствии с уравнением (1), составляет несколько секунд, и фактически, профиль дифракционного максимума представляет собой профиль первичного пучка. В наших опытах ширина первичного пучка на половине максимума интенсивности составляет $16'$.

Пленки толщиной более чем 250 мкм обычным способом, то есть непрерывным осаждением, получить не удалось. Сравнительно толстые пленки на вышеуказанных подложках были получены в два приема – сначала получили активную пленку толщиной ~ 100 мкм, далее ее охлаждали со скоростью $2^\circ/\text{мин}$ до комнатной температуры и осаждали второй слой пленки. Наиболее толстые пленки до 570 мкм получили для системы CdTe–CdTe.

Характерные дифрактограммы пленок разной толщины системы CdTe–CdTe представлены на рис. 1, где приведена дифрактограмма пленок теллурида кадмия разной толщины на подложках CdTe. Пленки, как и в предыдущих случаях, имеют поликристаллическую структуру, о чем свидетельствуют характерные для поликристаллических веществ полуширины рефлексов.

На рисунке 2 показан график зависимости размеров кристаллитов h_k от толщины пленок D . С ростом толщины пленок D от 240 до 570 мкм интенсивность в максимуме рефлекса (отражение под углом 23°) уменьшается на 26 % (табл. 1), а размеры кристаллитов на 30 % (см. рис. 1, 2) Согласно теории дифракции рентгеновских лучей, интенсивность дифракционных рефлексов I пропорциональна квадрату размера кристаллитов ($I \sim h_k^2$), однако, полуширина рефлекса пропорциональна первой степени h_k . Таким образом, уменьшение интенсивности рефлексов по мере увеличения толщины пленок в первом приближении можно объяснить уменьшением размеров кристаллитов (см. рис. 1).

В таблице 1 приведены структурные характеристики «толстых» пленок теллурида кадмия на подложках из CdTe, GaAs и Si и их зависимость от толщины пленок. Толщина пленок на подложке из Si меняется в пределах 280...340 мкм; GaAs – 250...420 мкм; CdTe – 240...570 мкм.

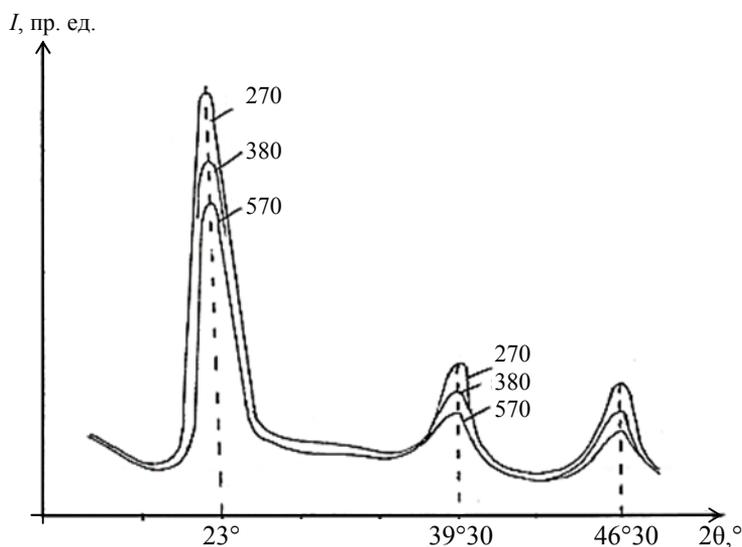


Рис. 1. Дифрактограмма пленок CdTe различной толщины на подложках CdTe

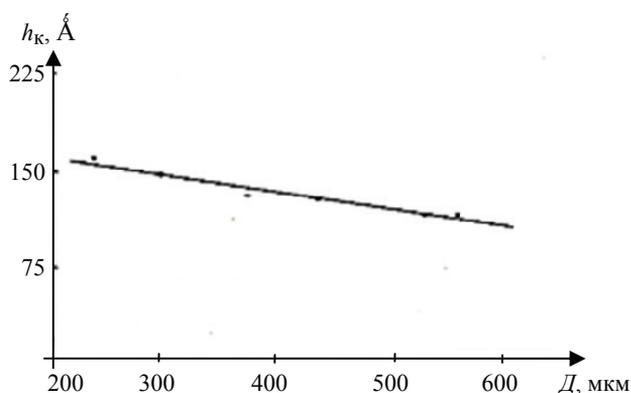


Рис. 2. График зависимости размеров h_k кристаллитов от толщины пленок D

Таблица 1

Структурные характеристики «толстых» пленок теллурида кадмия на подложках из CdTe, GaAs и Si и их зависимости от толщины пленок

Образцы	Толщина пленки, D , мкм	Температура подложки, T_p , К	Размер кристаллитов, h_k , Å	Межплоскостное расстояние, d , Å
CdTe–CdTe	240	493	160	3,8861
	300		148	3,8962
	380		138	3,8880
	440			3,8694
	540		112	3,8808
	570			3,8542
CdTe–GaAs	250		175	3,8090
	280		160	3,8866
	330			
	400		150	
	420			
CdTe–Si	280		150	3,8542
	340	135	3,8037	

Следует подчеркнуть, что падение h_k на 30 % должно было бы привести к большему изменению интенсивности, чем на 36 %. Действительно, при росте h_k на 31 % относительное изменение интенсивности должно составлять $\Delta I \sim (\Delta h)^2 = (1,26)^2 \cong 1,60$, то есть 60 %. Таким образом, наблюдаемое изменение интенсивности (26 %) более чем в два раза меньше, чем расчетное. Данный факт свидетельствует о том, что кристаллиты при больших толщинах пленок получаются более дефектными (установлено на основе анализа интенсивности дифракционных максимумов, диффузного рассеяния и изменения размеров кристаллитов.), рост размеров кристаллитов замедляется и происходит возрастание микроискажений.

Молекулярная и кристаллитная структура пленок, полученных на различных подложках, определяется параметрами процессов осаждения из газовой фазы.

Эффект возрастания толщины пленок при двухэтапном осаждении имеет место и для подложек из GaAs и Si. Максимальная толщина пленок для подложки

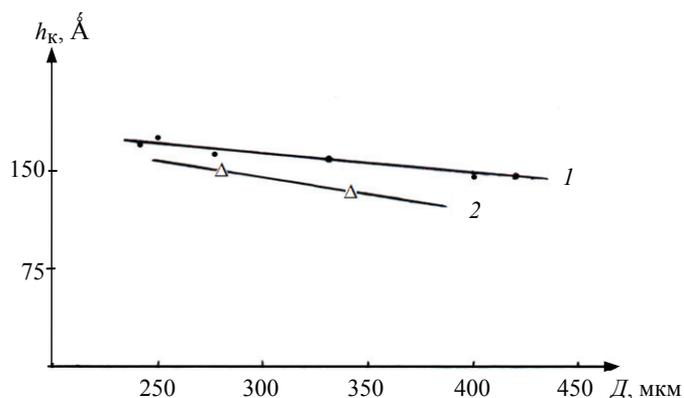


Рис. 3. Графики зависимостей размеров кристаллитов от толщины пленок:
1 – CdTe–GaAs; 2 – CdTe–Si

из Si составляла 340 мкм; GaAs – 420 мкм (см. табл. 1 и рис. 3). Для всех типов образцов – CdTe–CdTe, CdTe–Si и CdTe–GaAs размеры кристаллитов, определенных по рефлексу 111 под углом отражения $2\theta = 23^\circ$, составляют величину (160...175) Å. Получение толстых пленок на различных подложках позволяет путем шлифовки снять верхнюю часть пленки и получить пленку нужной толщины.

Таким образом, установлено, что пленки теллурида кадмия, полученные вакуумным напылением в КЗО на различных монокристаллических подложках, обладают поликристаллической структурой с размерами зерен 140...175 Å. С ростом толщины пленок кристаллиты становятся более дефектными, что препятствует росту размера кристаллитов и способствует возрастанию микроискажений.

Список литературы

1. Султонов, Н. С. Структурные изменения в монокристаллах теллурида кадмия при облучении ионами аргона / Н. С. Султонов, А. Т. Акобиров, Р. Б. Хамрокулов // Вестн. Таджикского национ. ун-та. – 2006. – № 2. – С. 55 – 58.
2. Touskova J., Tosek J., Klier E., Kužel R. Preparation and Basic Electrical Properties of CdTe Thick Films / J. Touskova [et al.] // Phys. Status Solidi. – 1979. – Vol. 56, No. 1. – P. 315 – 322.
3. Султонов Н.С., Акобиров А.Т., Азизов К., Хамрокулов Р.Б. Структура и электрические свойства пленок CdTe / Н. С. Султонов [и др.] // Вестн. Таджикского национ. ун-та. – 2011. – № 6 (70). – С. 26 – 31.
4. Уманский, М. М. Аппаратура рентгеноструктурных исследований / М. М. Уманский. – М. : Физматгиз, 1960. – 348 с.
5. Гинье, А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика / А. Гинье ; пер. с фр. Е. Н. Беловой, С. С. Квитки, В. П. Тарасовой ; под ред. акад. Н. В. Белова. – М. : Наука, 1961. – 604 с.

Examination of the Structure of CdTe Films Obtained by Vacuum Spraying in a Quasiclosed Volume

U. R. Naimov¹, R. B. Khamrokulov², N. Sultonov², A. T. Akobirova²

Department of Radio Engineering (1), resbn@jesby.tstu.ru, TSTU, Tambov, Russia;

Department of Physical Electronics (2), Tajik National University, Dushanbe, Republic of Tajikistan

Keywords: quasiclosed volume; spraying; polycrystalline film; X-ray diffraction analysis; cadmium telluride.

Abstract: The results of X-ray diffraction studies of cadmium telluride films on GaAs, Si, and CdTe substrates obtained by vacuum deposition in a quasi-closed volume are presented. The results of the study of structural characteristics are presented. It has been established that cadmium telluride films obtained by vacuum deposition in a quasi-closed volume on various single-crystal substrates have a polycrystalline structure with grain sizes of 140–175 Å. With increasing film thickness, crystallites become more defective, which prevents the growth of crystallite size and contributes to an increase in micro distortions. The thickness of the active cadmium telluride film varied from 30 to ~ 500 µm. Comparatively thick films on the above substrates were obtained in two steps - first, an active film ~ 100 µm thick was obtained, then it was cooled at a rate of 2 ° per minute to room temperature, and then a second film layer was deposited. The thickest films up to 570 µm were obtained for the CdTe-CdTe system. Studies were performed on a DRON-1 diffractometer.

References

1. Sul'tonov N.S., Akobirova A.T., Khamrokulov R.B. [Structural changes in single crystals of cadmium telluride upon irradiation with argon ions], *Vestnik Tadjikskogo natsional'nogo universiteta* [Bulletin of the Tajik National University], 2006, no. 2, pp. 55-58. (In Russ.)
2. Touskova J., Tosek J., Klier E., Kužel R. Preparation and Basic Electrical Properties of CdTe Thick Films, *Phys. Status Solidi*, 1979, vol. 56, no. 1, pp. 315-322.
3. Sul'tonov N.S., Akobirova A.T., Azizov K., Khamrokulov R.B. [The structure and electrical properties of CdTe films], *Vestnik Tadjikskogo natsional'nogo universiteta* [Bulletin of the Tajik National University], 2011, no. 6 (70), pp. 26-31. (In Russ.)
4. Umanskiy M.M. *Apparatura rentgenostrukturnykh issledovaniy* [Equipment x-ray studies], Moscow: Fizmatgiz, 1960, 348 p. (In Russ.)
5. Gin'ye A. *Rentgenografiya kristallov. Teoriya i praktika* [Radiography of crystals. Theory and practice], Moscow: Nauka, 1961, 604 p. (In Russ.)

Untersuchung der Struktur der durch Vakuumspritzen im quasi geschlossenen Volumen erhaltenen CdTe- Folien

Zusammenfassung: Es sind die Ergebnisse der Röntgenuntersuchungen der Cadmiumtellurid-Folien auf GaAs, Si und CdTe Substraten, die durch Vakuumspritzen in einem quasi geschlossenen Volumen erhalten worden sind, vorgestellt. Die Ergebnisse der Untersuchung der strukturellen Eigenschaften sind angeführt. Es ist festgestellt, dass Cadmiumtellurid-Folien, die durch Vakuumspritzen in einem quasi geschlossenen Volumen auf verschiedenen einkristallinen Substraten erhalten worden sind, eine polykristalline Struktur mit Korngrößen von 140–175 Å aufweisen. Mit zunehmender Foliendicke werden Kristallite fehlerhafter, was das Wachstum der Größe der Kristallite verhindert und zu einer Zunahme von Mikroverzerrungen beiträgt. Die Dicke der aktiven Cadmiumtellurid-Folie lag zwischen 30 und ~ 500 Mikrometer. Verhältnismäßig dicke Folien auf den oben genannten Substraten wurden in zwei Schritten erhalten - zuerst wurde eine aktive Folie mit einer Dicke von ~ 100 Mikrometer erhalten, dann wurde sie mit einer Geschwindigkeit von 2° pro Minute auf Zimmertemperatur abgekühlt und dann wurde die zweite Folienschicht abgeschieden. Für das CdTe-CdTe-System wurden die dicksten Folien bis 570 Mikrometer erhalten. Die Studien wurden auf dem DRON-1-Diffraktometer durchgeführt.

Étude de la structure des films CdTe obtenus par la pulvérisation sous vide dans un volume quasi-fermé

Résumé: Sont présentés les résultats des études radiographiques des films de tellure de cadmium sur des substrats de GaAs, Si et CdTe obtenus par la pulvérisation sous vide dans un volume quasi-fermé. Sont cités les résultats de l'étude des caractéristiques structurelles. Est établi que les films de tellure de cadmium obtenus par la pulvérisation sous vide dans un volume quasi fermé sur divers substrats monocristallins ont une structure polycristalline avec des tailles de grain de 140–175 Å. Avec l'augmentation de l'épaisseur des films, les cristaux deviennent plus défectueux, ce qui empêche la croissance de la taille des cristaux et favorise une augmentation des micro-défauts. L'épaisseur du film actif de tellure de cadmium variait de 30 à ~ 500 µm. Des films relativement épais sur les substrats ci – dessus ont été obtenus en deux étapes - d'abord on a obtenu un film actif d'une épaisseur de ~ 100 µm, puis on l'a refroidi à 2° par minute à température ambiante, ensuite on a déposé une deuxième couche du film. Les films les plus épais jusqu'à 570 µm ont été obtenus pour le système CdTe-CdTe. Des études ont été menées sur le diffractomètre DRON-1.

Авторы: *Наимов Умеджон Разибекович* – аспирант кафедры «Радиотехника», ФГБОУ ВО «ТГТУ», г. Тамбов, Россия; *Хамрокулов Раджабмурод Бадриддинович* – кандидат физико-математических наук, доцент, заведующий кафедрой физической электроники; *Султонов Низом* – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физической электроники; *Акобирова Азиза Тошпулатовна* – кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физической электроники, Таджикский национальный университет, г. Душанбе, Республика Таджикистан.

Рецензент: *Рашидов Джалил* – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики твердого тела, Таджикский национальный университет, г. Душанбе, Республика Таджикистан.