

Исследование особенностей образования микродефектов в термически обработанных бездислокационных пластинах кремния большого диаметра методом диффузного рассеяния рентгеновских лучей

© В.Т. Бублик, С.Ю. Мацнев, К.Д. Щербачёв, М.В. Меженный*, М.Г. Мильвидский**, В.Я. Резник**

Московский институт стали и сплавов (технический университет),
117936 Москва, Россия

* Научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности „Гиредмет“,
109017 Москва, Россия

** Институт химических проблем микроэлектроники,
109017 Москва, Россия

E-mail: icpm@mail.girnet.ru

(Поступила в Редакцию 11 марта 2003 г.)

С помощью метода диффузного рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ) изучены особенности образования микродефектов (МД) в термически обработанных бездислокационных пластинах кремния большого диаметра вакансионного типа. Показано, что измерение ДРРЛ является эффективным методом исследования МД в монокристаллах кремния. Установлено, что в процессе низкотемпературной термообработки при 450°C в пластинах формируются характерные дефекты типа „примесных облаков“, представляющие собой области, обогащенные кислородом в пределах твердого раствора с размытой когерентной границей. На последующих стадиях распада пересыщенного твердого раствора внутри этих областей образуются оксидные преципитаты, а сами эти области исчезают. В результате распада пересыщенного твердого раствора кислорода в процессе многоступенчатой термообработки в пластинах кремния формируются МД межзельного типа, залегающие в плоскостях типа $\{110\}$ и обладающие несферическими полями смещений. Определены объемная плотность и размеры МД, образующихся в пластинах на разных стадиях распада.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 02-02-16053).

Для исследования процессов микродефектообразования в бездислокационных монокристаллических пластинах Si наиболее часто используются методы оптической микроскопии (ОМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Метод ОМ обладает весьма ограниченными возможностями при изучении природы образующихся микродефектов (МД) и их трансформации в процессе отжига пластин. Как показали наши исследования, при изучении ранних стадий распада пересыщенного твердого раствора кислорода в кремнии с использованием ПЭМ также возникают серьезные затруднения, обусловленные в первую очередь тем, что формирующиеся на этих стадиях МД вызывают достаточно малые искажения кристаллической решетки. Кроме того, при использовании ПЭМ существуют ограничения по минимальной объемной плотности присутствующих в образцах дефектов.

Особенности микродефектообразования на ранних стадиях распада пересыщенного твердого раствора кислорода в кремнии представляют принципиальный интерес не только для выяснения механизма зародышеобразования, но и для выявления закономерностей в последовательной трансформации дефектной среды при создании внутреннего геттера в пластинах. Есть основания предполагать, что весьма полезная информация на этот счет может быть получена с использованием метода

диффузного рассеяния рентгеновских лучей (ДРРЛ). Изучению возможности использования метода ДРРЛ для исследования процессов микродефектообразования в термически обработанных бездислокационных пластинах кремния посвящена настоящая работа.

1. Методика эксперимента и исследуемые образцы

Исследования особенностей дефектообразования на ранних стадиях распада пересыщенного твердого раствора кислорода в кремнии, происходящего в процессе многоступенчатой термообработки пластин, проводились с использованием метода ДРРЛ на трехкристальном рентгеновском дифрактометре в бездисперсионной схеме $(n; -n; +n)$ с трехкратным отражением на монокроматоре и анализаторе. Использовалась рентгеновская трубка с медным анодом мощностью 1.5 kW. Щель, установленная перед образцом, пропускала $K_{\alpha 1}$ -составляющую излучения. Размер облучаемой области на образце составлял 0.5×7 mm. Распределение интенсивности ДРРЛ $I(\mathbf{q})$, где $\mathbf{q} = \mathbf{G} - \mathbf{H}$ — вектор, характеризующий отклонение вектора дифракции \mathbf{G} от вектора обратной решетки \mathbf{H} , измерялось в окрестности узла 004. Компоненты вектора \mathbf{q} , лежащие в плоскости дифракции, связаны с условиями эксперимента следующим соотно-

шением:

$$(q_z, q_x) = (\Delta\theta_3 \cos\theta_B(2\Delta\theta_2 - \Delta\theta_3) \sin\theta_B)/\lambda, \quad (1)$$

где $\Delta\theta_2$ и $\Delta\theta_3$ — угловые отклонения от точного брэгговского положения θ_B для образца и анализатора соответственно, λ — длина волны рентгеновского излучения, ось Z направлена вдоль нормали к поверхности, а ось X — параллельно поверхности образца; эти оси расположены в плоскости дифракции.

Согласно [1,2], распределение интенсивности ДРРЛ зависит от Фурье-образа поля смещений дефекта $u(q)$

$$I(\mathbf{q}) \sim |\mathbf{Gu}(\mathbf{q})|^2. \quad (2)$$

Если локальные искажения вокруг дефектов невелики и $\mathbf{Gu}(\mathbf{q}) \ll 1$, то дифференциальное сечение диффузного рассеяния может быть записано в виде [1,2]

$$S_{\text{dif}}(q) = N|F|^2 e^{-2M} \left(\frac{H^2 C^2}{q^2} \sum_i \pi_i \gamma_i + \frac{(HC)^{5/2}}{V_c^2 q} \sqrt{\pi_1 \gamma_1} \right), \quad (3)$$

где F — структурная амплитуда, N — число рассеивающих центров, e^{-2M} — статический фактор Дебая–Валлера, C — мощность дефекта, которая характеризует вызываемое дефектом изменение объема кристалла ΔV и для конкретного типа МД может быть выражена через его параметры (форма, размеры, знак деформации). Для дефекта с полем смещения кулоновского типа $\mathbf{u}(\mathbf{r}) \sim \mathbf{C}(\mathbf{r}_0)/r^2$ мощность дефекта $\mathbf{C}(\mathbf{r}_0)$, зависящая в общем случае от направления единичного вектора \mathbf{r}_0 в прямом пространстве, имеет знак, определяемый разницей объемов ΔV матрицы и дефекта ее замещающего: если $\Delta V > 0$, то $C > 0$ (и наоборот).

Здесь γ_i и π_i определяются согласно [3]

$$\begin{aligned} \pi_1 &= (\text{Tr } P_{mn})^2/3, \\ \pi_2 &= \sum_{n>m} (P_{mn} - P_{mm})^2/6, \\ \pi_3 &= 2 \sum_{n>m} (P_{mn})^2/3, \\ \gamma_1 &= (\text{Tr } T_{ij})^2/3, \\ \gamma_2 &= \sum_{i>j} (T_{ii} - T_{jj})^2/3, \\ \gamma_3 &= \sum_{i>j} (T_{ij} - T_{ji})^2/2, \end{aligned} \quad (4)$$

где $\text{Tr } P_{mn}$ и $\text{Tr } T_{ij}$ — след тензора дипольного момента P_{mn} и тензора T_{ij} , описываемого (6), соответственно.

В случае дислокационных петель компоненты тензора дипольного момента \bar{P} выражаются следующим образом:

$$P_{mn} = (C_{12} \text{Tr } \Omega_{mn} + \Omega_{nn} d) \delta_{nm} + 2C_{44} \Omega_{nm}, \quad (5)$$

где $\Omega_{mn} = \frac{1}{2}(F_n b_m + F_m b_n)$, $d = C_{11} - C_{12} - 2C_{44}$, C_{ij} — компоненты тензора упругости кристалла с кубической

симметрией в матричном обозначении, \mathbf{b} и \mathbf{F} — вектор Бюргерса и вектор, определяющий плоскость залегания дислокационной петли. Тензор T_{ij} определяется как

$$T_{ij} = (h_k/V_c) g_{ij} e_j, \quad (6)$$

где h_k и e_j — направляющие косинусы векторов \mathbf{H} и \mathbf{q} соответственно, $g_{ij} = \left(\sum_{kl} C_{ijkl} e_k e_l \right)^{-1}$, V_c — объем элементарной ячейки.

Первое слагаемое в скобках в (3) соответствует хуанговскому рассеянию $S_{\text{dif}}^X(q)$, симметрично распределенному относительно $q = 0$: $S_{\text{dif}}^X(q) = S_{\text{dif}}^X(-q)$. Второе слагаемое определяет асимметричную часть рассеяния $S_{\text{dif}}^A(q)$ и приводит к сдвигу распределения диффузного рассеяния в сторону положительных или отрицательных q_z в соответствии со знаком ΔV . Так, для микродефектов, образованных из межузельных атомов, $\Delta V > 0$ и смещение распределения диффузного рассеяния происходит в направлении положительных q_z ; для дефектов вакансионного типа ($\Delta V < 0$) — в направлении отрицательных q_z .

При определенной симметрии дефектов некоторые из параметров π_i обращаются в нуль. Так, для дефектов кубической симметрии отличен от нуля только π_1 ; в случае тетрагональной симметрии $\pi_3 = 0$, а в случае тригональной симметрии $\pi_2 = 0$ [4]. Кроме того, для некоторых m и n , соответствующих направлениям высокой симметрии, значения γ_i также обращаются в нуль. В результате для таких направлений в пространстве обратной решетки интенсивность диффузного рассеяния $S_{\text{dif}}^X(q)$ может равняться нулю для определенной симметрии дефекта.

При ассоциации точечных дефектов в ходе структурных превращений, сопровождающих посткристаллизационное охлаждение и последующие отжиги, происходит увеличение размера области сильных искажений вокруг дефекта. В результате область значений q , в которой выполняется соотношение $I(q) \sim q^{-2}$, сужается. Для сильно искаженных участков ($\mathbf{Gu}(\mathbf{q}) \gg 1$) выражение для интенсивности диффузного рассеяния можно получить, используя приближение Стокса–Вильсона (асимптотическое рассеяние $S_{\text{dif}}^{\text{ADC}}(q)$). В интервале значений $q \gg q_0(GC)^{-1/2}$ выражение для сечения асимптотического диффузного рассеяния имеет вид [2]

$$S_{\text{dif}}^{\text{ADS}}(q) = N|F|^2 e^{-2M} \frac{CH}{V_c^2 q^4} \Psi(\mathbf{m}, \mathbf{n}), \quad (7)$$

где \mathbf{m} и \mathbf{n} — орты \mathbf{q} и \mathbf{H} соответственно, Ψ — функция, зависящая от угла между \mathbf{q} и \mathbf{H} . Здесь фактор $\Psi \sim 2$ [2] определяет анизотропию распределения асимптотического рассеяния, зависящую лишь от направлений векторов \mathbf{H} и \mathbf{q} .

Угловую зависимость распределения интенсивности диффузного рассеяния в пространстве обратной решетки удобно характеризовать в виде поверхностей равной интенсивности (изодиффузных поверхностей) или их

сечений плоскостями, проходящими через узлы обратной решетки (изодиффузных кривых). В области малых отклонений от вектора дифракции, согласно уравнению изодиффузных поверхностей, величина q может быть записана в виде

$$q^2 = \text{const} \sum_i^3 \pi_i \gamma_i. \quad (8)$$

Форма изодиффузных поверхностей в значительной степени определяется типом дефектов, их положением в решетке и симметрией их полей смещения. Общий вид изодиффузных поверхностей позволяет установить симметрию поля смещений точечного дефекта и сделать выбор между несколькими возможными их конфигурациями [1,2]. Иногда достаточно рассматривать распределения интенсивности ДРРЛ вдоль направлений, параллельных вектору дифракции и перпендикулярных ему.

При увеличении длины вектора \mathbf{q} в эксперименте должны наблюдаться изменения законов убывания дифференциальной интенсивности ДРРЛ $I(\mathbf{q})$ [1,5]. Для удобства анализа изменения закона убывания $I(\mathbf{q})$ используется двойная логарифмическая зависимость $\lg I = f(\lg q)$. Увеличению длины \mathbf{q} соответствуют три области рассеяния с различными законами убывания $I(\mathbf{q})$.

1) Область хуанговского рассеяния. Рассеяние реализуется на слабых упругих искажениях кристаллической решетки, вызванных упругими полями смещения дефектов. Дефект воспринимается как точечный источник силы. Расстояние \mathbf{r} от центра дефекта много больше его среднего размера R_0 . При этом $I \sim q^{-2}$. Таким образом, тангенс угла наклона зависимости $\lg I = f(\lg q)$ для этой области рассеяния равен -2 .

2) Область асимптотического рассеяния. Это рассеяние происходит на достаточно сильных искажениях кристаллической решетки, однако при его описании можно применять теорию упругого континуума и пренебречь изменением упругих модулей. Дефект уже не может рассматриваться как точечный источник. При этом $I \sim q^{-4}$, что соответствует тангенсу угла наклона, равному -4 . Величина q_0 , при которой реализуется переход от хуанговского к асимптотическому рассеянию („точка перегиба“), может быть использована для оценки мощности дефекта из следующего соотношения [2]:

$$q_0 = \frac{1}{\sqrt{HC}}. \quad (9)$$

3) Область рассеяния на ядре дефекта. Известно, что области с $r \leq R_0$ (Лауэ-рассеяние) экспериментально достичь очень трудно, так как, начиная с некоторого значения q_T , над диффузным рассеянием рентгеновских лучей на дефектах при их малых концентрациях начинает превалировать рассеяние на тепловых колебаниях решетки [2]. Интенсивность этого рассеяния

пропорциональна q^{-2} , что соответствует тангенсу угла наклона, равному -2 . Тепловое рассеяние может быть использовано в качестве „внутреннего“ стандарта для определения концентрации дефектов [6].

Метод определения концентрации МД в монокристаллах основан на том, что для векторов рассеяния $\mathbf{q} < \mathbf{q}_0$ интенсивность хуанговского рассеяния $S^X(q)$ превалирует над интенсивностью теплового диффузного рассеяния $S^T(q) \sim q^{-2}$. Следовательно, величина $S^T(q)$ может быть измерена для исследуемого кристалла в той же экспериментальной процедуре, что и интенсивность $S^X(q)$, для того же вектора обратной решетки \mathbf{H} .

Используя выражение для $S^T(q)$ из [7], имеет

$$S^T(q) = N_0 |F|^2 e^{-2M} \frac{kTH^2}{V_c q^2} K(\mathbf{m}, \mathbf{n}), \quad (10)$$

где $K(\mathbf{m}, \mathbf{n})$ — детерминант Кристофеля [7], N_0 — число элементарных ячеек в кристалле, k — константа Больцмана, T — абсолютная температура образца.

В [6] было получено удобное выражение для определения концентрации МД n_d в кристалле по соотношению интенсивностей хуанговского и теплового рассеяния

$$\frac{S^X(\mathbf{q}_X)}{S^T(\mathbf{q}_T)} = \frac{n_d (\Delta V)^2}{kT} \frac{|q_T|^2}{|q_X|^2} \frac{\Pi(\mathbf{m}, \mathbf{n})}{K(\mathbf{m}, \mathbf{n})}, \quad (11)$$

где \mathbf{q}_X и \mathbf{q}_T — волновые векторы, относящиеся к угловым диапазонам, где преобладает хуанговское и тепловое рассеяние соответственно, $\Pi(\mathbf{m}, \mathbf{n}) = V_c^2 \sum_i^3 \pi_i \gamma_i$.

Это выражение позволяет проводить абсолютизацию измеряемой интенсивности ДРРЛ на исследуемых МД без учета толщины рассеивающего слоя, структурной амплитуды, телесного угла рассеяния и фактора Дебая–Валлера. Следовательно, такие важные параметры, как симметрия, размер и концентрация МД, могут быть определены непосредственно из экспериментальных данных по диффузному рассеянию на исследуемом образце.

Рассмотренные выше зависимости $I(\mathbf{q})$ для разных областей рассеяния относятся к дифференциальной интенсивности. Для обеспечения приемлемой светосилы приходится использовать пучки, обладающие определенной вертикальной расходимостью. Наличие вертикальной расходимости на трехкристальном рентгеновском дифрактометре приводит к тому, что измеряемая интенсивность может быть представлена следующим образом:

$$I(q_x, q_z) = \int_{-q_{y \max}}^{+q_{y \max}} I(\mathbf{q}) dq_y, \quad (12)$$

$$q_{y \max} = \varphi_{\max} / \lambda, \quad (13)$$

где $\mathbf{q}_x \parallel (011)$ и $\mathbf{q}_z \parallel (100)$ — компоненты вектора \mathbf{q} , лежащие в плоскости дифракции; компонента \mathbf{q}_y перпендикулярна плоскости дифракции; φ_{\max} — максимальный угол отклонения дифрагированных лучей от плоскости

Таблица 1. Режимы многоступенчатой термообработки пластин кремния

Номер образца	Режим термообработки
1	Постростовое состояние
2	1000°С/15 min
3	1000°С/15 min + 450°С/16 h
4	1000°С/15 min + 450°С/16 h + 650°С/16 h
5	1000°С/15 min + 450°С/16 h + 650°С/16 h + 1000°С/4 h
6	1000°С/15 min + 650°С/16 h
7	1000°С/15 min + 650°С/4 h + 1000°С/4 h
8	1000°С/15 min + 650°С/16 h + 1000°С/4 h
9	1000°С/15 min + 650°С/4 h + 800°С/4 h + 1000°С/4 h
10	1000°С/15 min + 650°С/16 h + 800°С/4 h + 1000°С/4 h

Таблица 2. Характеристики исследованных образцов

Номер образца	Изменение концентрации оптически активного кислорода, 10^{-17} cm^{-3}	Плотность микродефектов, cm^{-3} (данные оптической микроскопии)
1	0	$\sim 8 \cdot 10^5$
2	0.01	$\sim 5 \cdot 10^5$
3	0.08	$\sim 5 \cdot 10^5$
4	0.40	—
5	3.62	$\sim 3 \cdot 10^9$
6	0.03	$\sim 5 \cdot 10^5$
7	0.09	—
8	0.42	—
9	1.60	$\sim 3 \cdot 10^9$
10	3.42	$\sim 2 \cdot 10^{10}$

дифракции, задающий эффективную вертикальную расходимость. Угол φ_{\max} определяется шириной собственной кривой отражения анализатора [8]. Распределения интенсивности $I(q)$ вдоль направлений \mathbf{q}_x и \mathbf{q}_z будем называть q_x - и q_z -сечениями соответственно. Таким образом, закон $I(q)$ вследствие интегрирования по q_y должен измениться. Так, в области хуанговского рассеяния регистрируемая в эксперименте интенсивность ДРРЛ будет убывать как q^{-1} , а в области асимптотического рассеяния — как q^{-3} . Анализ наклонов линеаризованной зависимости $\lg I = f(\lg q)$ может дать информацию о природе дефекта, его средних размерах и виде границы дефект-матрица. Учитывать пределы интегрирования по q_y необходимо при количественных измерениях диффузного рассеяния с целью определения концентрации дефектов.

Исследования проводились для двух серий образцов, изготовленных из пластин бездислокационных монокристаллов кремния вакансионного типа диаметром 150 mm, выращенных методом Чохральского в направлении $\langle 100 \rangle$. Концентрация растворенного кислорода в образцах составляла $(7-8) \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$, удельное сопротивление $1-5 \Omega \cdot \text{cm}$. Каждая серия представляла со-

бой набор образцов, последовательно прошедших стадии многоступенчатой термообработки, включающей низкотемпературный, стабилизирующий и высокотемпературный отжига. Серии различались режимом низкотемпературного отжига: для первой он проводился при 450°С, а для второй — при 650°С. Режимы термообработки исследованных пластин приведены в табл. 1. В качестве контрольных образцов использовались пластины в постростовом состоянии. После термообработки образцы химически полировались в кислотной смеси $\text{HF}(49 \text{ vol.}\%) : \text{HNO}_3(70 \text{ vol.}\%) = 1:6$ в течение 5 min для удаления поверхностного слоя толщиной $\sim 40 \mu\text{m}$.

Структурное совершенство образцов исследовалось методом ОМ после селективного химического травления. Концентрация оптически активного кислорода в пластинах до и после термообработки оценивалась методом ИК-спектроскопии по поглощению излучения с длиной волны $\sim 9 \mu\text{m}$. Соответствующие результаты представлены в табл. 2.

Как следует из табл. 2, плотность МД в образцах после выращивания по данным МО находится на уровне $\sim 8 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-3}$. Термообработка в режимах 1000°С/15 min (образец 2), 1000°С/15 min + 450°С/16 h (образец 3), 1000°С/15 min + 650°С/16 h (образец 6) не привела к существенным изменениям плотности выявляемых МД. Многоступенчатая термообработка в режимах формирования внутреннего геттера (образцы 5, 9 и 10) вызвала резкое увеличение плотности МД в пластинах до $\sim 3 \cdot 10^9 - 2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$.

Для образца в постростовом состоянии (образец 1) был измерен период решетки по методу Бонда [9]. Полученное значение ($a = 0.543106 \pm 0.0000008 \text{ nm}$) оказалось больше, чем период эталонного кристалла ($a = 0.543103 \text{ nm}$) [5]. Поскольку исследованные кристаллы выращены в вакансионном режиме и содержат $7 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ атомов кислорода, такое увеличение периода решетки может быть следствием присутствия в матрице кремния комплексов Si_2O . Согласно данным [10], угол между связями Si-O равен 100°. Можно оценить положительную деформацию, вызванную таким комплексом. Для наблюдаемого увеличения периода решетки на $\sim (2-3) \cdot 10^{-6} \text{ nm}$ достаточно $\sim (2-3) \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ атомов кислорода в комплексах Si_2O .

2. Полученные результаты и их обсуждение

На рис. 1 показано распределение диффузного рассеяния вдоль q_x -сечения для образцов 1 и 2 (постростовое состояние и высокотемпературный отжиг в режиме 1000°С/15 min соответственно). Кривые на рис. 1 имеют два четко выраженных участка. Участок $q_x < 0.2 \mu\text{m}^{-1}$, отвечающий инструментальной функции, и участок прямолинейной зависимости $\lg I = f(\lg q_x)$ при $q_x > 0.6 \mu\text{m}^{-1}$ с наклоном, близким к единице, что соответствует хуанговскому рассеянию на дефектах

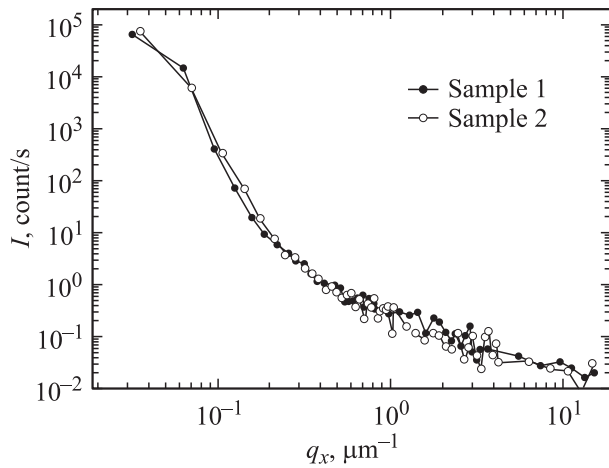


Рис. 1. Распределение интенсивности ДРРЛ для образцов 1 и 2 вдоль направления [011].

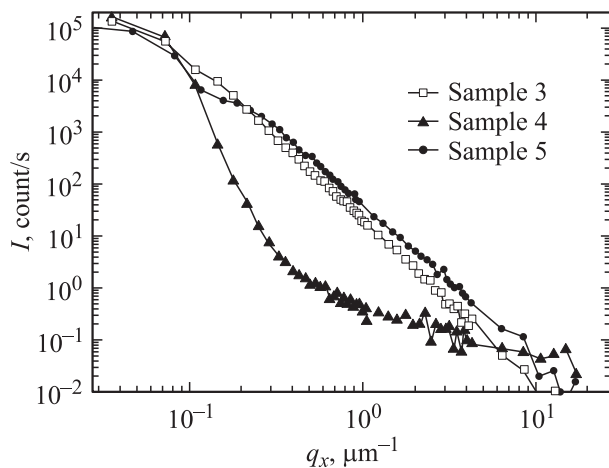


Рис. 2. Распределение интенсивности ДРРЛ для образцов 3, 4 и 5 вдоль направления [011].

с размерами, заведомо меньшими $0.02 \mu\text{m}$, поскольку переход к асимптотическому рассеянию („точка перегиба“) на этих дефектах находится вне интервала измерений. Интервал измерений в нашем случае был ограничен слишком малой интенсивностью ДРРЛ, и для надежного измерения за пределами этого интервала потребовалось бы десятикратное увеличение времени измерения в каждой точке. В данном случае это вряд ли целесообразно. Смещение изодиффузного контура в сторону положительных значений q_x позволило заключить, что указанные дефекты обладают положительной мощностью. Эти МД обладают несферическим полем смещений, так как вносят вклад в интенсивность ДРРЛ в направлении q_x [4]. Концентрация точечных дефектов, образующих эти МД в постростовых образцах, составляет $\sim 10^{17} \text{cm}^{-3}$.

Высокотемпературный отжиг при 1000°C (образец 2) обычно проводится с целью растворения существующих в кристалле ростовых МД. Анализ распределе-

ния интенсивности ДРРЛ вдоль q_x для этого образца показал, что заметного изменения концентрации МД с размером менее $0.02 \mu\text{m}$ после отжига не происходит (рис. 1). О несущественном изменении плотности ростовых МД в данном случае свидетельствуют и данные ОМ (табл. 2).

Последующий низкотемпературный отжиг проводился при температуре 450°C в течение 16 h (образец 3). При этой температуре в пластинах кремния происходит интенсивное образование кислородных термодоноров. Данные ОМ не обнаруживают существенных изменений плотности МД в образцах после проведения такого отжига. В то же время, как следует из рис. 2, в образцах, отожженных при 450°C , резко возрастает интенсивность ДРРЛ. Анализ изодиффузных контуров (рис. 3) в этом образце указывает на то, что в нем присутствуют МД с положительной мощностью (асимметричная часть диффузного рассеяния, определяемая как $\frac{I(q)-I(-q)}{2}$ и зависящая от знака дилатации, положительна при $q_z > 0$, рис. 3, c). Симметричная составляющая $\frac{I(q)+I(-q)}{2}$ диффузного рассеяния (рис. 3, b) определяется симметрией поля смещений вокруг МД. Вытянутость изодиффузных контуров в направлении q_x указывает на то, что симметрия поля смещения вокруг МД межузельного типа близка к орторомбической, т.е. эти МД, скорее всего, имеют плоскую форму. Моделируя распределение симметричной компоненты ДРРЛ по формулам из [3,4], можно сделать вывод о том, что эти дефекты залегают по плоскостям $\{110\}$. По положению „точки перегиба“ $q_0 \approx 0.15 \mu\text{m}^{-1}$ на зависимости $\lg I = f(\lg q_x)$ для образца 3 (рис. 2) был оценен радиус этих дефектов, равный $\sim 2.5 \mu\text{m}$. Непостоянство наклона кривой для q в диапазоне от 0.2 до $5 \mu\text{m}^{-1}$ свидетельствует о существовании распределения генерируемых в процессе отжига при 450°C МД по размерам. Объемная плотность таких МД составляет $\sim 3.2 \cdot 10^8 \text{cm}^{-3}$. Концентрация оптически активного кислорода в образце за время его термообработки практически не изменилась (табл. 2). Поэтому можно с достаточным основанием предполагать, что при таком отжиге не происходит образования оксидных преципитатов, а формируются достаточно протяженные области неоднородности состава твердого раствора кислорода в кремнии с размытой когерентной границей („примесные облака“), вызывающие сильное ДРРЛ. По-видимому, эти области обогащены кислородом. Можно предположить, что изменение концентрации точечных дефектов в этих областях подчиняется распределению Гаусса. Сходные структурные образования наблюдались в пластинах германия на ранних стадиях распада пересыщенного твердого раствора лития в германии [11].

При последующем отжиге в режиме $650^\circ\text{C}/16 \text{h}$ (образец 4) наблюдаются существенные изменения в характере ДРРЛ (рис. 2). Эти изменения свидетельствуют о том, что крупные „облакообразные“ МД в образцах исчезают, а им на смену приходят мелкие МД с несфе-

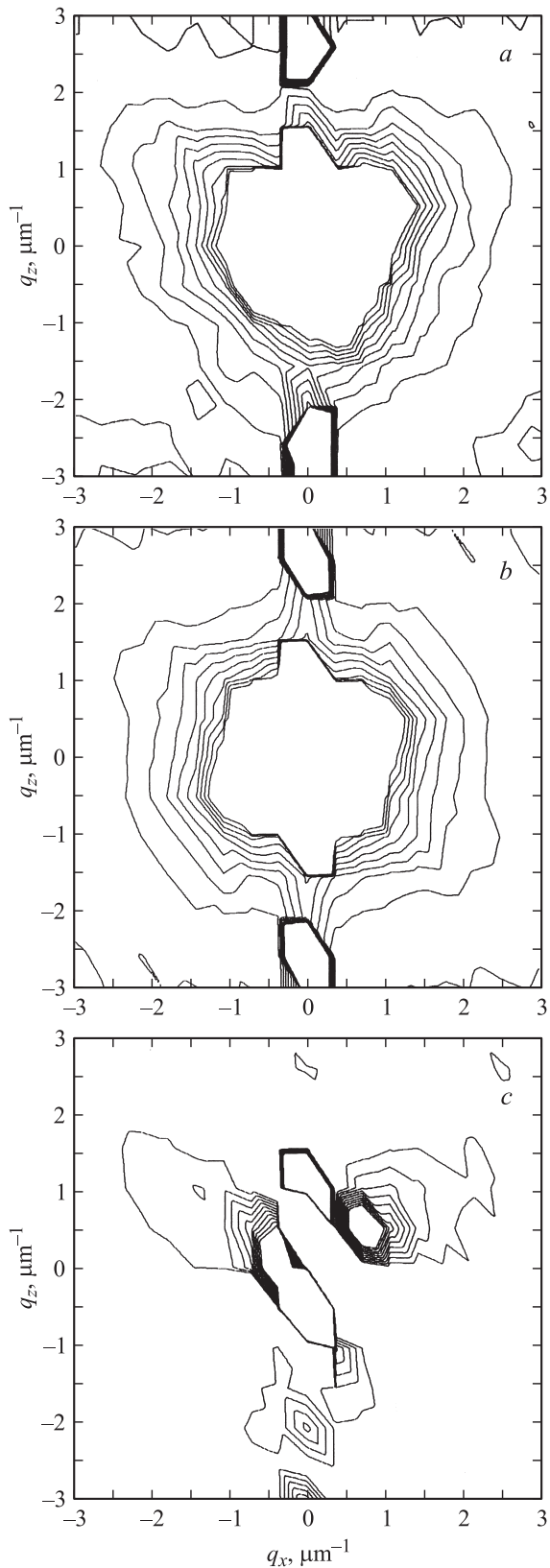


Рис. 3. Распределение интенсивности ДРРЛ (изодиффузные контуры) в окрестности узла 400 для образца 3. *a* — экспериментальный контур, *b* — симметричная составляющая, *c* — асимметричная составляющая. Значения интенсивности ДРРЛ на изолиниях меняются в диапазоне 0.5–9.5 count/s с интервалом 1.0 count/s.

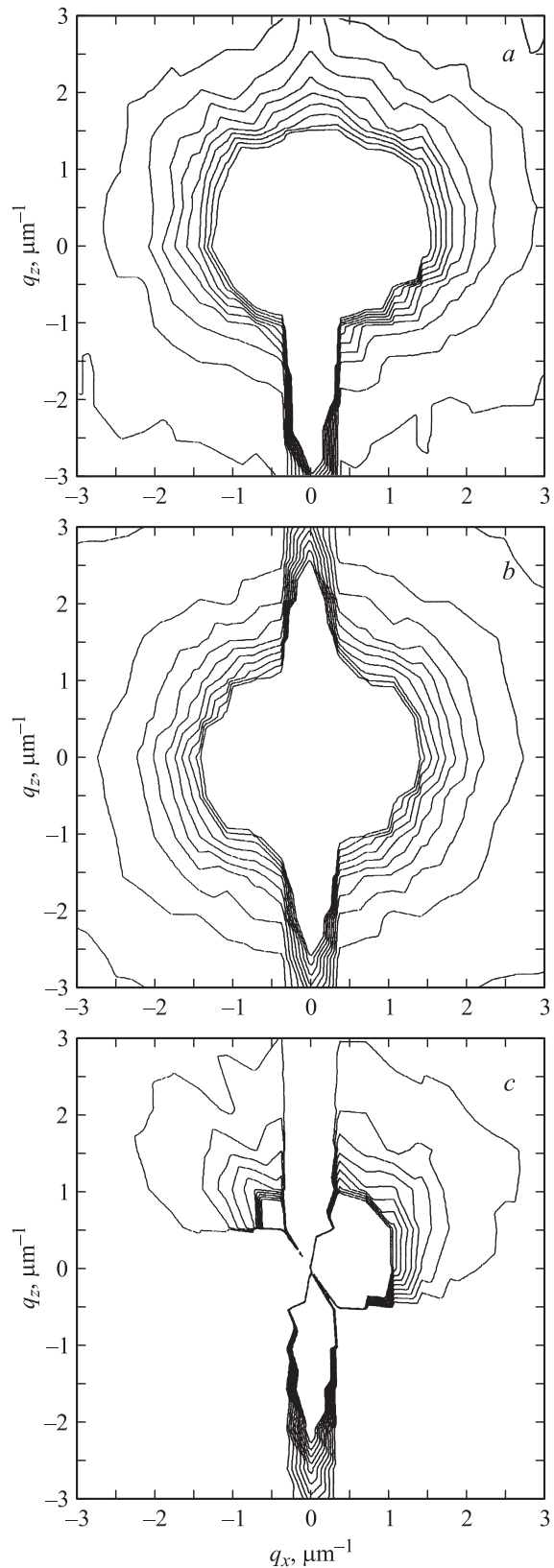


Рис. 4. Распределение интенсивности ДРРЛ (изодиффузные контуры) в окрестности узла 400 для образца 5. *a* — экспериментальный контур, *b* — симметричная составляющая, *c* — асимметричная составляющая. Значения интенсивности ДРРЛ на изолиниях меняются в диапазоне 1–19 count/s с интервалом 2.0 count/s.

рическим полем смещений. Количество этих дефектов примерно в 1.5–2 раза превышает концентрацию мелких МД в постростовых образцах. Радиус этих МД оценить сложно, так как из-за малой интенсивности область асимптотического рассеяния на них не достигнута. Можно лишь утверждать, что их размер менее $0.02 \mu\text{m}$. Данные ИК-спектроскопии свидетельствуют о том, что в этом образце наблюдается уже достаточно существенное изменение концентрации оптически активного кислорода. Совокупность всех этих данных позволяет предполагать, что в процессе отжига при 650°C в объеме пластин в областях с максимальным обогащением по кислороду формируются мелкие кислородосодержащие преципитаты — зародыши частиц SiO_2 .

На заключительной высокотемпературной ($1000^\circ\text{C}/4\text{h}$) стадии четырехступенчатой термообработки этой серии образцов (образец 5), как следует из соответствующей кривой ДРПЛ (рис. 2), в образце происходят дальнейшие весьма существенные структурные превращения. Наблюдается резкое увеличение размеров и плотности МД. Анализ изодиффузных контуров рассеяния рентгеновских лучей показывает, что источником ДРПЛ в этом образце являются МД с положительной мощностью (очевидно, частицы SiO_2) и несферическим полем смещения (рис. 4). В отличие от „примесных облаков“, наблюдавшихся в образце 3, такие МД имеют резкую некогерентную границу. Форма изодиффузных контуров (рис. 4) поменялась, что может свидетельствовать об изменении вектора смещений. При этом плоскости залегания дефектов остаются прежними — $\{110\}$. Оценки по „точке перегиба“ ($q_0 \approx 0.25 \mu\text{m}^{-1}$) на зависимости $\lg I = f(\lg q_x)$ (рис. 2) дают значения радиуса этих МД $\sim 1.5 \mu\text{m}$. Объемная плотность МД составляет $(0.96–1.0) \cdot 10^9 \text{cm}^{-3}$, что достаточно удовлетворительно коррелирует с данными ОМ (табл. 2).

Данные по диффузному рассеянию в образцах второй серии представлены на рис. 5 и 6. Увеличение температуры на „низкотемпературном“ этапе до 650°C (образец 6) приводит к значительному (примерно в 10 раз) уменьшению концентрации в образцах крупных дефектов типа „примесных облаков“, характерных для образцов с температурой отжига 450°C (образец 3). Наряду с этими дефектами в образце 6 существуют мелкие МД, аналогичные дефектам, наблюдавшимся в образце 4, о чем свидетельствует наличие участка с наклоном ~ 2 при $q_x > 2 \mu\text{m}^{-1}$ на кривой для образца 6 на рис. 5. Количество этих МД, судя по интенсивности ДРПЛ, такое же, как и в образце 4.

Образцы 7 и 8 после низкотемпературного отжига при 650°C прошли заключительную термообработку при 1000°C в течение 4 h и различаются длительностью низкотемпературной стадии (4 и 16 h соответственно). Как следует из данных, представленных на рис. 5, интенсивность ДРПЛ в образце 7 значительно ниже, чем в образце 8. Объемная плотность МД в образце 8 существенно выше и составляет $7.1 \cdot 10^8 \text{cm}^{-3}$. МД

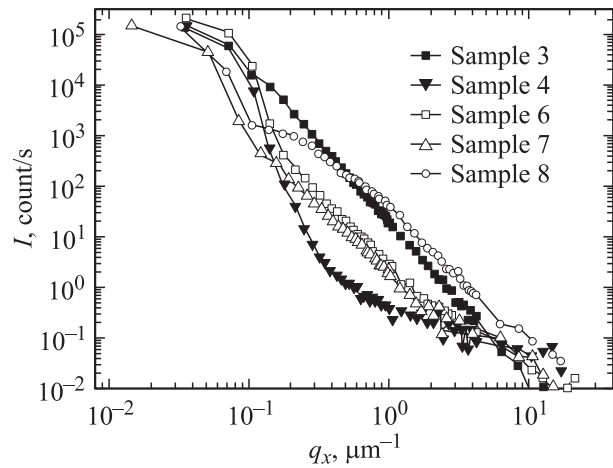


Рис. 5. Распределение интенсивности ДРПЛ для образцов 6, 7 и 8 вдоль направления $[011]$. Для сравнения приведено распределение интенсивности ДРПЛ для образцов 3 и 4 (в соответствии с рис. 2).

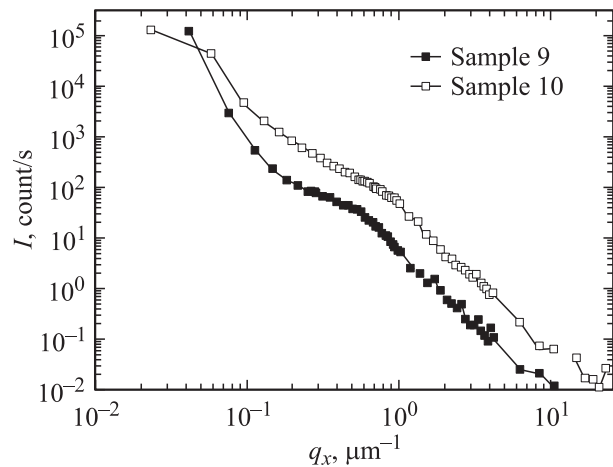


Рис. 6. Распределение интенсивности ДРПЛ для образцов 9 и 10 вдоль направления $[011]$.

имеют положительную мощность и характеризуются несферическим полем смещения. Нечетко выраженный перегиб на кривых для образцов 7 и 8 на рис. 5 при $q_x > 0.25 \mu\text{m}^{-1}$ свидетельствует о наличии большого разброса в размерах МД, формирующихся в этих образцах при термообработке. Максимальный размер МД в них достигает $1.2 \mu\text{m}$. Таким образом, увеличение времени отжига при 650°C с 4 до 16 h приводит к значительной интенсификации процесса распада пересыщенного твердого раствора кислорода с образованием оксидных преципитатов. Эти данные хорошо коррелируют с результатами измерений, свидетельствующими об уменьшении концентрации оптически активного кислорода в этих образцах в результате трехступенчатой термообработки (табл. 2).

Образцы 9 и 10 прошли полный цикл четырехступенчатой термообработки, используемой для формиро-

вания внутреннего геттера. От предыдущих образцов они отличаются тем, что подвергались дополнительному стабилизирующему отжигу при 800°C в течение 4 ч. Как следует из данных, представленных на рис. 6, использование дополнительного стабилизирующего отжига приводит к существенному увеличению интенсивности ДРРЛ. Объемная плотность МД существенно возрастает и составляет $1.2 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-3}$ в образце 9 и $2.2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ в образце 10. При этом резко уменьшается разброс в размерах МД. Размер МД в образце 10 составляет $\sim 0.4 \mu\text{m}$, а в образце 9 — $0.6 \mu\text{m}$. Анализ изодиффузных контуров рассеяния рентгеновских лучей свидетельствует о присутствии в этих образцах МД с несферическим полем смещений с положительной мощностью. Следует отметить, что данные по плотности МД в этих образцах, полученные при исследовании ДРРЛ, хорошо коррелируют с данными МО (табл. 2).

Таким образом, в настоящей работе получены следующие основные результаты.

1) Измерение ДРРЛ является эффективным методом исследования особенностей образования МД в монокристаллах кремния как на стадии их выращивания, так и при последующей термообработке. Особенно целесообразно использовать этот метод при исследовании ранних стадий микродефектообразования, когда ПЭМ не дает желаемых результатов.

2) С помощью метода ДРРЛ установлено, что в процессе низкотемпературной термообработки при 450°C в пластинах формируются характерные дефекты типа „примесных облаков“, представляющие собой области, обогащенные кислородом (и, возможно, собственными точечными дефектами) в пределах твердого раствора с размытой когерентной границей. Эти области достигают размера $\sim 2.5 \mu\text{m}$ и обнаруживают сильное ДРРЛ. На последующих стадиях распада пересыщенного твердого раствора кислорода внутри этих областей формируются оксидные преципитаты, а сами эти области исчезают.

3) В результате распада пересыщенного твердого раствора кислорода в процессе многоступенчатой термообработки в пластинах кремния образуются МД межузельного типа, залегающие в плоскостях типа $\{110\}$ и обладающие несферическими полями смещения. Уже на самых ранних стадиях формирования преципитаты имеют пластинчатую форму. При измерении ДРРЛ определены объемная плотность и размеры МД, образующихся в пластинах кремния на разных стадиях распада пересыщенного твердого раствора кислорода.

Список литературы

- [1] P.H. Dederichs. J. Phys. F **3**, 471 (1973).
- [2] М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. Наук. думка, Киев (1983). 470 с.
- [3] B.C. Larson, W. Schmatz. Phys. Rev. B **10**, 6, 2307 (1974).
- [4] H. Trinkaus. Phys. Stat. Sol. (b) **51**, 307 (1972).
- [5] В.К. Овчаров. Автореф. канд. дис. МИЭТ, М. (1998).

- [6] L.A. Charniy, K.D. Scherbachev, V.T. Bublik. Phys. Stat. Sol. (a) **128**, 2, 303 (1991).
- [7] У. Вустер. Диффузное рассеяние рентгеновских лучей в кристаллах. ИЛ, М. (1963). 287 с.
- [8] К.Д. Щербачев, В.Т. Бублик. Завод. лаб. **60**, 8, 473 (1994).
- [9] W.L. Bond. Acta Cryst. **13**, 814 (1960).
- [10] C. Claeys, J. Vanhellefont. 2nd Int. Autumn Meeting Gettering and Defect Engineering in the Semiconductor Technology (GADEST'87). Garzau, Germany (1987). P. 3.
- [11] И.М. Котина, В.В. Курядков, Г.Н. Мосина, С.Р. Новиков, Л.М. Сорокин. ФТТ **26**, 2, 436 (1984).