

PACS numbers: 61.05.C-, 61.72.Dd, 61.72.J-, 62.82.Fk, 68.35.Ct, 81.07.-b, 85.40.-e

Создание основ интегральной динамической дифрактометрии микро- и нанонеоднородностей структуры кристаллов с дефектами и нарушенным поверхностным слоем

В. Б. Молодкин¹, А. И. Низкова¹, Е. И. Богданов¹, С. В. Дмитриев¹,
В. В. Лизунов¹, Е. С. Скакунова¹, Н. Г. Толмачев², Я. В. Василик¹,
А. Г. Карпов², О. Г. Войток², В. П. Почекуев²

¹*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03142 Киев, Украина*

²*ООО «Центр новейшей диагностики»,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03142 Киев, Украина*

Разработан и реализован практически на основе использования обнаруженных эффектов асимметрии азимутальной зависимости полной интегральной интенсивности динамической дифракции подход для неразрушающей диагностики профиля неоднородного распределения микродефектов в монокристаллах. В частности, впервые получен профиль распределения микродефектов (преципитатов и дислокационных петель без ограничений на их размеры) по глубине динамически рассеивающего слоя монокристалла, а также показана принципиальная возможность и фактически определена кинетика изменения его сложной структуры после обработки высокоэнергетическими электронами.

Розроблено і реалізовано практично на основі використання виявлених ефектів асиметрії азимутальної залежності повної інтегральної інтенсивності динамічної дифракції підхід для неруйнівної діагностики профілю неоднорідного розподілу мікродефектів у монокристалах. Зокрема, вперше одержано профіль розподілу мікродефектів (преципітатів і дислокаційних петель без обмежень на їхні розміри) за глибиною динамічного розсіювального шару монокристалу, а також показано принципову можливість і фактично визначено кінетику зміни його складної структури після оброблення високоенергетичними електронами.

Based on the use of observed effects of the asymmetry of an azimuthal dependence of a total integrated intensity of a dynamical diffraction, approach is developed and practically implemented for the non-destructive

diagnostics of a profile of the inhomogeneous distribution of micro-defects in single crystals. In particular, for the first time, the distribution profile for microdefects (precipitates and dislocation loops without restrictions on their sizes) over a depth of dynamically scattering layer of a single crystal is obtained. A principal possibility of kinetics determination is shown, and the kinetics of changing of such layer complex structure after high-energy electron processing is actually determined.

Ключевые слова: рентгеновские лучи, полная интегральная интенсивность, динамическая дифракция, нарушенный поверхностный слой, крупные дефекты, асимметрия азимутальной зависимости.

Ключові слова: Рентгенові промені, повна інтегральна інтенсивність, динамічна дифракція, порушений поверхневий шар, великі дефекти, асиметрія азимутальної залежності.

Key words: x-rays, total integral intensity, dynamical scattering, double-crystal diffractometer, disturbed surface layer, large defects, azimuthal-dependence asymmetry.

(Получено 27 февраля 2017 г.; после доработки — 7 июня 2017 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Кристалл после технологической обработки имеет сложную неоднородную структуру как вдоль поверхности, так и по глубине. Рентгеновскую диагностику неоднородности по поверхности можно осуществлять путём сканирования лучом поверхности кристалла. Изучение неоднородности структуры по толщине (вглубь) кристалла требует принципиально иных новых неразрушающих методов диагностики.

В настоящей работе на основе использования обнаруженных авторами эффектов асимметрии азимутальной зависимости (АЗ) полной интегральной интенсивности динамической дифракции (ПИИДД) рентгеновских лучей (РЛ) реализован неразрушающий экспрессный информативный метод многопараметрической диагностики кристаллов с дефектами произвольных типов и размеров с неоднородным их распределением в объеме путём варьирования глубин экстинкции и абсорбции РЛ и использования предложенных рекуррентных соотношений для получения профиля распределения дефектов, а также физических основ этих методов, созданных в работах авторов [1–12].

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы, являющиеся пластинами кремния, были вырезаны по

плоскости (111) из слитка монокристаллического кремния, выращенного по методу Чохральского с концентрацией кислорода $(1-1,2) \cdot 10^{18} \text{ см}^3$ и углерода $\leq 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^3$. При этом приготовление пластин толщиной 4000 мкм проводилось согласно стандартной технологии получения подложек при производстве полупроводниковых приборов и интегральных схем [13]. Далее полученные образцы обрабатывались высокоэнергетическими электронами энергией 18 МэВ, дозы облучения составляли $\cong 1,8$ кГрэй и $\cong 3,6$ кГрэй.

Для изучения структурного состояния монокристаллических пластин кремния до и после обработки высокоэнергетическими электронами использовали неразрушающий метод АЗ ПИИДД РЛ [11, 12]. Для определения профиля распределения дефектов по объёму монокристаллической пластины применялись рекуррентные соотношения, полученные в работе [8].

Путём варьирования в динамически рассеивающем кристалле задающейся геометрией съёмки глубины экстинкции РЛ можно получать информацию о концентрации дефектов на различных глубинах кристалла. При построении профиля изменения концентрации дефектов по глубине необходимо последовательно вычитать вклады эффективной концентрации, полученной экспериментально для меньших глубин.

Так, значение $c_{\text{dis.l.}}$, определённое для интервала глубин от 0 до x , должно соответствовать середине интервала, т.е. глубине $x/2$, а значение $c_{\text{dis.l.}}$, например, в интервале от x до x_1 , необходимо рассчитывать, используя выражение

$$c_{\text{dis.l.}} \left(x + \frac{x_1 - x}{2} \right) = \frac{c_{\text{dis.l.exp}}(x_1)x_1 - c_{\text{dis.l.}}(x/2)x}{x_1 - x}.$$

2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ ДИАГНОСТИКИ МОНОКРИСТАЛЛОВ С ТОЛЩИНАМИ НАРУШЕННЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ И РАЗМЕРАМИ ДЕФЕКТОВ, КОТОРЫЕ МОГУТ ДОСТИГАТЬ СРАВНИМЫХ С ДЛИНАМИ ЭКСТИНКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ВЕЛИЧИН

Для неразрушающей рентгеновской диагностики соизмеримых с длиной экстинкции толщин нарушенного поверхностного слоя (НПС) разработана трёхслойная модель рассеяния РЛ монокристаллом с НПС [6, 11]. Согласно этой модели в дополнение к вкладам от кинематически и динамически рассеивающих слоёв в выражение для ПИИДД входит и интерференционное слагаемое:

$$R_i = (R_{i \text{ perf. cr}} + R_{i \text{ ksl}} + R_{i \text{ interf}}) \exp[-\mu_0 \{t_{\text{am}} + t_{\text{ksl}}\} (1/\gamma_0 + 1/|\gamma_{\text{H}}|)], \quad (1)$$

где

$$R_{i \text{ perf. cr}} = 8/3C|\chi_{\text{Hr}}|/\sin(2\theta_{\text{B}})\sqrt{(\gamma_{\text{H}}/\gamma_0)},$$

$$R_{i \text{ ksl}} = C^2(Q/\gamma_0)t_{\text{ksl}} = C^2(Q/\gamma_0)k\Lambda(a/d),$$

$$R_{i \text{ interf}} \equiv R_{\text{LS}}^{\text{coh}} = 2F_{\text{abs}} \frac{1}{b} \int_{-\infty}^{\infty} d(\Delta\theta)(X_{\text{Lr}}^{\text{kin}} X_{\text{Or}} + X_{\text{Li}}^{\text{kin}} X_{\text{Oi}}).$$

Здесь t_{am} — толщина только поглощающего нарушенного слоя, t_{ksl} — толщина кинематически рассеивающего переходного слоя между поглощающим слоем и динамически рассеивающей матрицей, R_i — ПИИДД монокристалла с НПС, $R_{i \text{ perf. cr.}}$ — ИИДД идеального кристалла, $R_{i \text{ ksl.}}$ — интегральная интенсивность кинематической дифракции от напряжённого кинематически рассеивающего слоя, k — коэффициент, характеризующий толщину кинематически рассеивающего слоя и выражающий её в длинах экстинкции, $Q = (\pi|\chi_{\text{Hr}}|)^2 / [\lambda \sin(2\theta_{\text{B}})]$ — кинематическая отражательная способность на единицу длины пути, χ_{Hr} — вещественная часть Фурье-компоненты поляризуемости кристалла, C — поляризационный множитель, a — параметр решётки, d — межплоскостное расстояние для данного рефлекса, λ — длина волны излучения, $\Lambda = \lambda(\gamma_0|\gamma_{\text{H}}|)^{1/2}/(C|\chi_{\text{Hr}}|)$ — длина экстинкции, $\gamma_0, \gamma_{\text{H}}$ — изменяющиеся при азимутальном вращении направляющие косинусы: $\gamma_0 = -\cos\theta_{\text{B}}\sin\psi\cos\varphi + \sin\theta_{\text{B}}\cos\psi$, $\gamma_{\text{H}} = -\cos\theta_{\text{B}}\sin\psi\cos\varphi - \sin\theta_{\text{B}}\cos\psi$, где ψ — угол между отражающими плоскостями и поверхностью кристалла, φ — азимутальный угол; $R_{i \text{ interf}}$ — интерференционное слагаемое, которое выражается через амплитуды когерентных волн, рассеянных от динамически рассеивающего объёма кристалла (X_0^*) и от кинематически рассеивающего нарушенного поверхностного слоя ($X_{\text{L}}^{\text{kin}}$).

В Институте металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины была разработана динамическая теория полной (когерентной и диффузной) интегральной интенсивности динамической дифракции РЛ для случая геометрии рассеяния по Брэггу в монокристаллах с однородно распределёнными дефектами и с НПС [1–7].

На основании разработанной в [10] теории создана обобщённая модель, описывающая ПИИДД для кристаллов, в которых присутствуют дефекты нескольких типов, имеющие произвольные размеры, в том числе соизмеримые с длиной экстинкции [11, 12], а также НПС большой толщины:

$$R_i^0 = (R_i + R_{i \text{ ksl}} + R_{\text{LSi}}^{\text{coh}}) \exp[-\mu_0 \{t_{\text{am}} + k\Lambda(a/d)\}(1/\gamma_0 + 1/|\gamma_{\text{H}}|)], \quad (2)$$

где $R_{\text{LSi}}^{\text{coh}}$ — интерференционное слагаемое, а динамические экс-

тинкционные эффекты за счёт рассеяния на дефектах в ПИИДД РЛ учитываются когерентным и диффузным факторами экстинкции, в результате чего выражения для динамической составляющей ПИИДД в разных условиях дифракции имеют универсальный вид:

$$R_i = R_{iP} F_{ds}^{\text{coh}} + R_{iD}^{\text{kin}} F_{ds}^{\text{diff}}, \quad (3)$$

где R_{iP} — брэгговская составляющая интегральной интенсивности рассеяния для динамически рассеивающего кристалла с учётом статического фактора Дебая–Валлера (фактора Кривоглаза), R_{iD}^{kin} — диффузная компонента ИИДД для динамически рассеивающего слоя кристалла без учёта экстинкции за счёт диффузного рассеяния, F_{ds}^{coh} и F_{ds}^{diff} — соответственно когерентный и диффузный факторы экстинкции за счёт диффузного рассеяния.

Выражение для когерентного фактора экстинкции в геометрии

Брэгга — $F_{ds}^{\text{coh}} = \frac{3}{8} \int_{-\infty}^{\infty} r_c(z, t, g, \kappa) dz$; при этом в приближении тонкого кристалла

$$r(z; t, g, \kappa) = \frac{\text{ch} x_r - \cos x_i}{L_+ \text{ch} x_r + \sqrt{L_+^2 - 1} \text{sh} x_r - L_- \cos x_i + \sqrt{1 - L_-^2} \sin x_i}, \quad (4)$$

в приближении толстого кристалла

$$r(z; t, g, \kappa) = L_+ - \sqrt{L_+^2 - 1}. \quad (5)$$

3. ОСНОВЫ ДИАГНОСТИКИ ПОСЛОЙНЫМ НЕРАЗРУШАЮЩИМ МЕТОДОМ ПИИДД НЕОДНОРОДНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОДЕФЕКТОВ С ПРОИЗВОЛЬНЫМИ РАЗМЕРАМИ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ КРЕМНИИ С НАРУШЕННЫМ ПОВЕРХНОСТНЫМ СЛОЕМ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ЭЛЕКТРОНАМИ

Разработанная в настоящей работе экспериментальная методика, основанная на динамической теории эффектов экстинкции брэгговского и диффузного рассеяния РЛ [10] (модель (2)), позволяет проводить неразрушающую диагностику кристаллов с технологически созданным неоднородным распределением микродефектов различного типа и произвольных размеров ($R_0 \ll \Lambda$ и $R_0 \sim \Lambda$). Ниже представлены результаты рентгеноструктурного анализа параметров микродефектов произвольных размеров и их распределения в объеме монокристаллического кремния до и после обработки электронами высокой энергии (ЭВЭ).

ТАБЛИЦА 1. Величины ПИИДД R_i и $\rho_{\text{ОРД}}$ (где $R_i = R_i^0$ (см. (2)), $\rho_{\text{ОРД}}$ — нормированная на ИИДД идеального кристалла ПИИДД реального кристалла) исследуемых образцов монокристаллов Si, полученные для Брэгг-рефлексов MoK_α -излучения симметричных (111), (333), (555) и для (220) и (660) асимметричных и косо-асимметричных (при $\psi = 35,27^\circ$).¹

hkl	Исходный образец (sp.1.), $R_i \cdot 10^6 / \rho_{\text{ОРД}}$	Облучённый образец (sp.1.a), доза $\cong 1,8$ кГрэй, $R_i \cdot 10^6 / \rho_{\text{ОРД}}$	Облучённый образец (sp.1.b), доза $\cong 3,6$ кГрэй, $R_i \cdot 10^6 / \rho_{\text{ОРД}}$
111	$26,9 \pm 0,9$	$39,5 \pm 0,9$	$20,7 \pm 0,9$
	$1,39 \pm 0,03$	$2,04 \pm 0,03$	$0,93 \pm 0,03$
333	$5,18 \pm 0,15$	$6,94 \pm 0,15$	$4,23 \pm 0,15$
	$1,58 \pm 0,03$	$2,12 \pm 0,03$	$1,28 \pm 0,03$
555	$1,25 \pm 0,03$	$1,35 \pm 0,03$	$0,85 \pm 0,03$
	$1,96 \pm 0,03$	$2,13 \pm 0,03$	$1,06 \pm 0,03$
660	$4,18 \pm 0,12$ ($\varphi = 50^\circ$)	$5,20 \pm 0,13$ ($\varphi = 40,5^\circ$)	$4,59 \pm 0,13$ ($\varphi = 40,5^\circ$)
	$1,49 \pm 0,03$	$1,02 \pm 0,03$	$0,87 \pm 0,03$
660	$2,95 \pm 0,03$ ($\varphi = 90^\circ$)	$2,45 \pm 0,03$ ($\varphi = 90^\circ$)	$2,29 \pm 0,03$ ($\varphi = 90^\circ$)
	$2,36 \pm 0,03$	$2,02 \pm 0,03$	$1,83 \pm 0,03$
660	$1,32 \pm 0,03$ ($\varphi = 130^\circ$)	—	—
	$2,49 \pm 0,03$		
220	35 ± 1 ($\varphi = 81,5^\circ$)	51 ± 2 ($\varphi = 81,5^\circ$)	24 ± 1 ($\varphi = 81,5^\circ$)
	$1,41 \pm 0,06$	$2,06 \pm 0,06$	$1,04 \pm 0,06$
220	$24,2 \pm 0,7$ ($\varphi = 50,4^\circ$)	$32,4 \pm 0,7$ ($\varphi = 50,1^\circ$)	$15,17 \pm 0,7$ ($\varphi = 50^\circ$)
	$1,83 \pm 0,07$	$2,46 \pm 0,07$	$1,15 \pm 0,07$
220	$14,5 \pm 0,4$ ($\varphi = 100,6^\circ$)	$17,9 \pm 0,6$ ($\varphi = 100,6^\circ$)	$7,3 \pm 0,6$ ($\varphi = 102,6^\circ$)
	$2,56 \pm 0,18$	$3,01 \pm 0,18$	$1,01 \pm 0,18$

Результаты измерений ПИИДД для различных Брэгг-рефлексов MoK_α -излучения, проведённых на двухосевом дифрактометре, представлены в табл. 1. При измерениях использовалось симметричное отражение (220) от кристалла-монохроматора Si. Наличие на поверхности монокристалла НПС было учтено путём использования модели НПС (1) и её обобщения (2).

Из таблицы 1 (образец sp.1.) видно, что влияние случайно распределённых дефектов на величины ПИИДД намного превышает погрешности определения ПИИДД.

Для образца, облучённого двойной дозой (3,6 кГрэй), экспериментальные значения ПИИДД, измеренные для всех рефлексов, оказались близкими к значениям ИИДД, рассчитанным для идеального кристалла. При слабом влиянии на величину ПИИДД дефектов, сосредоточенных в объёме образца, влияние НПС на величину ПИИДД является определяющим. Поэтому образец, об-

лучённый двойной дозой, выбран для определения значений параметров НПС. Эти параметры зависят от характера химико-механической обработки и поэтому должны быть одинаковы для всех трёх исследуемых образцов.

При неоднородном распределении дефектов по глубине образца значения величины их концентрации, определённые при использовании рефлексов с разными глубинами поглощения, должны быть разными. Поэтому для определения параметров выбраны рефлексы (220) ($\varphi = 100^\circ$) и (111). Поскольку глубины поглощения рентгеновских лучей для указанных рефлексов близки, значения концентрации петель для них должны быть тоже близки: $c_{\text{loops}}(220, \varphi = 100^\circ)/c_{\text{loops}}(111) \cong 1$.

Установлено, что для образца, облучённого двойной дозой, путём подгонки к экспериментальным рассчитываемым значениям ПИИДД для рефлексов (220) ($\varphi = 100^\circ$) и (111) можно определить сколько угодно наборов значений параметров R_{loops} , c_{loops} , t_{am} и k . Для дальнейшего анализа использовались следующие варианты: $R_{\text{loops}} = 20$ мкм, $c_{\text{loops}} = 8,53 \cdot 10^{-20}$, $t_{\text{am}} = 6,855$ мкм и $k = 0,33$; $R_{\text{loops}} = 5$ мкм, $c_{\text{loops}} = 2,815 \cdot 10^{-18}$, $t_{\text{am}} = 7$ мкм и $k = 0,33$; $R_{\text{loops}} = 0,02$ мкм, $c_{\text{loops}} = 4,068 \cdot 10^{-11}$, $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм и $k = 0,33$.

Для указанных наборов значений R_{loops} , t_{am} и k рассчитаны значения интерференционной добавки к ИИДД (R_i^{int}), экспериментальной ПИИДД без интерференционной добавки ($R_{i \text{ exp}} - R_i^{\text{int}}$) и ИИДД для идеального кристалла ($R_{i \text{ perf.}}$); все они приведены в табл. 2.

Затем для указанных наборов значений R_{loops} , t_{am} и k получены значения концентрации c_{loops} для рефлексов с различными глубинами поглощения (t_{abs}), путём подгонки к экспериментальным рассчитываемым значениям ПИИДД для этих рефлексов. Полученные значения c_{loops} приведены в табл. 3.

Профили распределения концентрации при трёх указанных значениях средних радиусов дефектов построены по модели (2) и представлены на рис. 1.

Высокоэнергетические электроны проходят сквозь образец и образуют дефекты, равномерно распределённые по его глубине [9, 14]. Чем больше доза облучения, тем больше относительная доля равномерно распределённых дефектов и тем более монотонным должен быть профиль распределения концентрации. Из рисунка 1 видно, что только при значении среднего радиуса $R_{\text{loops}} = 0,02$ мкм профиль распределения получается однородным по толщине образца. Случаи больших размеров петель, как приведённые здесь (5 и 20 мкм), так и любые другие, не удовлетворяют этим условиям.

Таким образом, путём совместного фитирования ПИИДД в различных условиях дифракции для облучённого двойной дозой

ТАБЛИЦА 2. Экспериментальные значения ПИИДД ($R_{i \text{ exp.}}$), рассчитанные значения интерференционной добавки к ИИДД ($R_{i \text{ int.}}$), ПИИДД без интерференционной добавки ($R_{i \text{ exp.}} - R_{i \text{ int.}}$) и ИИДД для идеального кристалла ($R_{i \text{ perf.}}$).²

hkl	$\varphi, ^\circ$	$R_{i \text{ exp.}} \cdot 10^6$	$R_{i \text{ int.}} \cdot 10^6$	$(R_{i \text{ exp.}} - R_{i \text{ int.}}) \cdot 10^6$	$R_{i \text{ perf.}} \cdot 10^6$
220	82, $\psi = 35,27^\circ$	24 ± 1	2,54	21,46	23,55
220	100, $\psi = 35,27^\circ$	$5,4 \pm 0,6$	0,16	5,24	6,01
111	0–360, $\psi = 0$	$20,7 \pm 0,9$	2,36	18,34	19,42
555	0–360, $\psi = 0$	$0,87 \pm 0,03$	0,030	0,84	0,80

ТАБЛИЦА 3. Глубины поглощения рентгеновских лучей (t_{abs}) и подобранные значения концентрации петель c_{loops} для образца CZ Si, облучённого электронами энергией 18 МэВ при дозе облучения 3,6 кГрэй.³

hkl	$\varphi, ^\circ$	t_{abs} , мкм	$c_{\text{loops}} \cdot 10^{11}$ ($R_{\text{loops}} = 0,02$ мкм)	$c_{\text{loops}} \cdot 10^{19}$ ($R_{\text{loops}} = 20$ мкм)	$c_{\text{loops}} \cdot 10^{18}$ ($R_{\text{loops}} = 5$ мкм)
220	82, $\psi = 35,27^\circ$	88,1	3,42	3,3	5,73
220	100, $\psi = 35,27^\circ$	80,2	4,07	0,86	2,83
111	0–360, $\psi = 0$	79,5	4,07	0,85	2,8
555	0–360, $\psi = 0$	398	3,7	1,09	3,3

образца однозначно определены значения величин $R_{\text{loops}} = 0,02$ мкм, $c_{\text{loops}} = 2,035 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$, $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм и $k = 0,33$.

Поскольку обработка поверхности исходного и облучённых разными дозами образцов проводилась одинаково можно НПС всех исследованных в данной работе образцов характеризовать одними и теми же значениями параметров: $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм и $k = 0,33$.

Для исходного образца при известных значениях $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм и $k = 0,33$ получены значения среднего радиуса R_{loops} и концентрации c_{loops} для различных рефлексов путём подгонки к экспериментальным рассчитываемых значений ПИИДД для этих рефлексов.

Полученные значения параметров петель приведены в табл. 4.

Для образца, облучённого ЭВЭ с энергией 18 МэВ при дозе облучения 1,8 кГрэй, при известных значениях $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм, $k = 0,33$ получены значения среднего радиуса R_{loops} и концентрации c_{loops} для различных рефлексов путём подгонки к экспериментальным рассчитываемых значений ПИИДД для этих рефлексов.

Полученные значения параметров петель приведены в табл. 5.

На рисунке 2 представлены рассчитанные с использованием выражения (2) профили распределения концентрации дислокационных петель с глубиной в зависимости от дозы облучения.

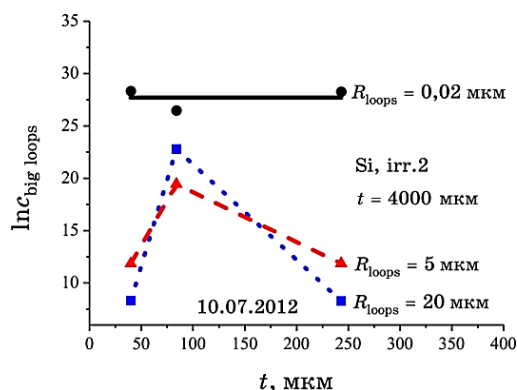


Рис. 1. Профили распределения с глубиной дислокационных петель, полученные для трёх значений среднего радиуса петель путём фитирования рассчитанных и полученных экспериментально значений ПИИДД для разных рефлексов.⁴

ТАБЛИЦА 4. Экспериментальные значения ПИИДД ($R_{i \text{ exp.}}$), рассчитанные при $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм, $k = 0,33$ значения интерференционной добавки к ИИДД (R_i^{int}), значения ПИИДД без интерференционной добавки ($R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}$) и ИИДД для идеального кристалла ($R_{i \text{ perf.}}$), а также подобранные значения концентрации петель c_{loops} при $R_{\text{loops}} = 20$ мкм (в соответствии с работой [15]) для исходного образца CZ Si.⁵

hkl	$\varphi, ^\circ$	$R_{i \text{ exp.}} \cdot 10^6$	$R_i^{\text{int}} \cdot 10^6$	$(R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}) \cdot 10^6$	$R_{i \text{ perf.}} \cdot 10^6$	$c_{\text{loops}} (R = 20 \text{ мкм})$
220	81,5, $\psi = 35,27^\circ$	$32,27 \pm 1$	2,53	29,74	23,55	$7,204 \cdot 10^{-18}$
220	90, $\psi = 35,27^\circ$	$23,06 \pm 0,7$	0,76	22,3	13,24	$6,287 \cdot 10^{-18}$
220	100, $\psi = 35,27^\circ$	$13,19 \pm 0,6$	0,16	13,03	6,01	$7,655 \cdot 10^{-18}$
111	0-360, $\psi = 0$	$34,53 \pm 0,9$	2,36	32,17	19,42	$7,655 \cdot 10^{-18}$
333	0-360, $\psi = 0$	$6,35 \pm 0,15$	0,14	6,21	3,30	$2,677 \cdot 10^{-18}$
444	0-360, $\psi = 0$	$3,65 \pm 0,12$	0,10	3,55	2,37	$1,594 \cdot 10^{-18}$
555	0-360, $\psi = 0$	$1,25 \pm 0,03$	0,03	1,22	0,80	$0,955 \cdot 10^{-18}$
660	50, $\psi = 35,27^\circ$	$3,80 \pm 0,13$	0,20	3,60	2,803	$2,677 \cdot 10^{-18}$
660	90, $\psi = 35,27^\circ$	$2,05 \pm 0,03$	0,03	2,02	1,248	$1,594 \cdot 10^{-18}$
660	130, $\psi = 35,27^\circ$	$1,24 \pm 0,03$	0,01	1,23	0,529427	$2,677 \cdot 10^{-18}$

ТАБЛИЦА 5. Экспериментальные значения ПИИДД ($R_{i \text{ exp.}}$), рассчитанные при $t_{\text{am}} = 7,25$ мкм, $h = 0,33$, $c_{\text{small loops}} (R_{\text{small loops}} = 0,02$ мкм) = $4,5 \cdot 10^{12}$ см⁻³ значения интерференционной добавки к ИИДД (R_i^{int}), значения ПИИДД без интерференционной добавки ($R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}$) и ИИДД для идеального кристалла ($R_{i \text{ perf.}}$), а также подобранные значения концентрации петель c_{loops} и их радиусов ($R_{\text{loops}} = 9$ мкм) для CZ Si, облучённого ЭВЭ с энергией 18 МэВ при дозе облучения 1,8 кГрэй.⁶

hkl	$\varphi, ^\circ$	$R_{i \text{ exp.}} \cdot 10^6$	$R_i^{\text{int}} \cdot 10^6$	$(R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}) \cdot 10^6$	$R_{i \text{ perf.}} \cdot 10^6$	$c_{\text{loops}} \cdot 10^{17}$
220	81,5, $\psi = 35,27^\circ$	36,90 ± 2,0	2,72	34,18	23,55	5,18
220 90,	$\psi = 35,27^\circ$	28,64 ± 0,7	0,76	27,88	13,24	4,75
220	100, $\psi = 35,27^\circ$	14,34 ± 0,6	0,16	14,18	6,01	5,313
111	0-360, $\psi = 0$	39,5 ± 0,9	2,36	37,14	19,42	5,313
333	0-360, $\psi = 0$	7,92 ± 0,15	0,14	7,78	3,30	2,258
444	0-360, $\psi = 0$	4,82 ± 0,12	0,10	4,72	2,37	1,648
555	0-360, $\psi = 0$	1,55 ± 0,03	0,03	1,52	0,80	1,104
660 90,	$\psi = 35,27^\circ$	2,52 ± 0,03	0,03	2,49	1,248	1,483

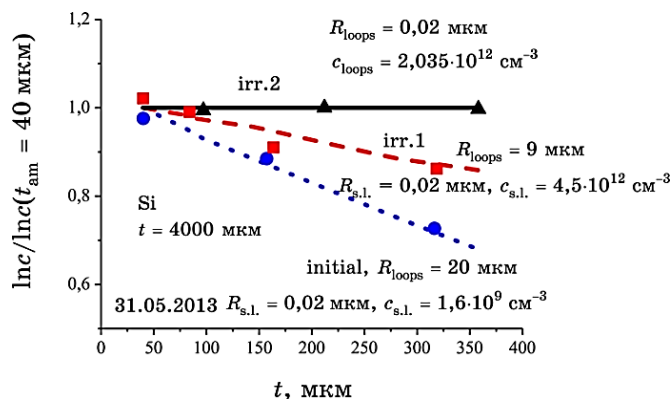


Рис. 2. Профили распределения по глубине дислокационных петель в объеме исходного (пунктирная линия), облучённого ЭВЭ с энергией 18 МэВ при дозе облучения 1,8 кГрэй (штриховая линия) и облучённого ЭВЭ с энергией 18 МэВ при дозе облучения 3,6 кГрэй (сплошная линия) кристалла кремния.⁷

Из рисунка 2 видно, что после облучения одинарной дозой неоднородность распределения дефектов по глубине образца уменьшается, а после облучения двойной дозой неоднородность распределения дефектов по глубине образца исчезает.

Кроме того, рис. 2 иллюстрирует монотонный характер уменьшения средних радиусов дефектов и крутизны профилей

ТАБЛИЦА 6. Значения величины длины экстинкции Λ , глубины абсорбции t_{abs} MoK_α -излучения, толщины кинематически рассеивающего слоя t_{kst} при $k = 0,33$.⁸

hkl	$\varphi, ^\circ$	$\Lambda, \text{мкм}$	$t_{\text{kst}}, \text{мкм}$	t_{kst}/Λ	$t_{\text{abs}}, \text{мкм}$
220	80, $\psi = 35,27^\circ$	0,68	0,08	0,12	80,2
220	90, $\psi = 35,27^\circ$	0,90	0,10	0,12	106
220	100, $\psi = 35,27^\circ$	0,68	0,08	0,12	80,2
111	0–360, $\psi = 0$	0,75	0,14	0,19	79,5
333	0–360, $\psi = 0$	4,14	0,26	0,06	239
444	0–360, $\psi = 0$	5,47	0,32	0,06	318
555	0–360, $\psi = 0$	14,2	0,54	0,04	398
660	90, $\psi = 35,27^\circ$	7,72	0,30	0,04	318

изменения с глубиной их концентраций при увеличении дозы облучения.

Для развития основ структурного анализа монокристаллического кремния неразрушающим методом ПИИДД РЛ по определению величин четырёх параметров, а именно, среднего радиуса (R_0), концентрации (c) дислокационных петель, толщины кинематически рассеивающего поверхностного слоя t_{kst} и профиля изменения концентрации дислокационных петель с глубиной проведены вычисления, которые показывают, как меняется чувствительность ПИИДД к указанным параметрам при изменении условий дифракции.

Длины экстинкции Λ и глубины абсорбции t_{abs} MoK_α -излучения для асимметричных (при $\psi = 35,27^\circ$) Брэгг-отражений (220) и (660) и симметричных Брэгг-отражений (111), (333), (444) и (555) приведены в табл. 6.

Из таблицы 6 видно, что отношение толщины кинематически рассеивающего слоя к длине экстинкции для используемых случаев дифракции не превышает $t_{\text{kst}}/\Lambda(111) = 0,19$. Из таблицы 6 также видно, что при изменении угла азимутального поворота от $\varphi = 80^\circ$ к $\varphi = 100^\circ$ для рефлекса (220) и при переходе от квазисимметричного рефлекса (660) к симметричному рефлексу (444) глубины абсорбции MoK_α -излучения не изменяются. Поэтому характеристики случайно распределённых дефектов (средний радиус и концентрация), получаемые при измерениях в этих четырёх случаях дифракции, должны и при неоднородном по толщине образца распределении дефектов быть одинаковыми.

5. ВЫВОДЫ

На основе экспериментально обнаруженных эффектов асиммет-

рии АЗ ПИИДД РЛ при диагностике монокристаллов кремния с НПС и дефектами и установленной природы появления этой асимметрии была построена обобщённая модель и созданы методические основы диагностики кристаллов с НПС и однородно распределёнными дефектами. При этом в модели величины толщин НПС и размеров дефектов могут быть сравнимыми или большими длины экстинкции РЛ.

На этой основе создана возможность определения профилей неоднородного распределения микродефектов неразрушающим методом АЗ ПИИДД в монокристаллах кремния путём последовательного неразрушающего (условного) экспериментального разбиения кристаллов (за счёт комбинирования измерений и теоретической их обработки для различных отражений и азимутальных углов) на слои с эффективно однородным распределением дефектов и использования предложенных рекуррентных соотношений для определения концентраций.

Разработанным методом АЗ ПИИДД экспериментально установлена и интерпретирована неоднородность распределения микродефектов в монокристаллах кремния в исходном состоянии (после выращивания монокристалла) и после обработки высокоэнергетическими (18 МэВ) электронами с дозами облучения 1,8 кГрэй и 3,6 кГрэй.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. В. Б. Молодкин, В. В. Немешкаленко, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, Е. В. Первак, Дж. Е. Айс, Б. К. Ларсон, *Интегральная рентгеновская дифрактометрия несовершенных монокристаллов при совместном использовании геометрий дифракций по Лауэ и Брэггу, а также жесткого и мягкого рентгеновских излучений* (Препринт UNSC 1. Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины–Оук-Риджская национальная лаборатория США, 1998).
2. В. Б. Молодкин, В. В. Немешкаленко, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, Е. В. Первак, А. И. Гранкина, Дж. Е. Айс, Б. К. Ларсон, *Металлофиз. новейшие технол.*, **22**, № 3: 3 (2000).
3. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, М. Т. Когут, В. П. Кривицкий, Ю. Н. Прасолов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 4: 521(2002).
4. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 7: 969 (2002).
5. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, А. П. Шпак, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, М. Т. Когут, А. Н. Костюк, И. А. Московка, Я. А. Осьмак, И. И. Рудницкая, Т. Г. Сыч, Т. Б. Славинская, Е. В. Первак, И. М. Иванова, *Металлофиз. новейшие*

- технол., 25, № 1: 107 (2003).
6. А. И. Низкова, *Динамические эффекты в интегральной рентгеновской дифрактометрии неидеальных кристаллов* (Автореф. дисс. ... докт. физ.-мат. наук) (Киев: Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 2004).
 7. В. Б. Молодкин, С. И. Олиховский, С. В. Дмитриев, Е. Г. Лень, Е. В. Первак, Б. В. Шелудченко, *Металлофиз. новейшие технол.*, 27, № 12: 1659 (2005).
 8. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский, В. Ф. Мазанко, Е. И. Богданов, С. Е. Богданов, А. И. Гранкина, С. В. Дмитриев, В. М. Попов, Т. Е. Корочкова, М. Т. Когут, Ю. Н. Прасолов, И. И. Рудницкая, В. Н. Венгер, *Металлофиз. новейшие технол.*, 28, № 5: 601 (2006).
 9. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. В. Дмитриев, А. А. Белоцкая, М. Т. Когут, А. И. Гранкина, Е. И. Богданов, И. И. Рудницкая, О. Г. Гимчинский, И. И. Московка, В. Н. Венгер, *Металлофиз. новейшие технол.*, 28, № 8: 1041 (2006).
 10. С. В. Дмитриев, *Динамическая теория экстинкционных эффектов диффузного рассеяния* (Диссертация ... канд. физ.-мат. наук) (Киев: Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины: 2006).
 11. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, Е. И. Богданов, В. В. Лизунов, С. В. Дмитриев, Я. В. Василик, А. Г. Карпов, О. Г. Войток, *Металлофиз. новейшие технол.*, 39, № 5 (2017) (в печати).
 12. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, Е. И. Богданов, С. И. Олиховский, С. В. Дмитриев, Н. Г. Толмачев, В. В. Лизунов, Я. В. Василик, А. Г. Карпов, О. Г. Войток, *Успехи физики металлов*, 18, № 2: 177 (2017).
 13. *Технология СБИС* (Ред. С. Зи) (Москва: Мир: 1986).
 14. А. Я. Нашельский, *Технология полупроводниковых материалов* (Москва: Металлургия: 1987).
 15. И. Е. Таланин, *Механизм образования и свойства ростовых микродефектов в бездислокационных монокристаллах кремния* (Дисс. ... докт. физ.-мат. наук) (Черновцы: ЧНУ: 2005).

REFERENCES

1. V. B. Molodkin, V. V. Nemoshkalenko, S. I. Olikhovskii, A. I. Nizkova, E. V. Pervak, G. E. Ice, and B. C. Larson, *Integral'naya Rentgenovskaya Difraktometriya Nesovershennykh Monokristallov pri Sovmestnom Ispol'zovanii Geometriy Difraktsiy po Laue i Breggu, a Takzhe Zhestkogo i Myagkogo Rentgenovskikh Izluchenyi* [Integrated Single-Crystal X-ray Diffraction Imperfect when Sharing Geometries the Laue and Bragg Diffraction, as well as Hard and Soft X-Ray Radiation] (Preprint UNSC No. 1. G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine–Oak Ridge National Laboratory, 1998) (in Russian).
2. V. B. Molodkin, V. V. Nemoshkalenko, S. I. Olikhovskii, A. I. Nizkova, E. V. Pervak, A. I. Grankina, G. E. Ice, and B. K. Larson, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, 22, No. 3: 3 (2000) (in Russian).

3. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, S. E. Bogdanov, E. I. Bogdanov, A. I. Grankina, M. T. Kogut, V. P. Kryvytskii, and Y. N. Prosolov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 4: 521 (2002) (in Russian).
4. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, S. E. Bogdanov, E. I. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, T. E. Korochkova, and M. T. Kogut, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **24**, No. 7: 969 (2002) (in Russian).
5. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, A. P. Shpak, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, M. T. Kogut, A. N. Kostyuk, I. F. Moskovka, I. A. Osmak, I. I. Rudnytska, T. G. Sych, T. B. Slavinska, E. V. Pervak, and I. M. Ivanova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **25**, No. 1: 107 (2003) (in Russian).
6. A. I. Nizkova, *Dinamicheskie Effekty v Integral'noy Rentgenovskoy Difraktometrii Neideal'nykh Kristallov* [Dynamical Effects in the Integrated X-Ray Diffractometry of the Imperfect Crystal] (Thesis of Dissert. for Dr. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine: 2004) (in Ukrainian).
7. V. B. Molodkin, S. I. Olikhovskii, S. V. Dmitriev, E. G. Len', E. V. Pervak, and B. V. Sheludchenko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **27**, No. 12: 1659 (2005) (in Russian).
8. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. I. Olikhovskii, V. F. Mazanko, S. E. Bogdanov, E. I. Bogdanov, A. I. Grankina, S. V. Dmitriev, V. M. Popov, T. E. Korochkova, M. T. Kogut, Yu. N. Prosolov, I. I. Rudnytska, and V. N. Venger, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 5: 601 (2006) (in Russian).
9. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, S. V. Dmitriev, A. I. Belotska, A. I. Grankina, M. T. Kogut, E. I. Bogdanov, I. I. Rudnytska, O. G. Gymchynskii, I. I. Moskovka, and V. N. Venger, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **28**, No. 8: 1041 (2006) (in Russian).
10. S. V. Dmitriev, *Dinamicheskaya Teoriya Ekstinktsionnykh Effektov Diffuznogo Rasseyaniya* [Dynamical Theory of Diffuse Scattering Effects of Extraction] (Dissert. for Cand. Phys.-Math. Sci.) (Kyiv: G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine: 2006) (in Russian).
11. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, E. I. Bogdanov, V. V. Lizunov, S. V. Dmitriev, Y. V. Vasylyk, A. G. Karpov, and O. G. Voitok, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **39**, No. 5 (2017) (in press) (in Russian).
12. V. B. Molodkin, A. I. Nizkova, E. I. Bogdanov, S. I. Olikhovskii, S. V. Dmitriev, N. G. Tolmachev, V. V. Lizunov, Y. V. Vasylyk, A. G. Karpov, and O. G. Voitok, *Usp. Fiz. Met.*, **18**, No. 2: 177 (2017) (in Russian).
13. *Tekhnologiya SBIS* [VLSI Technology] (Ed. S. M. Sze) (Moscow: Mir: 1986) (Russian translation).
14. A. Ya. Nashel'skiy, *Tekhnologiya Poluprovodnikovyykh Materialov* [Technology of Semiconductor Materials] (Moscow: Metallurgy: 1987) (in Russian).
15. I. E. Talanin, *Mekhanizm Obrazovaniya i Svoystva Rostovykh Mikrodefektov v Bezdislokatsionnykh Monokristallakh Kremniya* [The Mechanism of Formation and Properties of the Growth of Microdefects in Dislocation-free Silicon Single Crystals] (Thesis of Dissert. for Dr. Phys.-Math. Sci.) (Chernivtsi:

Chernivtsi National University: 2005) (in Russian).

¹*G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine,
36 Academician Vernadsky Blvd.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine*

²*LTD 'Centre for Advanced Diagnostics',
36 Academician Vernadsky Blvd.,
UA-03142 Kyiv, Ukraine*

¹ **TABLE 1.** The TIIDD R_i and ρ_{rdd} values (where $R_i = R_i^0$ (see (2)), ρ_{rdd} —real crystal TIIDD, normalized to the perfect crystal IIDDD) of investigated Si single-crystal samples, which have been obtained for Bragg reflexes of MoK_α -radiation (symmetrical (111), (333), (555) and (220) and (660) asymmetrical and skew-asymmetrical at $\psi = 35.27^\circ$).

² **TABLE 2.** The TIIDD ($R_{i \text{ exp.}}$) experimental values, the calculated interference addition to IIDDD (R_i^{int}) values, the TIIDD without interference addition ($R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}$) values and the perfect crystal IIDDD ($R_{i \text{ perf.}}$) values.

³ **TABLE 3.** The X-ray absorption depths (t_{abs}) and loops concentration c_{loops} values, which have been selected for CZ Si sample, which was irradiated by EHE with energy 18 MeV at a dose of irradiation of 3.6 kGray.

⁴ **Fig. 1.** Profiles of the depth distribution of dislocation loops, which have been obtained for three values of the loops average radius by fitting of the calculated and experimentally derived TIIDD values for different reflexes.

⁵ **TABLE 4.** The TIIDD experimental values ($R_{i \text{ exp.}}$), the calculated at $t_{\text{am}} = 7.25 \mu\text{m}$, $k = 0.33$ interference addition to IIDDD (R_i^{int}) values, the TIIDD values without interference addition ($R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}$) and IIDDD values for perfect crystal ($R_{i \text{ perf.}}$), and also the loops concentration values c_{loops} , which have been selected at $R_{i \text{ loops}} = 20 \mu\text{m}$ (in accordance with [15]) for the initial sample CZ Si.

⁶ **TABLE 5.** The experimental TIIDD ($R_{i \text{ exp.}}$) values, the calculated at the $t_{\text{am}} = 7.25 \mu\text{m}$, $k = 0.33$, $c_{\text{small loops}} (R_{\text{small loops}} = 0.02 \mu\text{m}) = 4.5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ interference additions to IIDDD (R_i^{int}) values, TIIDD values without interference additions ($R_{i \text{ exp.}} - R_i^{\text{int}}$) and IIDDD values for a perfect crystal ($R_{i \text{ perf.}}$), and also the loops concentrations c_{loops} , and their radius ($R_{i \text{ loops}} = 9 \mu\text{m}$) values, which have been selected for CZ Si, that was irradiated by EHE with energy 18 MeV at a dose of irradiation of 1.8 kGray.

⁷ **Fig. 2.** Profiles of the depth distribution of dislocation loops in the volume of the original (dotted line) of a Si crystal, that was irradiated by EHE with energy 18 MeV at a dose 1.8 kGray (dashed line) and irradiated by EHE with energy 18 MeV at a dose 3.6 kGray (solid line).

⁸ **TABLE 6.** The extinction length Λ , the absorption depth t_{abs} values for MoK_α -radiation, and the kinematically scattering layer thicknesses t_{ksl} at $k = 0.33$.