

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ ФІЗИКИ НАПІВПРОВІДНИКІВ

На правах рукопису

КРАСУЛЯ СЕРГІЙ МИХАЙЛОВИЧ

ВПЛИВ СТРУКТУРНИХ ПОШКОДЖЕНЬ В РЕАЛЬНИХ КРИСТАЛАХ
КРЕМНІЮ НА ПАРАМЕТРИ ДИНАМІЧНОЇ БРЕГ- ТА ЛАУЕ- ДИФРАКЦІЇ
РЕНТГЕНІВСЬКИХ ПРОМЕНІВ

01.04.07 - фізика твердого тіла

А в т о р е ф е р а т
дисертації на здобуття наукового ступеню
кандидата фізико-математичних наук

КИЇВ - 1996

Загальна характеристика роботи

Актуальність проблеми

Відомо, що характеристики кристалічних матеріалів та створених на їх базі приладів в значній мірі визначаються досконалістю кристалічної структури. Тому структурна діагностика реальних кристалів є актуальною задачею фізики твердого тіла.

В останні роки досягнутий певний прогрес в розумінні процесів дифракційної взаємодії випромінювань з неідеальною кристалічною ґраткою. Однак процес створення загальної теорії розсіяння на реальних кристалах ще не завершений. Тому значний інтерес викликає перевірка основних результатів динамічної теорії та визначення меж застосування отриманих математичних виразів.

Окремий інтерес становлять рентгенодифракційні дослідження в геометрії Бреґа. Недостатня вивченність закономірностей дифракції рентгенівських променів в цій геометрії гальмує розвиток зручних з практичної точки зору методів дифрактометричної діагностики масивних кристалів, дослідження яких при Лауе-дифракції є утрудненим.

Отже, з огляду на все вище згадане, можна зробити висновок, про те, що представлена робота присвячена актуальній проблемі.

Метою роботи є експериментальне дослідження закономірностей динамічної дифракції рентгенівських променів на кристалах, що містять різноманітні структурні пошкодження. Зокрема:

- вивчення впливу пошкоджень кристалічної ґратки, що утворилися в процесі різних технологічних обробок, на величину ІВЗ, а також на залежність ІВЗ та ІІ компонент від порядку рефлекса з метою отримання нової інформації про характер динамічного розсіювання рентгенівських променів в неідеальних кристалах та оптимізації умов дифрактометричного експерименту;

- дослідження закономірностей динамічної дифракції рентгенівських променів на масивних реальних кристалах у випадку Бреґа з метою

розвитку уявлень про механізми впливу дефект'в на параметри дифракції та перевірки існуючих теоретичних положень;

- створення на базі отриманих даних нових експресних неруйнівних методів структурної діагностики.

Наукова новизна роботи.

Наукова новизна роботи визначається сукупністю результатів, сформульованих у висновках до дисертації і приведенних у кінці автореферату. До основних суттєво нових результатів дисертаційної роботи можна віднести наступні:

1. Експериментально вивчений та пояснений в рамках динамічної теорії дифракції на кристалах з хаотично розподіленими дефектами характер залежностей ІВЗ від порядку рефлекса в геометрії Брега для зразків, що відрізняються типом та рівнем структурних пошкоджень. Показано, що аналіз залежностей ІВЗ та статичного фактора Дебая-Валлера від порядку рефлекса дозволяє отримувати інформацію про домінуючий тип дефектів та ступінь пошкодженості масивних кристалів.

2. Показана можливість визначення інтегральних характеристик структурної досконалості слабопошкоджених кристалів на однокристальному спектрометрі в геометрії Брега без використання еталонного зразка порівняння.

3. Показано, що при наявності в кристалі комбінованих (об'ємних та поверхневих) порушень структури аналіз просторового розподілу інтенсивності дифрагованих пучків в геометрії Брега дозволяє визначити не тільки глибину порушеного поверхневого шару, але й отримувати інформацію про домінуючий тип, розмір та концентрацію дефектів, що розподілені в об'ємі кристалу.

4. Виявлено, що приповерхневий шар кристалів кремнію, в які були імплантовані високоенергетичні іони різних елементів, характеризується неоднорідним по глибині розподілом пошкоджень структури. Крім

дифракційних відгуків від захороненого шару спостігаються сплески інтенсивності від менш глибоких зон, хоча при цьому слідів захороненого шару в цій області кристалу виявити не вдається.

5. Розроблено та експериментально обґрунтовано однокристалний метод визначення інтегральних характеристик структурної досконалості реальних монокристалів, що базується на використанні Лауе-дифракції як характеристичного, так і неперервного спектру рентгенівської трубки.

6. Виявлено, що величина статичного фактору Дебая-Валлера монокристалів кремнію, що пройшли різноманітні термічні обробки в умовах гідростатичного стиснення, суттєво зростає при збільшенні тиску гідростатичного стиснення.

Наукове і практичне значення роботи.

Одержані в роботі нові дані розвивають уявлення про особливості дифракції рентгенівських променів на реальних кристалах, а також створюють базу для розширення функціональних можливостей існуючих та створення нових методів дослідження структурної досконалості монокристалічних матеріалів. Розроблені в дисертації методи структурної діагностики монокристалів дають змогу експресно отримувати кількісну інформацію про характеристики пошкоджень структури (кластери точкових дефектів, діслокації, порушені поверхневі шари, захоронені шари), що утворюються в результаті різноманітних фізичних впливів, і тому викликають інтерес при вдосконаленні технології вирощування та обробки кристалічних матеріалів.

Положення, що виносяться на захист.

1. При Брег-дифракції жорсткого рентгенівського випромінювання залежність відносного приросту інтегральної відбиваючої здатності реального кристалу, у порівнянні з досконалим, від порядку рефлекса має немонотонний характер, що обумовлено впливом дифузної складової розсіяння. Це дозволяє при використанні однокристалного спектрометра оптимізувати дифракційні умови експерименту і, отже, підвищити

чутливість ІВЗ до рівня структурних пошкоджень кристала, включаючи можливість визначення інтегральних характеристик структурної досконалості кристала без застосування спеціально вибраного досконалого зразка порівняння.

2. В процесі опромінення кристалів кремнію іонами (H,Kr,U) з енергіями в декілька мега-електронвольт виникають суттєві порушення періодичності кристалічної структури, що характеризуються наявністю як сильнопошкодженої (аморфізованої) зони, де в основному зупинилися прискорені іони, так і більш протяжної, але менш пошкодженої області, що розташована ближче до вхідної поверхні кристалу. Дифракційний експеримент в геометрії Брега дозволяє визначити характер розподілу по глибині структурних пошкоджень, а також розрахувати протяжність різних зон пошкоджень та оцінити величину статичного фактора Дебая-Валлера.

3. Застосування гідростатичного стискування при одночасному високотемпературному відпалі кристалів кремнію суттєво погіршує їх структурну досконалість. Гідростатичне стискування кристалів кремнію, одержаних за методом Чохральського, які містять високу концентрацію кисню, в умовах ретроградного розчинення кластерів SiO_2 може сповільнювати цей процес за рахунок пригнічення дифузії домішок від вказаних кластерів.

Апробація роботи.

Матеріали дисертації доповідались і обговорювались на таких конференціях і семінарах: міжнародній конференції: XVI Conference on Applied Crystallography (Польща, 1994); міжнародній конференції II International School and Symposium on Physics in Materials Science (Польща, 1995); міжнародній конференції 3rd International School and Symposium on Synchrotron Radiation in Natural Sciences (Польща, 1996); наукових семінарах Інституту фізики напівпровідників НАН України.

Особистий внесок автора

В дисертаційній роботі узагальнені результати експериментальних досліджень, виконаних дисертантом особисто, в рамках завдань, сформульованих науковими керівниками. Оскільки дисертант приймав активну участь у написанні, оформленні та обговоренні статей, він є повноправним членом авторського колективу усіх матеріалів, надрукованих у співавторстві.

Публікації

По темі дисертації опубліковано 8 наукових робіт.

Структура і об'єм дисертації

Дисертація загальним об'ємом 146 сторінок складається з 5 глав, вступу і заключної частини і вміщує в себе 31 рисунок, 8 таблиць та список літератури з 126 найменувань.

Основний зміст роботи

У вступі обгрунтована актуальність вибраного напрямку досліджень, коротко розглянуто стан проблеми, сформульовані мета, наукова новизна роботи та практичне значення одержаних результатів, подано основні положення, що вносяться на захист, і відомості про апробацію, а також список публікацій автора по темі дисертації.

У першому розділі зроблено огляд літератури по темі дисертації та проаналізовано стан питання на сучасному етапі. Розглянуті теоретичні та експериментальні аспекти проблеми дифракції рентгенівських променів на реальних монокристалах як в геометрії Лауе так і в геометрії Брега. Придільено особливу увагу можливості використання дифракційних ефектів для визначення величин інтегральних характеристик структурної досконалості. Аналіз літературних даних підтвердив актуальність поставленої задачі.

Другий розділ - методичний, присвячений апаратурним і методичним особливостям дифрактометричних вимірювань.

У третьому розділі наводяться результати експериментального дослідження впливу структурних пошкоджень в кристалах кремнію на параметри дифракції рентгенівських променів в геометрії Брега.

В першому параграфі досліджувався характер залежності від порядку рефлекса абсолютних значень ІВЗ кристалів з хаотично розподіленими в об'ємі дефектами, а також запропонована експресна методика визначення величини статичного фактора Дебая-Валлера. Об'єктами дослідження були бездислокаційні кристали кремнію 1,2, що містять дефекти, які утворилися в процесі їх вирощування методами бестигельної зонної плавки та Чохральського, відповідно: бездислокаційні зразки 3,4, що вирощувались за методом Чохральського, пройшли термообробку при 1000°C на протязі 4 год. - зразок 3 і 6 год. - зразок 4, зразки 5,6, що містили ростові дислокації з густиною в діапазоні $10^4 - 10^5 \text{ см}^{-2}$. Розрахунок величини статичного фактора Дебая-Валлера проводився за формулою Дедерікса.

Найважливіші дані вимірів та розрахунків приведені на рис. 1-3. Серед отриманих результатів відзначається те, що величини відносного приросту ІВЗ г у порівнянні з досконалим кристалом для усіх зразків знаходяться приблизно на тому ж рівні, що і для випадку Лауе-дифракції рентгенівських променів в умовах слабого поглинання. Також, відмічається немонотонність залежності $\gamma(N)$ для кристалів різних серій. Показано, що одержані залежності ІВЗ та г від порядку рефлексу можуть бути пояснені в рамках існуючих теоретичних уявлень. Загалом розрахункові значення г досить добре співпадають з експериментом. Розбіжність розрахунку $\gamma(N)$ та експерименту для зразків третьої серії (5,6) для рефлексу 777 пояснюється тим, що формула Дедерікса не враховує додаткові втрати енергії при дифузному розсіянні на дефектах. Експериментально одержані залежності $\ln L(\ln N)$ добре співпадають з теоретичними, і тому можуть бути використані для визначення домінуючого типу дефектів в масивних кристалах.

У другому параграфі досліджувалась ступінь кореляції теоретичної моделі з експериментальними профілями просторового розподілу інтенсивності $I(x)$ при брегівській дифракції на кристалах Si, що відрізнялися типом та рівнем пошкоджень структури. Крім того, розроблена методика статистичної обробки даних вимірювання профілю, що враховує апаратурні фактори, а також

досліджено можливості методу по визначенню типу дефектів, розподілених в об'ємі кристалу.

Параметри L і μ_d визначалися методом послідовних ітерацій при використанні формули для $I_1(x)$, що враховує апаратурні фактори, та початкових значень L_0 і μ_{d0} , що були отримані при аналізі периферій ($x > 2\lambda$, L -довжина екстинкції) експериментальних профілів. Досить високі значення кореляційного параметра, при відносно невеликих відносних похибках визначення параметрів L і μ_d , свідчать про гарну точність апроксимації експериментальних даних теоретичними залежностями для всіх зразків. Виявилось, що для зразків, які містять дефекти кулонівського типу, що утворилися в результаті розпаду пересиченого твердого розчину кисню в кремнії в процесі термообробок, залежності $\ln L(\ln N)$ є лінійними, що добре погоджується з моделлю для дрібних кластерів. Для дислокаційних кристалів залежність $\ln L(\ln N)$ є нелінійною. Ця обставина може бути використана для визначення домінуючого типу пошкоджень в досліджуваному кристалі.

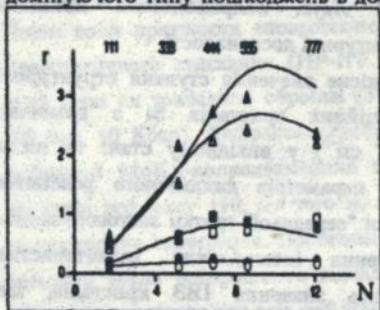


Рис. 1. Експериментальні значення r для рефлексів різного типу. Криві - розрахункові залежності $r(N)$.

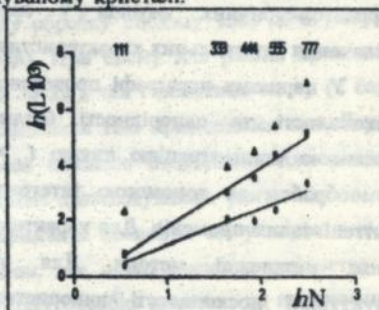


Рис. 2. Експериментальні та розрахункові залежності $\ln L(\ln N)$.

У третьому параграфі розроблено метод експресної діагностики структурної досконалості слабо пошкоджених кристалів при дифракції рентгенівських променів в геометрії Брега на однокристалному спектрометрі. Підхід базується на вимірюванні повної інтегральної інтенсивності відбитого пучка та реєстрації профілю просторового розподілу інтенсивності рефлекса. Це дозволяє без використання досконалого зразка порівняння розрахувати величини когерентної та дифузної компонент розсіяння, а також значення статичного

фактора Дебая-Валлера та коефіцієнт додаткових втрат енергії випромінювання при дифузному розсіянні на дефектах.

Для апробації методу було проведено експериментальне дослідження будови монокристалів Si різного ступеню структурної досконалості: перший бездислокаційний зразок, отриманий за методом Чохральського, знаходився в вихідному після вирощування стані. Після його відпалу на протязі 2 годин при 850°C - зразок 2. Зразок 3 містив ростові дислокації з густиною $5 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$. Значення μ_d є значно меншим від μ_0 , що свідчить про слабкість впливу параметру μ_d на величини, що рееструються в експерименті. Розрахований за одержаними значеннями L і μ_d величина середнього характерного радіусу дефектів для зразка 2 ($R = 2 \text{ мкм}$) добре корелює з величиною R , отриманою за допомогою незалежного методу.

У четвертому розділі досліджувалась структурна досконалість монокристалів кремнію, отриманих за методом Чохральського, як до так і після обробок з широким діапазоном варювання температури та тиску за допомогою дифрактометричних методів у геометрії Лауе. Запропонована методика визначення інтегральних характеристик структурної досконалості.

У першому параграфі проведено кількісне вивчення ступеня структурної досконалості та однорідності бездислокаційних кристалів Si з гранично можливою концентрацією кисню ($> 10^{18} \text{ см}^{-3}$) у вихідному стані та після термообробок за допомогою інтегральних параметрів динамічного розсіяння рентгенівських променів. Для характеристики "середньої" ґратки застосовувались також незалежні методи. Для визначення інтегральних характеристик структурної досконалості використовувались значення ІВЗ кристалів, що вимірювалися на ОКС для великих (800, 440) порядків відбиття від площин (100) та (110) при Лауе-дифракції $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -випромінювання. При цьому виконувались умови слабкого поглинання. Одержані експериментальні дані показали, що у вихідному стані, а також після низькотемпературної обробки (в околі $T = 700 \text{ K}$) пластини Si були достатньо досконалими, $L_{800} = 10^3$, що є близьким до значень цього параметру вимірюваного в кристалах, що вирощені за методом безтигельної зонної плавки. Однак, варіації інтегральних характеристик в цих зразках досить великі (10 - 40 %). В значній мірі змінюється від точки до точки і параметр ґратки

При збільшенні температури нагріву зразків до 1300 - 1400 K, а особливо в умовах гідростатичного їх стиснення, структурна досконалість різко

погіршується, про що свідчить також виникнення інтенсивного дифузного розсіяння на утворених дефектах структури. Величина статичного фактора Дебая-Валлера при цьому зростає приблизно на 2 порядки. Про це свідчить і виникнення дефектів структури, що спостерігаються методами вибіркового травлення. Однак, ступінь структурної однорідності при цьому покращується ($\Delta L/L = 1-3\%$). Запропонований метод дослідження структурної досконалості за допомогою вимірювання L може бути корисним для контролю ефективності тих чи інших термообробок, пов'язаних із створенням об'ємних гетеруючих центрів.

У другому параграфі вивчався вплив на ступінь структурної досконалості гідростатичного стискання кристалів Si в температурному інтервалі ($T=1500 - 1600\text{K}$), де відбувається зворотній розчин кисневих преципітатів. Об'єктами дослідження були пластини Si, одержаного за методом Чохральського, із концентрацією кисню близькою до гранично можливої. Всі зразки пройшли попередній відпал на протязі 2 годин спочатку при 1000 K , а потім - при 1320 K з метою формування зародків кисневих кластерів та їх подальшого розвитку. Потім вони проходили високотемпературну обробку поблизу 1550 K в умовах гідростатичного стискання (НР-НТ обробка). При цьому для різних кристалів були різні як тривалість обробки (5 хв. та 30 хв.), так і величина тиску (1 бар, 100 бар, 10 Кбар). Дифрактометричні дослідження ІВЗ проводилися при Лауе-дифракції $\text{MoK}_{\alpha 1}$ -випромінювання в умовах слабкого поглинання для різних порядків рефлексу 110. До того ж, допоміжно застосовувалась рентгенівська та синхротронна топографія. Проведені експерименти показали, що у порівнянні з вихідним після попереднього відпалу станом, для якого значення параметра L було максимальним для всіх рефлексів, НР-НТ обробка призвела до поліпшення структурного стану. Встановлено залежність ступеню структурної досконалості від величини тиску. При цьому, чим вище була величина тиску, тим структурний стан був більш близьким до вихідного після попереднього відпалу. Графіки залежностей $\ln L(\ln N)$ для всіх зразків за виключенням одного, для якого топограма різко відрізняється по вигляду від інших (відсутні зображення петель), можуть бути апроксимовані прямим із нахилом приблизно 1,5 (рис 3). Одержані результати пояснюються наступним чином. Під час попереднього відпалу в кристалах виникає дефектна структура, що характеризується переважно наявністю дислокаційних петель. Подальший відпал при $T=1550\text{ K}$ та тиску 1 бар призводить до розчину дефектів. Підвищення тиску призводить до

уповільнення процесу розчину мікрodefektів, який має дифузійний характер. Крім того, запропоновано інший можливий варіант пояснення погіршення структурної досконалості при підвищенні тиску-генерація нових defektів за рахунок призматичного витискування дислокаційних петель кластерами SiO_2 навіть в умовах їх розчину.

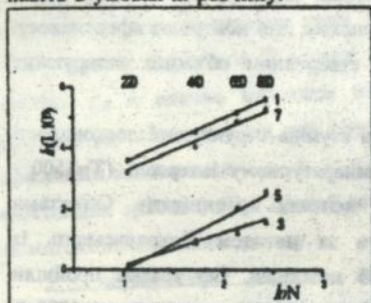


Рис. 3. Залежність статичного фактора Дебая-Валлера від порядку рефлекса для зразків 1,3,5,7.

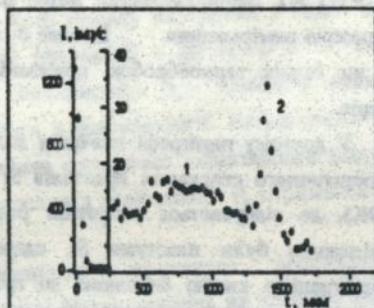


Рис. 4. Просторовий розподіл інтенсивності дифрагованого в геометрії Брега пучка для зразка, опроміненого протонами.

Третій параграф присвячено розробці та обґрунтуванню експресного неруйнівного методу структурної діагностики монокристалів, що базується на Лауе-дифракції рентгенівських променів з різними довжинами хвиль. Запропонований метод може використовуватись при роботі на гальмівному спектрі синхротронного прискорювача електронів. Показано, що варюючи рівень поглинання при дифракції на одному і тому ж кристалі за рахунок зміни довжини хвилі неперервного спектру від $\text{AgK}_{\alpha 1} (\mu_0 = 7.3 \text{ см}^{-1})$ до $\text{Cu K}_{\alpha 1} (\mu_0 = 144.0 \text{ см}^{-1})$ можна добитися того, що в першому випадку кристал є "тонким", а в другому - "товстим". Визначаючи в першому випадку параметр L , який, як відомо, не залежить від довжини хвилі променів, можна розрахувати другий параметр μ_0 з формули для ІВЗ "товстого" кристала. Для апробації запропонованого методу був використаний кристал Si , одержаний за методом Чохральського, який пройшов термообробку при 850°C на протязі 4 годин. Виявилось, що величини характерного розміру defektів ($r = 2 \text{ мкм}$) та їх концентрації ($n = 2 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$), розраховані на основі експериментальних значень L та μ_0 , добре корелюють із значеннями r та n , одержаними незалежним методом, що підтверджує коректність запропонованої методики.

У п'ятому розділі аналізується вплив порушеного поверхневого шару на профілі просторового розподілу інтенсивності дифрагованих в геометрії Брега пучків. Приведені результати кількісної діагностики реальної структури кристалів, опроміненіх високоенергетичними іонами, за допомогою рентгено топографічних та дифрактометричних методів.

У першому параграфі досліджувались пошкодження структури, що виникли поблизу поверхні кристалів, опроміненіх іонами (H, Kr, U), прискореними до енергій в декілька мега-електронвольт. Об'єктами дослідження були бездислокаційні кристали кремнію. Виміри ІВЗ досліджуваних кристалів показали, що в усіх зразках виникають помітні структурні пошкодження, оскільки спостерігається значний приріст величин ІВЗ у порівнянні з досконалим кристалом. За допомогою топографії в геометрії Брега показано, що опромінені ураном зразки є неоднорідними по глибині. Крім зони, де на глибині 160 мкм від поверхні, повністю зупинилися іони урана, була виявлена також менш глибока пошкоджена зона. За допомогою топографії виявлено, що зразок, опромінений протонами, теж характеризується неоднорідним розподілом пошкоджень структури. Дифрактограма цього зразка (рис. 4) свідчить, що крім захороненого на глибині 1400 мкм шару (товщина 146 мкм) існує менш глибокий (700 мкм), але більш протяжний шар з товщиною 660 мкм. З цих даних зроблено висновок, що тонка неоднорідна структура пошкодженого шару виникає при опроміненні як важкими іонами (уран), так і легкими (водень). При вивченні пошкоджень структури в зразках 1-6, викликаних іонами криптону, останні послідовно проходили через пластини товщиною 190 мкм (зразки 1-4) і потім повністю гальмувалися в наступній пластині (зразок 5). В пластину 6 іони вже не потрапляли, і структура зразка, судячи з величини $I_{600} \sim 7 \cdot 10^{-3}$, була близькою до структури досить досконалого зразка. Виявлена також часткова релаксація напрут на границі між опроміненою та неопроміненою областями на протязі тривалого часу зберігання зразків.

У другому параграфі експериментально досліджені закономірності просторового розподілу інтенсивності відбитого пучка рентгенівських променів в геометрії Брега на кристалах з порушеним поверхневим шаром (ППШ). Одержані діаграми просторового розподілу інтенсивності дифрагованого пучка свідчать про те, що ППШ, який виник під час механічного шліфування абразивом М20, суттєво змінив форму профіля. Відмічається, що відбулося значне збільшення інтенсивності та ширини головного піка. Ці зміни пояснені

впливом довгоперіодних компонент поля пружних деформацій, обумовлених поверхневими концентраторами напруг. Разом з цим характерним є виникнення додаткового максимуму інтенсивності, обумовленого розсіянням рентгенівських променів поблизу порушеної вихідної грані кристала. На відміну від головного піка, недовготривалий відпал (5 хв. при 650°C) змінює лише інтенсивність додаткового максимуму, а ширина залишається практично без змін. Виявлено, що центральні частини діаграм $I(x)$ для полірованого та шліфованого кристалів практично повністю співпадають. Цей факт свідчить про те, що в об'ємі зразків кристалічна матриця пошкоджена пружними деформаціями незначним чином. Тому зроблено висновок, що центральна частина профілю, записаного від реального кристалу, який має на поверхні ППШ, може бути використана для визначення інтегральних характеристик дефектів в об'ємі кристала. Показано, що результати такого розрахунку величин L і μ_d добре корелюють з відомими в літературі даними.

В заключній частині сформульовані основні результати і висновки, що наведені нижче.

Основні результати і висновки.

1. Для брегівської дифракції рентгенівських променів встановлено, що залежність відносного приросту інтегральної відбиваючої здатності в дефектному кристалі в порівнянні з досконалим від порядку рефлексу на зразках, що відрізняються рівнем та типом структурних пошкоджень, має немонотонний характер. Цей результат дозволяє встановити межу найбільшої чутливості розсіювання до пошкоджень структури, а, значить, і отримувати надійну якісну та кількісну інформацію про тип домінуючих мікродефектів, їх розмір та концентрацію.

2. Показано, що профілі просторового розподілу інтенсивності відбитого в геометрії Бреґґа пучка для кристалів кремнію, які відрізняються широким діапазоном рівнів пошкоджень, з урахуванням апаратних факторів можуть бути описані на базі існуючих теоретичних уявлень та використані для розділення когерентної та дифузної компонент розсіювання повної відбиваючої здатності реального кристалу.

3. Вперше для вимірювань з допомогою однокристалного спектрометра запропоновано безеталонний метод визначення величин вкладів в ІВЗ когерентної та дифузної компонент розсіювання, а також інтегральних параметрів

структурної досконалості, який базується на послідовних вимірах інтегральної інтенсивності дифракційних максимумів та реєстрації профілю просторового розподілу інтенсивності рефлекса в одному фіксованому положенні зразка.

4. Встановлено, що кристали кремнію, опромінені високоенергетичними іонами хімічних елементів, характеризуються неоднорідним по глибині розподілом пошкоджень структури. Разом з наявністю сильнопошкодженої (аморфізованої) зони, в цих кристалах спостерігається також і менш пошкоджена, але більш протяжна зона порушень структури, що прилягає до поверхні зразка.

5. З допомогою незалежних вимірювань відбиваючої здатності та просторово розподіленої інтенсивності дифрагованого в геометрії Бреґґа пучка встановлено, що приповерхневий шар, який передує шарові з аморфізованою структурою, містить значні структурні пошкодження. Таким чином, прийнята в літературі модель структурних пошкоджень в радіаційно опроміненних кристалах, яка допускає існування перехідної зони з досконалою структурою, не справджується.

6. На основі рентгенівських топографічних даних про рівень контраста зображень межі між опроміненою та неопроміненою областями, показано, що на протязі тривалого часу зберігання кристалів відбувається певна релаксація шпруг, що виникають після опромінення іонами високих енергій.

7. Встановлено, що при наявності в кристалі Si комбінованих (об'ємних і поверхневих) порушень структури, аналіз просторового розподілу інтенсивності дифрагованих пучків в геометрії Бреґґа дозволяє не тільки визначити глибину порушеного поверхневого шару, але й отримувати інформацію про домінуючий тип, розмір та концентрацію дефектів, розподілених в об'ємі кристалу.

8. Показано, що високотемпературна обробка пластин бездислокаційного монокристалічного кремнію, сильнолегованого киснем, призводить до утворення розвинутої, відносно однорідної дефектної структури, а ступінь пошкоджень кристалічної ґратки, що описується величиною інтегральних характеристик структурної досконалості, близька до рівнів, характерних для кристалів з достатньо високою густиною дислокацій.

9. Експериментально виявлено, що значення статичного фактора Дебая-Валлера монокристалів кремнію, які пройшли багатоступеневий відпал в умовах гідростатичного стискування, суттєво зростають при збільшенні величини тиску.

Вперше встановлений ефект пригнічення дифузійних процесів, які є причиною

ІМ. Б. Стефаніка
АН України

ліквідації кластерів SiO_2 , в кристалах кремнію, вирощених за методом Чохральського, в умовах впливу гідростатичного стискування.

10. Запропоновано метод визначення значень інтегральних характеристик структурної досконалості (L , μ_c) монокристалів на однокристалному спектрометрі, що ґрунтується на використанні випромінювання характеристичного та неперервного спектру рентгенівської трубки при дифракції в геометрії Лауе.

Основні результати дисертації опубліковані в таких наукових працях.

1. Николаев В.В., Красуля С.М., Хрупа В.И. Исследование типа дефектов по характеру пространственного распределения интенсивности брэгговских рефлексов // *Металлофизика* - 1993 - т.15, N10 - с.75-80.
2. Николаев В.В., Хрупа В.И., Красуля С.М. Рентгенодифракционное исследование искажений структуры в кристаллах с нарушенным поверхностным слоем // *Завод. лаб.* - 1994 - N 3 - с.27-30.
3. Бригинец А.В., Красуля С.М., Хрупа В.И. Влияние структурных искажений на интенсивность брэгговских рентгенодифракционных рефлексов разных порядков // *Кристаллография* - 1994 - т.39, N2 - с.245-249.
4. Datsenko L., Khrupa V., Misiuk A., Swiderskii J., Krasulya S., Wolf J. Homogeneity of annealed Cz-Si wafers determined by X-ray diffraction methods.//*Proc. of the XVI Conf. on appl. cryst.* -1994- p.321-324.
5. Ауляйтнер Ю., Хрупа В.И., Дащенко Л.И., Скороход М.Я., Красуля С.М., Мачулин В. Ф. Рентгенодифракционные исследования структуры монокристаллов кремния, облученных высокоэнергетическими ионами.// *Металлофиз. и нов. технология* - 1995 - т.17, N 8 - с. 73-78.
6. Хрупа В.И., Красуля С.М., Мачулин В.Ф., Молодкин В.Б., Дащенко Л.И. Определение интегральных характеристик дефектов при однокристалльной брэгг-дифракции. // *Металлофиз. и нов. технологии* - т.17, N9 - с.27-31.
7. Auleytner J., Khrupa V.I., Datsenko L.I., Krasulya S.M., Skorokhod M.Ya. X-ray diffraction investigations of structure of silicon single crystals after irradiation by heavy ions. // *Acta Phys. Polonica A.* -1996- v.89, N3 -p.301-308.
8. Khrupa V.I., Krasulya S.M., Machulin V.F., Datsenko L.I., Auleytner J. Investigation of near surface distortions in Si single crystals by means of spatial distribution analysis of reflected beams.// *Acta Phys. Polonica A.* -1996- v.89, N 3 - p.309-313.

SUMMARY

Krasulya S.M. Influence of structural distortions in silicon real crystals on parameters of dynamical X-ray Bragg- and Laue- diffraction.

The physics and mathematics candidate (Ph.D.) thesis on speciality 01.04.07. -Solid State Physics. Institute of Semiconductor Physics, National Academy of Sciences of Ukraine, Kiev, 1996.

The thesis is devoted to the experimental investigation of regularities of dynamical X-ray diffraction on crystals containing various structure distortions. Techniques based on measuring of integrated reflectivity and profiles of diffracted intensity spatial distribution have been applied.

It is found that dependence of relative increase of integrated reflectivity in real crystal in comparison to perfect one is non monotone for the case of hard X-ray Bragg diffraction. Method of quantitative determination of Debye-Waller static factor, coefficient of additional energy loss on diffuse scattering and absolute value of integrated reflectivity on single crystal spectrometer is theoretically established and experimentally tested. It is shown that silicon crystals irradiated by high energy ions of H, Kr, U has inhomogeneous distortion structure: beside buried-in layer, distorted layer situated closer to the surface can be observed. It has been determined that hydrostatic pressurization as additional to high temperature annealing treatment of silicon crystals leads to substantial lowering of structural perfection.

АННОТАЦИЯ

Красуля С.М. Влияние структурных искажений в реальных кристаллах кремния на параметры динамической Брегг- и Лауэ- дифракции рентгеновских лучей.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07. - Физика твердого тела. Институт физики полупроводников НАН Украины, Киев, 1996.

Работа посвящена экспериментальному исследованию закономерностей динамической дифракции рентгеновских лучей на кристаллах, содержащих разнообразие искажения структуры. Применялись методы, основанные на измерении интегральной отражающей способности и профилей пространственного распределения дифрагированного излучения.

Было обнаружено, что при дифракции жесткого рентгеновского излучения в геометрии Брегга зависимость относительного прироста интегральной отражающей способности реального кристалла по сравнению с идеальным имеет немонотонный характер. Теоретически обоснован и экспериментально апробирован метод определения статического фактора Дебая-Валлера, коэффициента дополнительных потерь энергии излучения на диффузное рассеяние и абсолютных значений интегральной отражающей способности на однокристалльном спектрометре без использования образца сравнения. Показано, что кристаллы кремния, облученные высокоэнергетическими ионами Н, Кг, U характеризуются неоднородным распределением структурных искажений: кроме захороненного слоя, наблюдается искаженная зона, расположенная ближе к входной поверхности кристалла. Установлено, что гидростатическое сжатие при одновременном высокотемпературном отжиге существенно ухудшает структурное совершенство кристаллов кремния.

Підписано до друку 21.05.96, формат 60x84/16

Папір офсетний. Умовн.-друк.аркуш. 1,0.

Об.-вид.аркуш 1,0. Тираж 100. Замовл. 213.

Поліграф. дільн. Інституту електродинаміки АН України,
252660, Київ-57, проспект Перемоги, 56

436603

AB 35.003

AB 35.003