

Влияние неупругих и упругих потерь энергии ионов Хе на развитие водородных блистеров в кремнии

© В.Ф. Реутов,¹ С.Н. Дмитриев,¹ А.С. Сохацкий,¹ А.Г. Залужный²

¹ Объединенный институт ядерных исследований,
141980 Дубна, Московская обл., Россия

² Национальный исследовательский ядерный университет „МИФИ“,
115409 Москва, Россия
e-mail: reutov@jinr.ru

(Поступило в Редакцию 17 марта 2015 г.)

Изучен эффект влияния облучения тяжелыми ионами на образование блистеров на поверхности кремния, предварительно ионно-легированного водородом. Путем изменения в широком интервале доз облучения и энергии бомбардирующих ионов Хе сделана попытка дифференцировать неупругие и упругие процессы взаимодействия ионов с атомами Si посредством использования методики облучения образца высокоэнергетическими заряженными частицами через изогнутый поглощающий фильтр. Установлено, что в зоне неупругого взаимодействия независимо от величины удельных ионизационных потерь энергии тяжелых ионов имеет место полное подавление образования блистеров в процессе послерадиационного отжига. В то же время в зоне упругого взаимодействия, наоборот, имеет место стимулированное развитие водородной пористости, проявляющееся в виде блистеров и флэкингов.

1. Введение

С момента обнаружения явления радиационно-газового скалывания монокристаллического кремния [1] на основе многочисленных экспериментов предложены и развиты оригинальные технологии производства структур типа „кремний на изоляторе“ [2,3] и безотходного производства тонкопленочного „солнечного кремния“ [4]. Это дало основание считать, что основные эффекты поведения газовых атомов, отвечающих за данное явление, в частности развитие водородных блистеров, идентифицированы. То есть сюрпризов в данном вопросе не ожидается. Тем не менее в [5] обнаружен эффект подавления образования водородных блистеров в кремнии, ионно-легированном водородом, в области выделения высокого уровня удельных ионизационных потерь энергии ($(\Delta E/\Delta x)_e = 22.5 \text{ keV/nm}$) в результате его последующего облучения высокоэнергетичными (710 MeV) ионами висмута. В последующей работе [6] показано, что наблюдаемый эффект имеет место и при меньших величинах $(\Delta E/\Delta x)_e$, например, 12.5, 9.5, 8.5 keV/nm при облучении соответственно ионами Хе с $E = 130 \text{ MeV}$, ионами Kr с $E = 250$ и 85 MeV.

Причина столь неожиданного радиационно-индуцированного эффекта подавления развития блистеров неочевидна. Можно предположить, что из-за действия высоких удельных ионизационных потерь энергии бомбардирующих ионов наблюдаемые эффекты связаны либо с десорбцией водорода из приповерхностного слоя кремния, либо с рекомбинацией имплантационных радиационных дефектов, участвующих в порообразовании.

Хорошо известно, что развитие газовой (водородной) пористости контролируется состоянием и количеством атомов газа и радиационных дефектов. Газонаполненные

вакансионные поры в слое легирования вызывают его объемное изменение (так называемое газовое набухание). Следствием набухания слоя является появление в нем напряжения, релаксация которого реализуется в результате образования межпоровых микротрещин. Последние и являются центрами образования блистеров (вспучивание поверхности над трещинами). В условиях повышения давления газа в блистерах или уменьшения прочности материала крышек блистеров происходит их разрушение (откалывание), т. е. образование флэкингов.

В свете вышесказанного возникает вопрос, что является приоритетным в подавлении блистерообразования — изменение количества радиационных дефектов или атомов газа в слое кремния, легированном водородом, в процессе облучения высокоэнергетичными ионами Хе.

Для ответа на данный вопрос в настоящей работе использована предложенная в [7] методика облучения образца кремния, предварительно легированного водородом, высокоэнергетичными заряженными частицами через поглощающий фильтр в виде изогнутой фольги. Это позволяет сформировать энергетический спектр пучка бомбардирующих ионов на облучаемой поверхности образца, непрерывно изменяющийся по заданному закону от максимальной энергии (E_{max}) до 0 MeV. Таким образом, создаются пространственно разнесенные зоны упругого и неупругого взаимодействий высокоэнергетичных заряженных частиц с атомами кремния. Известно, что при облучении в зоне упругого взаимодействия накапливаются точечные и кластерные радиационные дефекты, в то время как в зоне неупругого взаимодействия происходят в основном интенсивные ионизационные эффекты с возможным образованием ионных треков.

В настоящей работе путем изменения в широком интервале доз облучения и энергии бомбардирующих

ионов Хе сделана попытка дифференцировать влияние неупругих и упругих процессов взаимодействия на блистерообразование в ионно-легированном водородом кремнии.

2. Экспериментальные методы

В качестве объекта для исследований был взят кремний марки КЭФ-4,5(100). Его легирование водородом проводилось путем облучения ионами водорода с энергией 12.5 keV при комнатной температуре. Проектный пробег ионов водорода данной энергии в кремнии составляет около 0.16 μm . Доза облучения составляла $1 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, при этом концентрация водорода в пике расчетного концентрационного профиля (ПРКП) соответствует 20 ат.%.
 Последующие облучения данного образца проводились на циклотроне ИЦ-100 (ОИЯИ) при комнатной температуре ионами Хе с энергией 130 и 160 MeV дозами $5 \cdot 10^{12}$, $1 \cdot 10^{13}$ и $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$. Облучение проводилось как через поглощающую маску в виде сетки, так и через поглощающий фильтр в виде изогнутой по заданному закону алюминиевой фольги. Облучение через поглощающую маску в виде сетки позволяет в одних условиях облучения и послерадиационного отжига одновременно наблюдать за структурными изменениями в облученных и необлученных участках одного образца. Облучение через изогнутый поглощающий фильтр (ИПФ) позволяет изменять по требуемому закону энергию бомбардирующих частиц на поверхности образца, а следовательно, иметь возможность в одном экспериментальном цикле дифференциально изучать структурные изменения в результате упругих и неупругих процессов взаимодействия.

В настоящей работе в качестве ИПФ использовалась алюминиевая фольга толщиной 6 μm , изогнутая по параболическому закону. Такая форма фольги позволяет воспроизвести на бомбардируемой поверхности образца поперечный ионному пучку профиль изменения энергии бомбардирующих ионов, подобный продольному профилю изменения энергии вдоль пробега аналогичных ионов по глубине образца, причем в увеличенном в сотни раз пространственном масштабе. Максимальный пробег ионов Хе с энергией 160 MeV в алюминии составляет 17 μm , т.е. их полная остановка в изогнутом поглощающем фильтре из алюминиевой фольги происходит в области, где поглощающая толщина соответствует 17 μm и более. При пробеге 6 μm в алюминии ионы Хе с энергией 160 MeV потеряют 78 MeV от своей первоначальной энергии. Таким образом, максимальная энергия бомбардирующих ионов (E_{max}) = 82 MeV на выходе из ИПФ будет находиться в точке, где толщина изогнутой фольги по направлению пучка минимальная, т.е. в вершине параболы.

На рис. 1 приведены схема облучения образца кремния, предварительно легированного водородом, высокоэнергетичными ионами Хе через поглощающую алюминиевую фольгу, изогнутую по параболическому закону, *b* — поперечный профиль изменения энергии Хе на выходе из изогнутого поглощающего фильтра вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния, *c* — изменения удельных потерь энергий ионов Хе при неупругом ($\Delta E/\Delta x$)_e и упругом ($\Delta E/\Delta x$)_n актах взаимодействия с атомами кремния вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния в области облучения под ИПФ, *d* — изменение концентрации радиационных дефектов вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния в области облучения под ИПФ.

На рис. 1 приведены схема облучения образца кремния, предварительно легированного водородом, иона-

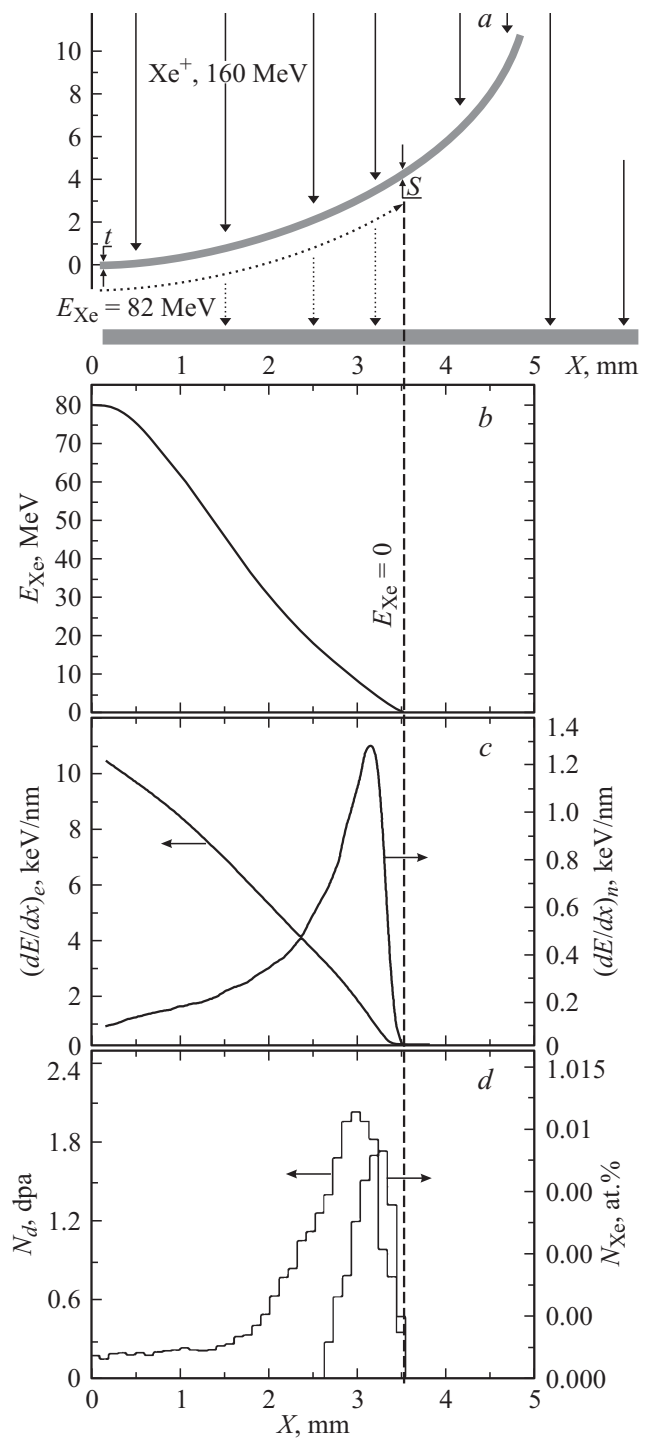


Рис. 1. *a* — схема облучения образца кремния, предварительно легированного водородом, высокоэнергетичными ионами Хе через поглощающую алюминиевую фольгу, изогнутую по параболическому закону, *b* — поперечный профиль изменения энергии Хе на выходе из изогнутого поглощающего фильтра вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния, *c* — изменения удельных потерь энергий ионов Хе при неупругом ($\Delta E/\Delta x$)_e и упругом ($\Delta E/\Delta x$)_n актах взаимодействия с атомами кремния вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния в области облучения под ИПФ, *d* — изменение концентрации радиационных дефектов вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния в области облучения под ИПФ.

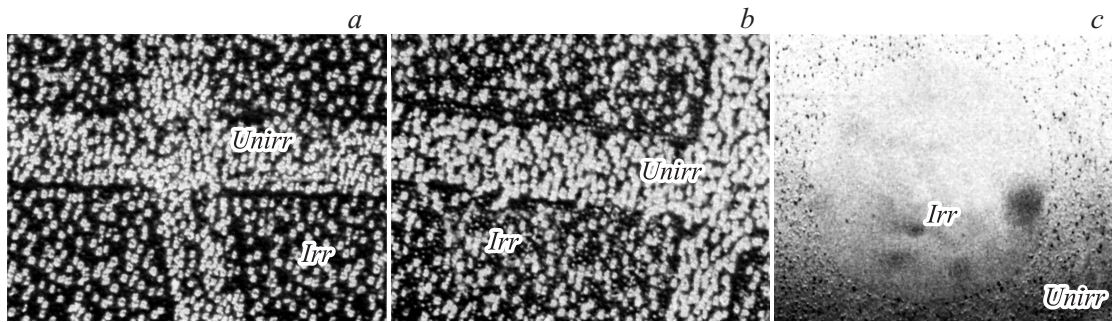


Рис. 2. Блистерно-флэкинговые структуры имплантационно-легированных водородом образцов кремния после облучения через поглощающие маски-сетки высокоэнергетичными ионами Хе дозами: *a* — $5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ (130 MeV), *b* — $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (130 MeV), *c* — $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (160 MeV) и отжига при 500°C .

ми Хе с начальной энергией $E_0 = 160 \text{ MeV}$ до дозы $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ через изогнутую по параболическому закону ($y = 0.4x^2$) алюминиевую фольгу толщиной $6 \mu\text{m}$ (рис. 1, *a*) и график изменения энергии ионов Хе на бомбардируемой поверхности образца под изогнутым фильтром (рис. 1, *b*). Как видно, на бомбардируемой поверхности кремния формируется область размером около 3.5 mm , в которой энергия ионов Хе монотонно уменьшается от 82 до 0 MeV.

На рис. 1, *c* приведены графики изменения удельных потерь энергий ионов Хе при неупругом $(\Delta E/\Delta x)_e$ и упругом $(\Delta E/\Delta x)_n$ актах взаимодействия с атомами кремния вдоль бомбардируемой поверхности образца кремния (в области облучения под ИПФ) в слое, легированном водородом. Видно, что в области трекообразования (область А, зона неупругих потерь энергии) величина $(\Delta E/\Delta x)_e$ монотонно изменяется в интервале от 10.5 keV/nm до практически нулевого значения. В области образца с немонотонно изменяющимся характером упругих потерь энергии $(\Delta E/\Delta x)_n$ (область В) максимальный уровень радиационного повреждения составляет около 3.5 фпа (смещений на атом) (рис. 1, *d*).

Образцы как после ионно-имплантационного легирования водородом, так и после дополнительного облучения высокоэнергетичными ионами Хе, а также подвергнутые послерадиационному отжигу при 500°C в течение 30 min исследовались в оптическом микроскопе с использованием метода Номарского.

3. Результаты и обсуждение

Прежде всего отметим, что не наблюдалось никаких структурных изменений в образцах кремния как непосредственно после легирования низкоэнергетичными ионами Н, так и после дополнительного облучения высокоэнергетичными ионами Хе, что свидетельствует об отсутствии радиационного нагрева по крайней мере до 250°C .

На рис. 2 приведены характерные снимки блистерно-флэкинговой структуры образцов кремния, легирован-

ных водородом до концентрации 20 ат.%, после отжига при 500°C в течение 30 мин в участках, как необлученных, так и облученных высокоэнергетичными ионами Хе с $E = 130 \text{ MeV}$ ($(\Delta E/\Delta x)_e = 12.5 \text{ keV/nm}$) дозами $5 \cdot 10^{12}$ (рис. 2, *a*) и $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (рис. 2, *b*), а также ионами Хе с энергией 160 MeV ($(\Delta E/\Delta x)_e = 13.5 \text{ keV/nm}$) дозой $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ (рис. 2, *c*). Видно, что в участках образца, облученных ионами Хе с $E = 130 \text{ MeV}$ независимо от дозы бомбардирующих ионов, имеет место общая характерная особенность — плотность флэкингов („вскрытых“ блистеров) значительно (в 2 раза) уменьшается, в то время как плотность блистеров увеличивается (более чем в 3 раза) по сравнению с необлученными участками. Тем не менее суммарная площадь блистеров и флэкингов как в облученных, так и необлученных участках образца практически сохраняется.

Таким образом, вышеописанные результаты прежде всего указывают на очевидное влияние воздействия ионизационных потерь энергии ионов Хе с энергией 130 MeV при дозах не более $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ на развитие блистерно-флэкинговой структуры, выражающегося в частичном подавлении процесса образования флэкингов. Подобное возможно по двум предполагаемым причинам. Первая причина — разупрочнение (пластификация) материала крышки блистеров за счет рекомбинации имплантационных радиационных дефектов в условиях ионизационного воздействия высокоэнергетичных ионов Хе. Вторая причина — уменьшение концентрации молекулярного водорода за счет его десорбции из ионно-имплантационного водородного слоя в условиях ионизационного воздействия высокоэнергетичных ионов Хе, а следовательно, уменьшения избыточного давления водорода в блистерах, способствующего вскрытию блистеров, т.е. образованию флэкингов.

В отличие от вышеописанных результатов в участках образца, облученных ионами Хе с $E = 160 \text{ MeV}$ дозой $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$, полностью отсутствует какая-либо пористая структура. Подобный факт полного подавления развития не только флэкингов, но и блистеров имел место и в образцах, облученных ионами Вi с $E = 710 \text{ MeV}$ ($(\Delta E/\Delta x)_e = 22.5 \text{ keV/nm}$) дозой $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ [5], свиде-

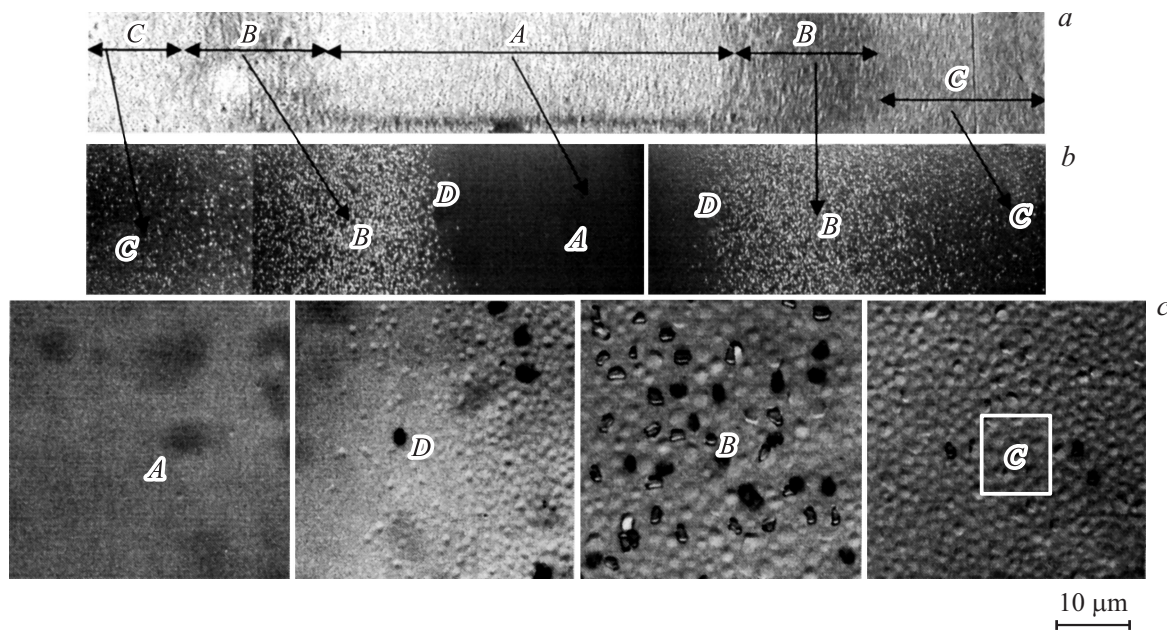


Рис. 3. *a* — макрофотография зон облучения образца кремния под изогнутым поглощающим фильтром, контрастированные особенностями выпадения в них влаги в виде „росы“ в зависимости от энергии ионов Хе. А — зона воздействия высокоэнергетичных ионов (область ионизационных потерь), В — зоны страгглинга (области упругих потерь) и С — необлучаемые зоны образца. D — зона между областями упругих и неупругих потерь энергии ионов Хе, *b* — особенности изменений блистерной структуры в зонах А, В, С и D после отжига при 500°C, *c* — характерные структурные изменения в зонах А, В, С и D при большем увеличении.

тельствует о том, что в случае облучения ионами Хе это могло быть либо из-за повышения величины удельных ионизационных потерь энергии, либо за счет увеличения дозы облучения. Причина наблюдаемого явления неоднозначна. Либо это радиационно-индуцированная атермическая десорбция водорода из имплантационного слоя образца, либо это уменьшение в нем концентрации имплантационных радиационных дефектов в процессе ионизационного воздействия высокоэнергетичных ионов.

На выяснение истинности этих предположений и направлен эксперимент с облучением образца кремния, предварительно легированного водородом, ионами Хе с начальной энергией 160 MeV дозой $7.8 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ через ИПФ в виде изогнутой по параболическому закону алюминиевой фольги (см. схему облучения на рис. 1, *a*).

На рис. 3, *a* приведена макрофотография зон облучения образца под ИПФ, контрастированные особенностями выпадения в них влаги в виде „росы“ в зависимости от энергии ионов Хе. На фото область облучения под изогнутым фильтром в соответствии с рис. 1, *c* четко разделяется на зоны: А — зона воздействия высокоэнергетичных ионов (область ионизационных потерь), В — зоны страгглинга (области упругих потерь) и С — необлучаемые зоны образца. Отметим, что причины различного выпадения капелек влаги в зависимости от параметров облучения пока не ясны и являются предметом отдельного изучения. Тем не менее это обстоятельство однозначно указывает на существование пространственного разделения зон упругого (В) и неупругого (А) воздействий высокоэнергетичных частиц.

Особенности влияния вышеописанных факторов воздействия ионов Хе различной энергии на развитие блистерной структуры наглядно иллюстрируются металлографическими снимками, полученными в режиме топографической съемки структуры поверхности облученного и отожженного образцов под ИПФ (рис. 3, *b, c*).

Исследование показало, что во всей зоне неупругого взаимодействия высокоэнергетичных ионов Хе с атомами кремния, в которой величина удельных ионизационных потерь изменяется в интервале от 10.5 до 0 keV/nm, полностью подавлен процесс формирования блистерной структуры (рис. 3, *b*, область А). В то же время в области упругих потерь энергии (зона страгглинга) (рис. 3, *b*, область В) имеет место, наоборот, стимулирование процессов роста блистеров и образования флэкинговой структуры по сравнению с необлученными участками образца (рис. 3, *b*, область С). На рис. 3, *c* для наглядности приведены структурные изменения в данных областях при большем увеличении.

Отметим основные сравнительные количественные особенности в наблюдаемых структурах. В зоне страгглинга ионов Хе (область В) наблюдается большой разброс в размерах блистеров от 0.3 до $3 \mu\text{m}$ (средний размер — $2 \mu\text{m}$) при плотности $2.3 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$, в то время как в необлученной зоне (область С) разброс в интервале от $0.5 \mu\text{m}$ (средний размер — $1.5 \mu\text{m}$) при плотности $4 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$. Что касается флэкингов, то в зоне страгглинга их средний размер составляет $2.5 \mu\text{m}$ при плотности $4 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$, а в необлученной зоне их плотность составляет всего лишь $0.4 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ при

максимальном размере не более $2\ \mu\text{m}$. Общая относительная площадь, занятая блистерами и флэкингами, составляет около 95% в зоне страгглинга ионов Хе и около 70% в необлучаемой зоне. Все это указывает на то, что дополнительное облучение ионами Хе в режиме образования радиационных дефектов в значительной мере способствует ускорению процесса роста водородной пористости.

Кроме того, замечено (рис. 3, с), что в смежной области между зонами упругих (страгглинг) и низкоэнергетичных неупругих взаимодействий ионов Хе (область D) наблюдается переходная область только с блистерами. Есть основание полагать, что данная особенность является следствием уменьшения плотности частиц, участвующих в неупругих процессах.

Таким образом, из вышеописанных экспериментов можно заключить, что в области неупругих потерь энергии высокоэнергетичными ионами Хе их ионизационное воздействие, хотя и оказывает заметное влияние на подавление процесса развития блистерно-флэкинговой структуры кремния, легированного водородом, тем не менее величина удельных ионизационных потерь ионов Хе с энергиями 160 MeV и менее не определяет приоритетность ее влияния на этот процесс. По-видимому, важным является время облучения. При этом основной причиной, скорее всего, является изменение концентрации водорода, участвующего в блистерообразовании. То есть в процессе облучения кремния, легированного водородом, в зоне преобладающего ионизационного воздействия ионов Хе имеет место уменьшение концентрации водорода, вероятно, за счет его радиационно-индуцированной десорбции из слоя легирования.

В области упругих потерь энергии ионами Хе (область страгглинга) наблюдается обратная картина, свидетельствующая о стимулировании процесса роста блистеров и усиления процесса образования флэкингов. Все это, по-видимому, свидетельствует о том, что увеличение концентрации радиационных дефектов в ионно-имплантационном водородом слое в процессе дополнительного облучения низкоэнергетичными тяжелыми ионами Хе обусловлено либо увеличением количества задействованного в этих процессах водорода, либо дополнительным радиационным упрочнением ионно-имплантационного слоя кремния.

Дополнительное увеличение концентрации радиационных дефектов в ионно-имплантационном слое легирования водородом может способствовать увеличению его концентрационной доли в формировании водородных пор за счет уменьшения его миграции из слоя легирования в процессе отжига.

Дополнительное радиационное упрочнение ионно-имплантационного слоя может привести к потере пластичности материала крышек блистеров. Последнее в конечном счете вызовет механическую неустойчивость материала крышки блистера, т.е. к ее хрупкому скалыванию и стимулированному образованию флэкингов.

4. Заключение

Использование в настоящем эксперименте методики облучения образца кремния, предварительно ионно-легированного водородом до концентрации 20 ат.%, высокоэнергетичными (160 MeV) ионами Хе через изогнутую по параболическому закону алюминиевую фольгу позволило сформировать на бомбардируемой поверхности кремния непрерывно изменяющийся по заданному закону профиль энергетического спектра бомбардирующих ионов Хе от максимальной энергии 82 до 0 MeV. Это значительно (в сотни раз) увеличило пространственный интервал изменения энергии бомбардирующих ионов на бомбардируемой поверхности образца, что позволило убедительно зафиксировать дифференциальный вклад неупругого и упругого рассеяния ионов Хе в развитии блистерной структуры в процессе послерадиационного отжига при 500°C .

Установлено, что изменение величины удельных потерь энергии ионов Хе от 0 до $10\ \text{keV/nm}$ в области неупругих взаимодействий полностью подавляет процесс развития блистерной структуры предположительно за счет десорбции водорода из имплантационного слоя. Проявление эффекта подавления блистерообразования во всем интервале энергий неупругих потерь, по-видимому, свидетельствует об отсутствии влияния трекообразования на десорбцию водорода, поскольку трекообразование, как известно, происходит при определенной так называемой „пороговой“ величине keV/nm , в то время как в интервале энергий упругих взаимодействий, наоборот, стимулируется процесс блистерообразования по сравнению с необлученными участками образца предположительно либо за счет дополнительно созданных ионами Хе радиационных дефектов, либо за счет увеличения доли атомов водорода, задействованной в блистерообразовании.

Список литературы

- [1] Реутов В.Ф., Ибрагимов Ш.Ш. Способ изготовления тонких пластин кремния. А.с. СССР на изобретение № 1282757, 30.12.1983.
- [2] Bruel M. Patent USA № 5374564, 1995.
- [3] Bruel M. // Electron. Lett. 1995. Vol. 31. № 14. P. 1201–1202.
- [4] Henley F., Lamm A., Kang S., Liu Z., Tiam L. Direct film transfer (DFT) technology for kerf-free silicon wafering. 23rd European Photovoltaic Solar Energy Conference, 1–5 September 2008/ Valencia, Spain.
- [5] Реутов В.Ф., Дмитриев С.Н. // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 23. Вып. 5. С. 41–45.
- [6] Реутов В.Ф., Залужный А.Г., Кобзев А.П., Сохацкий А.С. // ЖТФ. 2009. Т. 79. Вып. 9. С. 63–70.
- [7] Reutov V.F. // J. Nucl. Mater. 1996. Vol. 233–237. P.1586–1589.