

[4] Амусья М. Я. Атомный фотоэффект. М.: Наука, 1987. 272с.

[5] Kelly H. Phys. Rev. A, 1975, v. 11, N 2, p. 556—565.

[6] Kabachnik N. M., Sazhina I. P. J. Phys. B, 1984, v. 17, N 7, p. 1335—1342.

Томский политехнический  
институт им. С. М. Кирова

Поступило в Редакцию  
6 июля 1987 г.

УДК 537.311.33

Журнал технической физики, т. 58, в. 8, 1988

## ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРНЫЕ ДЕФЕКТЫ В БЕСТИГЕЛЬНОМ КРЕМНИИ

И. М. Греськов, Н. Б. Гусева,  
И. П. Никитина, Л. М. Сорокин

В данной работе исследовалось изменение микроструктуры бездислокационных монокристаллов кремния, выращенных зонной плавкой в вакууме, аргоне или смеси аргона с водородом при нейтронном облучении и последующей термообработке. Для исследования применялись методы селективного травления и рентгеновской дифракционной топографии по Лангу.

Облучение кремния проводилось в каналах реактора ВВР-Ц с плотностями потока тепловых нейтронов  $2 \cdot 10^{12}$  и  $5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$  и соотношением тепловых и быстрых нейтронов, равным 20 : 1. Температура образцов при облучении была не более 60 °C, термообработка проводилась в интервале 600—1250 °C в кварцевых и кремниевых тиглях на воздухе или в хлорсодержащей атмосфере (ХСА), получаемой разложением  $\text{CCl}_4$  в присутствии кислорода. Подобная обработка кремния используется для ядерного легирования, обеспечивающего высокую однородность по удельному сопротивлению [1].

Структурные дефекты изучали в пластинах толщиной 0.5—2.0 мм, вырезанных из внутренней части облученных и термообработанных кристаллов.

Обнаружено различие в структуре облученных и необлученных образцов после термообработки.

В исходных кристаллах, выращенных в среде аргона с водородом, рентгеновской топографией обнаружены крупные дефекты с размером дифракционного изображения до десятков микрон, которые, согласно [2], являются преципитатами водорода. При термообработке выше 600 °C даже в течение нескольких минут крупные водородные преципитаты генерируют ряды дислокационных петель в направлениях  $\langle 110 \rangle$ , образующие дислокационные розетки. Кроме того, появляются существенно меньшие дефекты размером в единицы микрон, также генерирующие ряды петель. Концентрация мелких дефектов не зависит от температуры отжига, но может сильно изменяться вдоль слитка, что указывает на их ростовое происхождение. Крупные дефекты формируются при росте кристалла за счет мелких, очищающих большие области вокруг себя (рис. 1).

После аналогичной термообработки образцов, облученных нейтронами, мелкие дефекты с рядами дислокационных петель не обнаруживаются (вплоть до 1250 °C). Вокруг больших дефектов образуются дислокационные геликоиды. Вблизи поверхности кристаллов геликоиды усеяны крупными частицами примесных выделений (рис. 2).

Во всех зонных бездислокационных монокристаллах кремния (аргонный, аргон-водородный, вакуумный) образуются различные типы микродефектов, являющиеся скоплениями точечных дефектов [3]. Тип микродефектов зависит от условий роста кристалла. Если эти дефекты не обнаруживаются в ростовом кристалле, то они выявляются после термообработки. Обычно отжиг при температуре выше 1000 °C приводит к агломерации «замороженных» при росте в неравновесном состоянии избыточных точечных дефектов и их выявлению селективным травлением.

В случае предварительного облучения кристаллов в реакторе дефекты, имеющие спиральный характер распределения, выявляются после отжига при более низких температурах (от 750 °C). Они имеют несколько меньший размер, но большую (на полтора порядка) концентрацию в отличие от микродефектов, выявляемых без облучения.

В кристаллах, содержащих в исходном состоянии микродефекты, сразу после облучения обнаруживается селективным травлением уменьшение их размера и количества. Пострадавши-

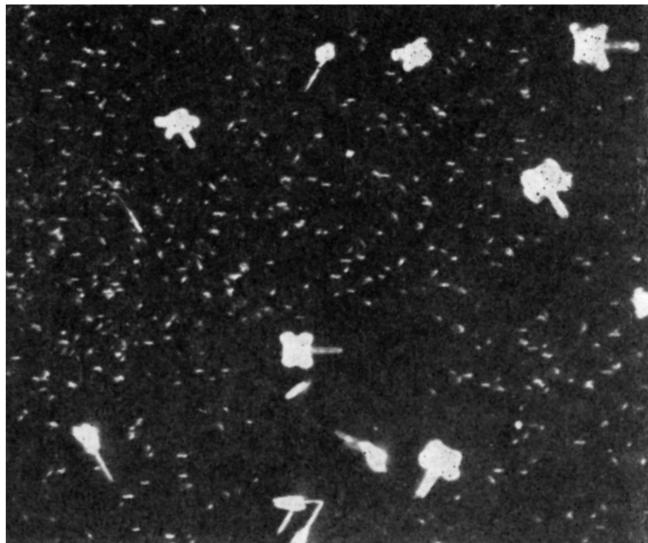


Рис. 1. Рентгеновская топограмма кристалла кремния, выращенного методом БЭП в среде Ar с водородом после отжига 800 °C 2 ч на воздухе. Метод Ланга, Mo  $K_{\alpha}$ -излучение.  $\times 20$ .

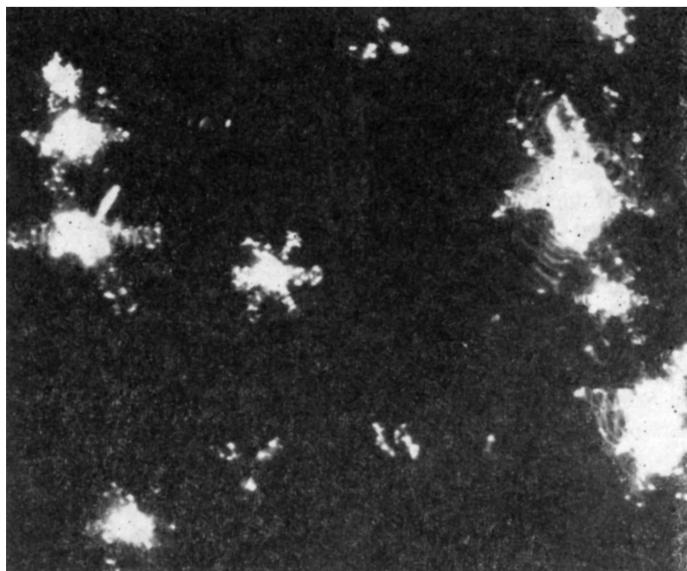


Рис. 2. Рентгеновская топограмма кристалла кремния с крупными водородными преципитатами вблизи поверхности облученного нейтронами слитка. Доза облучения  $2 \cdot 10^{17}$  н. см $^{-2}$ , отжиг 800 °C, 2 ч. Метод Ланга, Mo  $K_{\alpha}$ -излучение.  $\times 20$ .

ционная термообработка на воздухе приводит к их постепенному разрашиванию до крупных дефектов (размер дифракционного изображения на топограммах десятки микрон, концентрация  $10^6$ — $10^7$  см $^{-3}$ ).

Это типичные для высокотемпературной обработки кремния колонии преципитатов. Однако температура их образования для облученных кристаллов несколько сдвинута в сторону высоких температур (1150—1250 °C) [4]. Микродефекты, играющие роль центров гетерогенной преципитации, уменьшают свои размеры при облучении нейтронами, что приводит к повышению термостабильности кремния.

Плотность потока нейтронов и «жесткость» их спектра влияют на процесс образования микродефектов: предпочтительное образование дефектов со спиральным распределением наблюдается в кристаллах, облученных с кадмиевым поглотителем тепловых нейтронов, а также при увеличении плотности потока нейтронов.

Каких-либо специфических дефектов, которые можно было бы классифицировать как дефекты чисто радиационного происхождения, обнаружить не удалось.

Оказалось, что на образование дефектов структуры облученного кремния и их трансформацию существенно влияет среда, в которой проводится термообработка: помещение образцов в кремниевый тигель способствует снижению концентрации и размера дефектов, а термообработка в геттерирующем ХСА устраняет образование преципитатов и декорирование ростовых дефектов. В совокупности с процессом полного или частичного рассасывания дефектов при нейтронном облучении пострадиационная термообработка в геттерирующем ХСА, предотвращающей загрязнение образцов, позволяют сохранять высокое совершенство кристаллической структуры.

При термообработке на воздухе из-за повышенной абсорбционной способности облученные образцы насыщаются примесями из внешней среды. Абсорбционная способность кристаллов зависит от степени повреждения кристаллической решетки, определяемой параметрами облучения. Быстрые нейтроны играют доминирующую роль в образовании повреждений типа смешанных атомов [1].

Все наблюдаемые экспериментальные факты можно объяснить введением в кристалл при облучении большого количества дополнительных точечных дефектов. Увеличение концентраций вакансий повышает растворимость примесей в кристалле. Растворенные примеси, образуя комплексы с вакансиями, переходят в состояние с повышенной миграционной способностью и уходят на стоки [6]. Такими стоками могут быть ростовые дефекты (например, крупные водородные преципитаты) или поверхность кристалла. Из этого следует, что облучение кристаллов в виде пластин способствует выведению примесных атомов к поверхности, что улучшает структурное совершенство кристаллов при условии предотвращения проникновения примеси из внешней среды. Отжиг в ХСА устраивает возможность внешнего загрязнения, и, кроме того, создается обогащение поверхностного слоя вакансиями за счет взаимодействия хлора с кремнием [6]. Это обеспечивает более полную взаимную рекомбинацию вакансий и собственных междуузельных атомов кремния в объеме.

Анализ полученных результатов показал, что микроструктура облученного нейтронами кремния определяется в первую очередь микроструктурой ростового материала. Увеличение абсорбирующей способности поврежденной облучением решетки необходимо учитывать при высокотемпературной обработке кремния, обеспечивая повышенную очистку атмосферы отжига. Облучение, повышая растворимость примесных атомов в решетке, способствует уменьшению размеров и концентрации ростовых дефектов и улучшению тем самым структурных свойств монокристаллического кремния как материала для электронной техники.

## Литература

- [1] Смирнов Л. С., Соловьев С. П., Стась В. Ф., Харченко В. А. Сб. «Легирование полупроводников методом ядерных реакций». Новосибирск: Наука, 1981. 182 с.
- [2] Sugita Y. Jap. J. Appl. Phys., 1965, v. 4, N 12, p. 962—972.
- [3] Веселовская Н. В., Шейхет Э. Г., Неймарк К. Н., Фалькевич Э. С. Сб. «Рост и легирование п/п кристаллов и пленок». Новосибирск: Наука, 1977, ч. II, с. 284—287.
- [4] Гусева Н. Б., Ситникова А. А., Сорокин Л. М. и др. ДАН СССР, 1983, т. 268, № 6, с. 1385—1388.
- [5] Ленченко В. М., Логинов Ю. Ю. ФТТ, 1980, т. 22, № 7, с. 2072—2078.
- [6] Shizaki H. Jap. J. Appl. Phys., 1975, v. 14, N 6, p. 747—752.