

ОСОБЛИВОСТІ ПРОСТОРОВОГО РОЗПОДІЛУ ДИФУЗНОГО РОЗСІЯННЯ РЕНТГЕНІВСЬКИХ ПРОМЕНІВ В СТРУКТУРНО-НЕОДНОРІДНИХ КРИСТАЛАХ

В.Ф. МАЧУЛІН, Л.І. ДАЦЕНКО, В.П. КЛАДЬКО, В.М. МЕЛЬНИК

Інститут фізики напівпровідників НАН України
(252028 Київ 28, просп. Науки, 45)

УДК 548.4 + 548.734
© 1999 р.

Лц

Обґрунтовано можливість виділення дифузної компоненти повної відбивної здатності кристалів та визначення коефіцієнта додаткових втрат енергії рентгенівських променів (РП) за рахунок дифузного розсіювання (ДР) μ_{DS} з кривих просторового розподілу дифрагованого в геометрії Бреґга пучка рентгенівських променів в неоднорідних кристалах. Вивчено еволюцію вказаних кривих після послідовних відналізів кристалів у температурному інтервалі інтенсивного розпаду пересиченого твердого розчину кису в кремнії. Для неоднорідних (шаруватих) по глибині кристалів показано можливість зменшення ефективного поглинання за рахунок внеску розсіювання від шарів з більш пошкодженою структурою, ніж в основному об'ємі зразка.

фектів по глибині, а також для одержання інформації про структурну досконалість зразків з порушенням шаром [7]. Однак у випадку структурно-неоднорідних кристалів кремнію (імплантовані шари, нерівномірно розподілені дислокації) задачу виділення дифузної компоненти поки що не вирішено. Труднощі виникають і у випадку тонких кристалів, коли необхідну дифракційну умову $x \gg \Lambda$ (x — відстань від точки падіння пучка РП на вхідній поверхні кристала, Λ — екстинкційна довжина) неможливо реалізувати, а також при аналізі тонких приповерхневих шарів.

У зв'язку зі сказаним метою даної роботи було вивчення особливостей просторового розподілу інтенсивності дифрагованого пучка РП в структурно-неоднорідних кристалах кремнію різної товщини, а також дослідження можливостей розділення внесків когерентної і дифузної складових ПВЗ вздовж поверхні кристала на різних відстанях від точки падіння випромінювання ($x = 0$) на поверхню зразка.

Відомо, що дослідження розподілу ДР РП поблизу вузла оберненої ґратки дає інформацію про тип дефектів у кристалах, розподіл деформаційних полів та їх симетрію [1 — 3]. Сепарування когерентної і дифузної складових повної відбивної здатності (ПВЗ), необхідне для проведення аналізу реальної дефектної структури, є непростю експериментальною проблемою. Дуже ефективно ця проблема вирішується за допомогою трикристальної рентгенівської дифрактометрії [4]. Одним з найдоступнішим методів розділення внесків когерентної і дифузної компонент розсіювання є реєстрація профілю просторового розподілу інтенсивності дифрагованого пучка по координаті x вздовж поверхні кристала [5, 6]. В [6], зокрема, показано, що у випадку однорідно розподілених дефектів в об'ємі кристала аналіз характеру розподілу інтенсивності в оберненому просторі дозволяє не тільки виділити дифузну компоненту, але й визначити основні характеристики структурної досконалості: структурний фактор Дебая — Валлера L , і коефіцієнт втрат енергії за рахунок ДР μ_{DS} при $L \ll 1$. Даний підхід можна застосувати для контролю розподілу де-

Теоретичні основи методики

Профіль розподілу інтенсивності дифрагованого в геометрії Бреґга пучка I_{in} для ідеального (досконалого) кристала згідно з [5, 8] описується виразом

$$I_{in}(x) = Q I_0 (\sin 2\theta)^{-1} |J_1(\alpha_0 x) / (\alpha_0 x/2)|^2 \times \exp(-\mu x/\gamma), \quad (1)$$

де Q — кінематична розсіююча здатність одиниці об'єму, I_0 — інтенсивність первинного пучка, що припадає на одиницю кута падіння, θ — кут Бреґга, $J_1(\alpha_0)$ — функція Бесселя 1-го порядку,

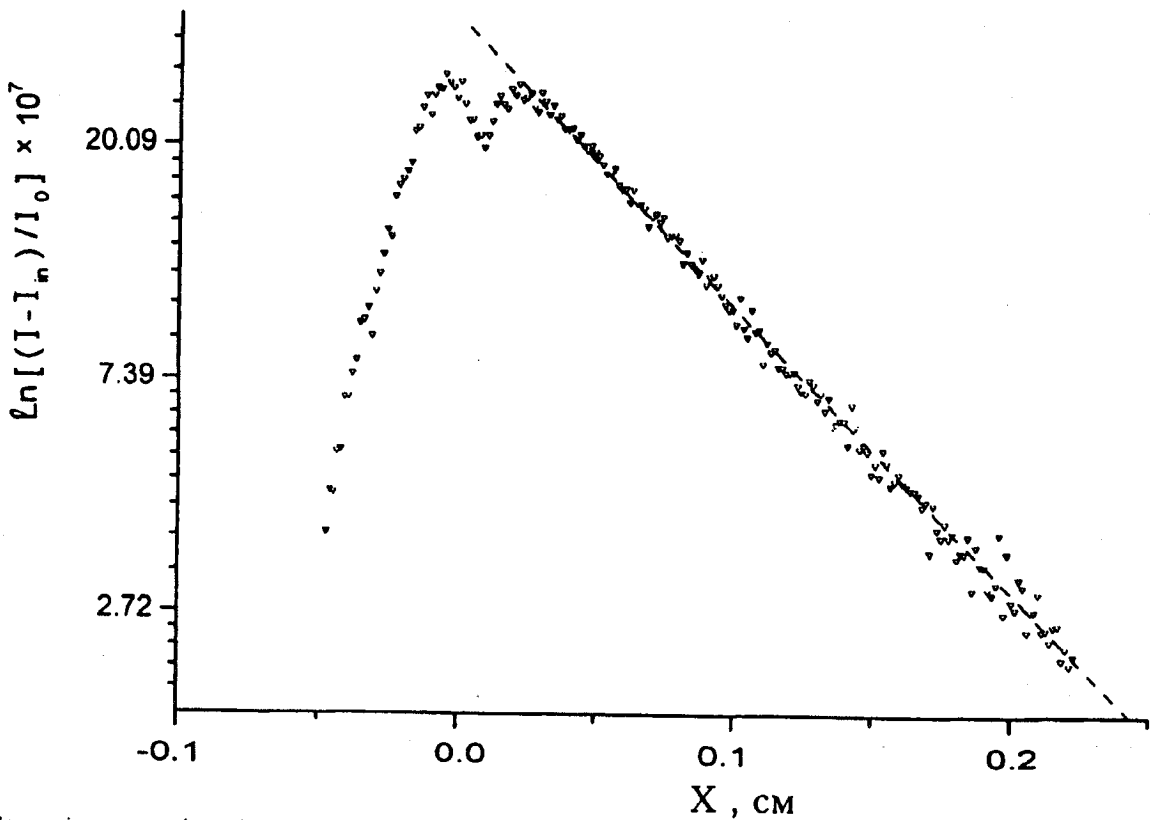


Рис. 1. Залежність логарифма різниці $\ln [(I - I_{in})/I_0]$ інтенсивностей дифрагованих в геометрії Брета рентгенівських променів для однорідного реального I та досконалого, I_{in} кристалів від координати x вздовж поверхні зразка (800-відбиття $\text{Ag } K_{\alpha 1}$ -випромінювання)

$\alpha_0 = CK |\chi_h| / \cos \theta$, C — фактор поляризації, $K = 2\pi/\lambda$, λ — довжина хвилі РП, $\gamma = \cos \theta$, χ_h — коефіцієнт Фур'є поляризованості кристала.

Профіль розподілу пучка у спотвореному кристалі згідно з [5] може бути описаний виразом, який враховує характеристики L та μ_{DS} :

$$I(x) = Q I_0 / (\sin 2\theta)^{-1} \left\{ |J_1(\alpha_1 x) / (\alpha_1 x / 2)|^2 + 2L \right\} \exp [-(\mu + \mu_{DS}) x / \gamma], \quad (2)$$

де $\alpha_1 = \alpha_0 \exp(-L)$.

Віднімаючи від (2) формулу (1), ми отримуємо розподіл дифузної компоненти розсіяння, вільної від внеску когерентної складової вздовж усієї поверхні кристала, починаючи з точки падіння первинного пучка. Наближена формула для цього розподілу має вигляд

$$I(x) - I_{in}(x) = Q I_0 / \sin 2\theta \left\{ |J_1^2(\alpha_1 x) / (\alpha_1 x / 2)|^2 + 2L \right\} \exp [-(\mu + \mu_{DS}) x / \gamma] - Q I_0 \exp [-(\mu + \mu_{DS}) x / \gamma] \times$$

$$\begin{aligned} & \times \exp [-(\mu_0 + \mu_{DS}) x / \gamma] - J_1^2(\alpha_0 x) / (\alpha_0 x / 2)^2 \times \\ & \times \exp(-\mu_0 x / \gamma) \} = Q I_0 \exp [-(\mu_0 + \mu_{DS}) x / \gamma] \times \\ & \times \left\{ |J_1(\alpha_1 x) / (\alpha_1 x / 2)|^2 - J_1(\alpha_0 x) / (\alpha_0 x / 2)^2 \right\} \times \\ & \times \exp(\mu_{DS} x / \gamma) + 2L. \end{aligned} \quad (3)$$

Числовий розрахунок показує, що різницею $J_1(\alpha_1 x) - J_1(\alpha_0 x)$ в (3) можна знехтувати при $x > 0,012$ см. Після цього отримуємо в логарифмічних координатах вираз, зручний для обчислення за експериментальними величинами μ_{DS} та L :

$$\ln [I(x) - I_{in}(x)] / Q I_0 = -(\mu_0 + \mu_{DS}) x + \ln 2L. \quad (4)$$

Таким чином, як випливає з (4), розподіл дифузної складової вздовж поверхні повинен мати лінійний характер з тангенсом кута нахилу $(\mu_0 + \mu_{DS})$. Відрізок, що його відсікає відповідний

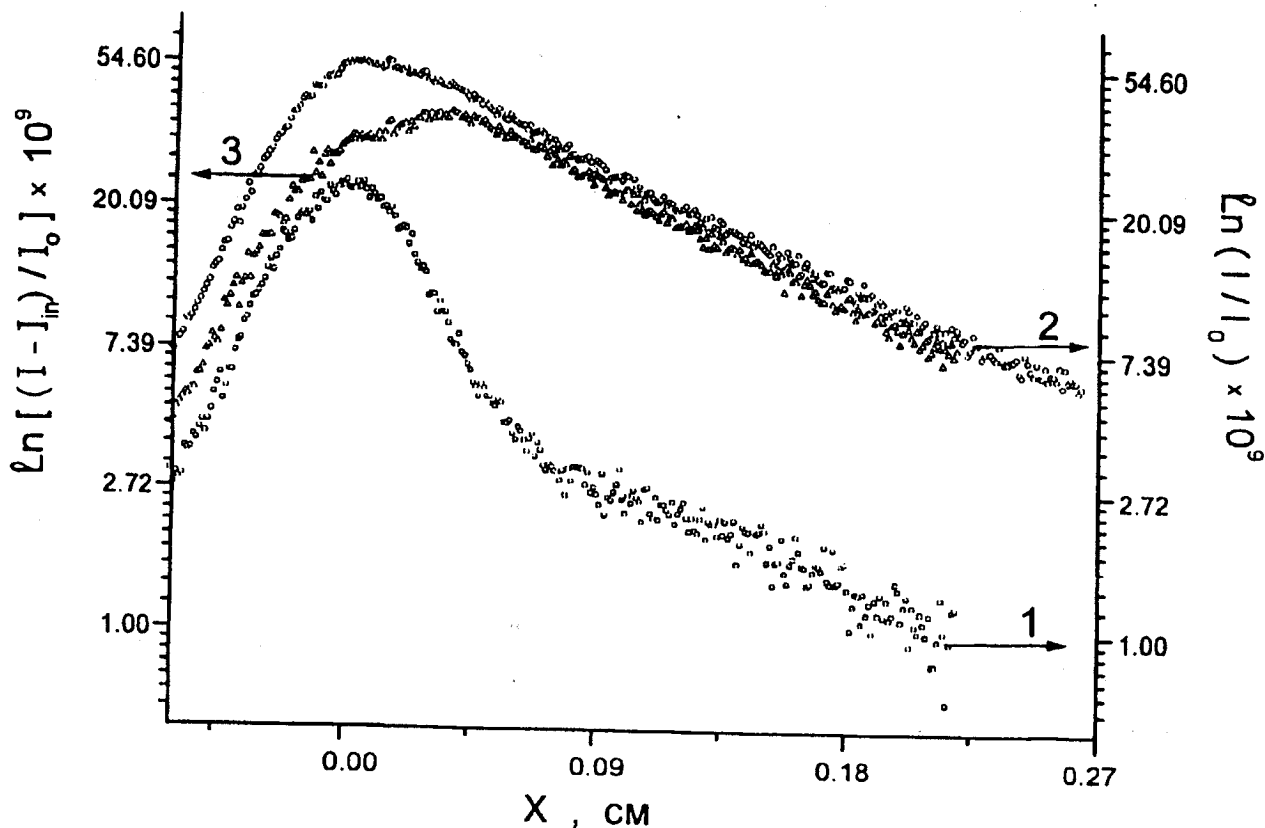


Рис. 2. Розподіл інтенсивностей (1,2) та функції $\ln [(1 - I_{in})/I_0] = f(x)$ (3), для тонкого ($t = 500$ мкм) кристала з однорідним розподілом кластерів SiO_2 (400-відбиття, $\text{Ag K}\alpha_1$ -випромінювання). 1 — еталонний зразок, 2 — кристал з вказаними дефектами

графік на осі ординат, визначає при цьому величину статфактора L в структурно-однорідному зразку. Зазначимо, що метод виділення дифузної компоненти розсіяння з ПВЗ кристала був раніш застосований в [5], але лише для ділянок, де когерентна складова практично відсутня.

Якщо в реальному кристалі до того ж існує шарувата структурна неоднорідність (наприклад так звані смуги росту, товщина яких Δl) то розсіяння РП в цьому випадку повинно бути доповнене в (2) членом $q\Delta l/\gamma$, де q — кінематична відбивна здатність кристала на одиницю довжини. З урахуванням цього (4) набуває вигляду

$$\ln(\Delta I(x)/Q I_0) = -(\mu_0 + \mu_{DS})x + \ln(2L + q\Delta l/\gamma). \quad (5)$$

Якщо величина $q\Delta l/2L\Lambda < 1$, то вираз під знаком логарифма може бути записаний, як фактор росту інтенсивності за рахунок розсіяння в шарі товщиною $\Delta l \exp(q\Delta l/2L\Lambda\gamma)$, який можна інтегрувати. Тоді

$$\ln(\Delta I(x)/Q I_0) = -(\mu_0 + \mu_{DS})x + q\Delta l/2L\Lambda L +$$

$$+ \ln(2L). \quad (6)$$

Легко бачити, що в цьому випадку відповідний вираз містить уже два члени, які залежать від товщини зразка і Δl а, отже, характеризують ефективний нахил

$$K = -\mu_0 + \mu_{DS} + q/2L\Lambda \quad \text{графіка}$$

$\ln(\Delta I(x)/Q I_0)$ до осі x , який може мати різний знак в залежності від величини $q/2L\Lambda$.

Методика експерименту

Запис профілів розподілу інтенсивності дифрагovanого пучка $I(x)$ при використанні $\text{Ag K}\alpha_1$ — випромінювання у стаціонарному положенні зразка проводили шляхом повороту детектора з вузькою входною щільною (50 мкм) в околі подвосного кута Бреґга [9]. З метою врахування нестабільності роботи установки, всі інтенсивності на графіках було нормовано на інтенсивність первинного променя I_0 , яку визначали за допомогою еталонного зразка [10]. Кутове розходження пучка РП становило менше $5'$. Профілі $I(x)$ вимірювали для симет-

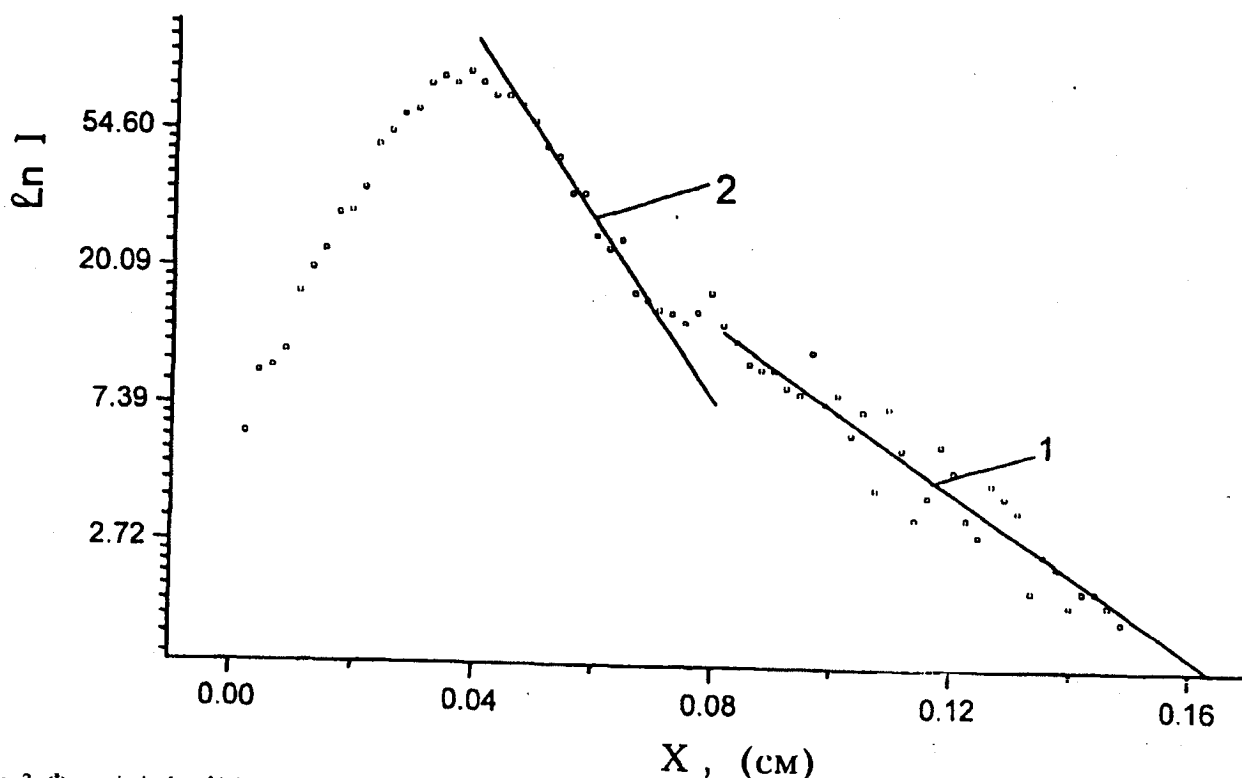


Рис. 3. Функція $\ln I = f(x)$ структурно-неоднорідного кристала, опроміненого високоенергетичними іонами кисню: 1 — глибокі шари кристала, 2 — приповерхнева зона

ричних рефлексів різних порядків від площин (110) та (100).

Об'єктами досліджень були монокристали кремнію з різним ступенем структурної досконалості (вміст кисню в кристалах варіювався в межах $5 \cdot 10^{17} - 10^{18} \text{ см}^{-3}$). Для зміни дефектної структури деякі кристали проходили цикл послідовних термовідпалів: 1) $T = 1050^\circ\text{C}$, 5 год; 2) $T = 1100^\circ\text{C}$, 8 год; 3) $T = 1100^\circ\text{C}$ протягом 16 год). Всі зразки було виготовлено у вигляді плоскопаралельних пластин. Перед зйомкою всі вони підлягали хімічному травленню з метою видалення приповерхневого порушеного шару.

Результати та їх обговорення

На рис. 1. наведено експериментальну залежність логарифма різниці $I(x) - I_{\text{in}}(x)$, нормованої на величину інтенсивності I_0 первинного пучка, в товстому реальному кристалі кремнію з однорідним розподілом дефектів, якими були кластери SiO_x . Для вимірювання $I_{\text{in}}(x)$ використано високодосконалий бездислокаційний кристал з низьким рівнем легучої домішки кисню. Аналіз форми графіка свідчить про те, що лінійність вказаної функції

зберігається вздовж усієї поверхні зразка, починаючи практично від точки падіння первинного пучка ($x = 0$), де $x < 2\Lambda$. Останнє означає, що нахил графіка при початкових значеннях x має таку ж величину, як і в більш віддалених точках, де $x \gg 2\Lambda$. Отже, методика використання саме різниці інтенсивностей, однією з яких є інтенсивність еталонного зразка $I_{\text{in}}(x)$, дає змогу визначити величину μ_{DS} і в ділянках кристала, близьких до його поверхні ($x \approx \Lambda$). Крім того, такий варіант методики дозволяє також розділити когерентну та дифузну складові ПВЗ кристала при $x < 2\Lambda$. За тангенсом кута нахилу залежності $I(x) - I_{\text{in}}(x)$ за допомогою формули (2), було визначено величину $\mu_{\text{DS}} = 12,4 \text{ см}^{-1}$, яка свідчить про високий рівень спотворення структури ($\mu_{\text{DS}} > \mu_0$) в досліджуваному зразку. Лінійність обговорюваної залежності свідчить також про те, що внеском нелінійних членів у формулі (3) можна знехтувати. Таким чином, необхідна дифракційна умова $x > 2\Lambda$ [5] для застосування методу аналізу просторового розподілу інтенсивності може бути значно послаблена у випадку зразків з однорідним розподілом дефектів.

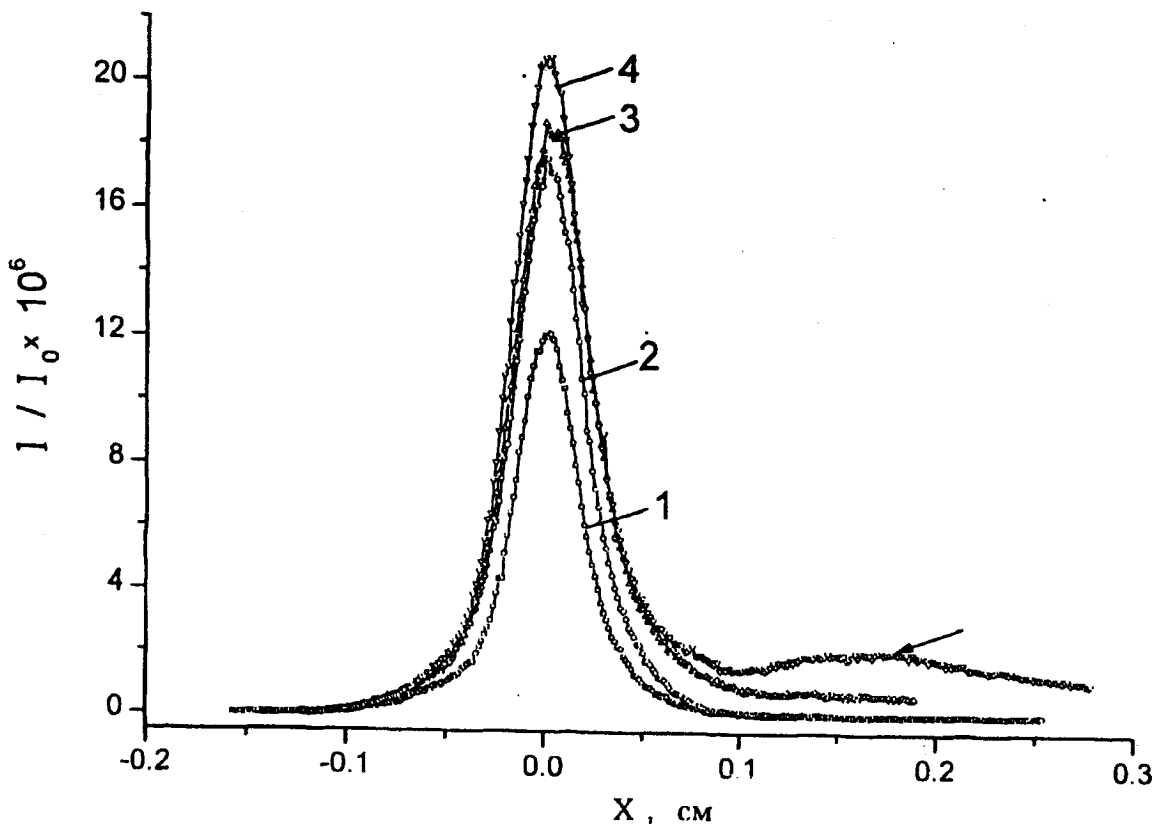


Рис. 4. Залежності характеру просторового розподілу дифрагованих променів від термообробок кристала кремнію з високим вмістом легуючого кисню: 1 — вихідний стан, 2 — 1050 °С, 5 год, 3 — 1100 °С, 8 год, 4 — 1100 °С, 16 год

Певним обґрунтуванням такого твердження може служити і графік просторового розподілу логарифма нормованої інтенсивності в тонкому кристалі, наведений на рис. 2. На цьому рисунку наведено розподіл інтенсивностей еталонного (крива 1) та реального дефектного (2) кристалів, для зразка товщиною $t \sim 15$ мкм ($\mu t \sim 1$), а також їх різниця (3). Як видно, логарифм інтенсивності просторового розподілу дифузної компоненти має лінійний характер і на ділянках $x = 0,03 \div 0,05$ см, де когерентна складова ПВЗ має помітну величину. Обрив при $x \approx 0,2$ см залежності просторового розподілу інтенсивності (криві 1 та 3) задовго до виходу ДР на рівень фону пояснюється малою товщиною досліджуваних зразків ($t < 1/\mu_0$).

На рис. 3 наведено характерний просторовий розподіл інтенсивності дифрагованого пучка в неоднорідному кристалі Si, опромінену високоенергетичними іонами кисню ($E = 4$ MeV). На графіку можна виділити дві області з різними нахилами. Це свідчить про різну природу дефектів в цих ділянках. Приповерхнева область зразка має значно крутіший закон спадання компоненти, що, очевидно, викликане комплексним впливом дефор-

маційних полів, сформованих під час опромінення. Віддаленіші ділянки кривої характеризують дифузне розсіяння РП просторових дефектах від глибоких шарів зразка, куди не проникали високоенергетичні іони кисню. Легко бачити, що дана методика дозволяє проводити якісний аналіз структурно-неоднорідних кристалів по глибині кристала.

З метою більш детального вивчення особливостей просторового розподілу інтенсивності в реальних неоднорідних сильно легованих киснем ($n_0 \sim 1 \cdot 10^{18}$ ат./см³) кристалах, вивчали зміни характеру розсіяння РП після декількох термообробок. Так на рис. 4 показано еволюцію просторового розподілу інтенсивності дифрагованого пучка після відпалів. Видно, що такі відпали приводять до росту абсолютного значення інтенсивності, що пояснюється збільшенням рівня ДР на дефектах структури, які ~~які~~ виникли під час розпаду твердого розчину кисню в кристалах. Тривалий відпал при $T = 1100$ °С протягом 8 год, приводить навіть до зміни знака тангенса кута нахилу залежності просторового розподілу інтенсивності (рис. 5). Відбувається немов би фіктивне зменшення ефективного коефіцієнта поглинання ($\lg \alpha = 0$), хоча

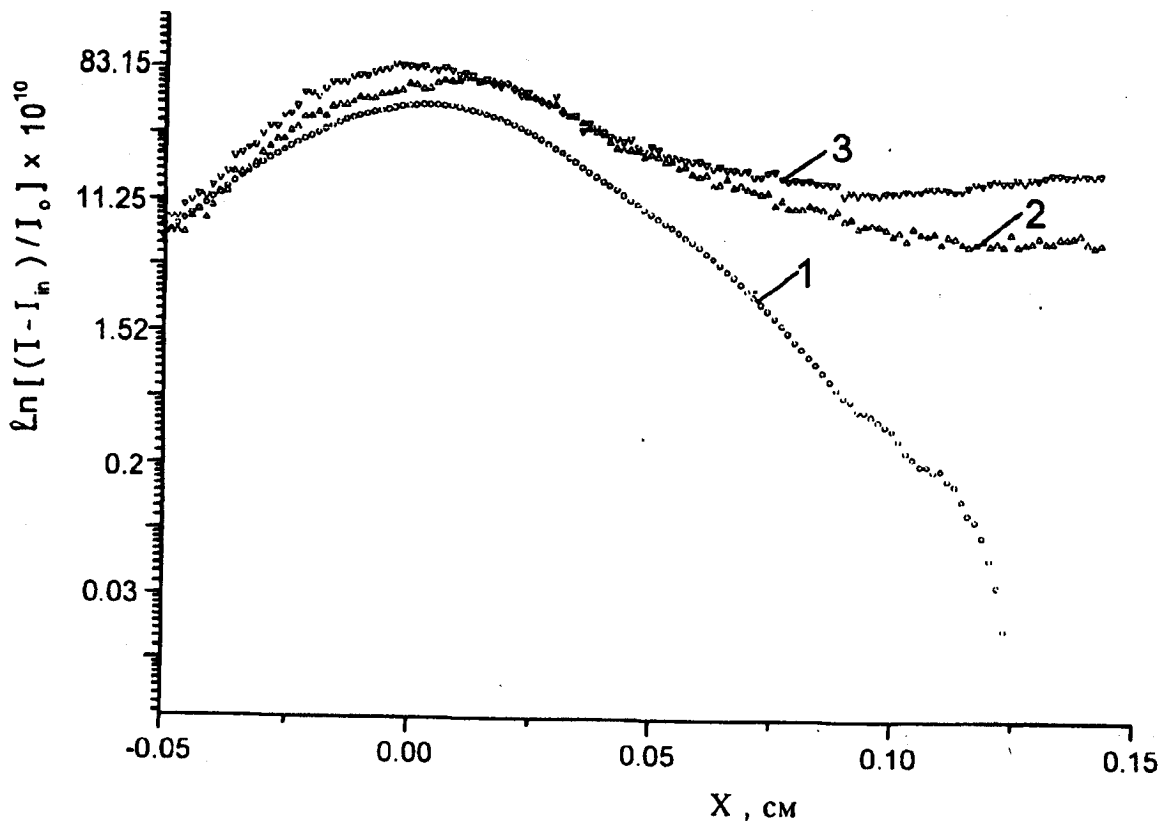


Рис. 5. Еволюція функції $\ln [(I - I_{in})/I_0] = f(x)$ для кристала з високим вмістом кисню після серії послідовних відпалів (позначення такі ж самі, як і на рис. 4)

рівень ДР при цьому збільшується (позначено стрілкою на кривій 4), порівняно з попередніми зразками. Таку поведінку кривих просторового розподілу інтенсивності можна пояснити з допомогою співвідношення (5). Високотемпературний відпал приводить до більш інтенсивного розпаду твердого розчину кисню в так званих смугах росту, де концентрація атомів кисню вища. Внаслідок цього виникають шаруваті структурні смуги, рівень ДР в яких підвищений. Внаслідок підвищення рівня розсіювання РП в даній області товщиною Δl і спостерігається локальний ріст інтенсивності. Товщину спотвореної області Δl можна також оцінити з експериментального графіка просторового розподілу інтенсивності.

Висновки

Результати проведених досліджень показали принципову можливість виділення дифузної компоненти з кривих просторового розподілу інтенсивностей дифрагованого в геометрії Бреґґа пучка в областях, де присутня і когерентна складова інтенсивності в зразках з однорідним розподілом дефектів, а також

контролю параметрів структурної досконалості в кристалах з неоднорідним розподілом дефектів без обмежень на товщину досліджуваних зразків. Крім того, виявлено дифракційне явище зменшення ефективного поглинання дифузного розсіювання в структурно-неоднорідних кристалах, завдяки впливу внесків розсіювання у повну відбивну здатність від глибинних шарів з дуже пошкодженою структурою.

1. Larson B.C., Young F.W. // *Z. Naturforsch.* — 1973. — 28 а, N 5. — P. 626 — 640.
2. Patel J.R. // *J. Appl. Cryst.* — 1975. — 8, N 2. — P. 186 — 191.
3. Auleytner J., Khrupa V., Briginets A. et al. // *Cryst. Res. Technol.* — 1995. — 30, N 2. — P. 223 — 229.
4. Jida A., Kohra K. // *Phys. Status. Solidi. A.* — 1979. — 51, N 2. — P. 533 — 542.
5. Entin I.R., Khrupa V.I. // *J. Appl. Cryst.* — 1991. — 24, N 4. — P. 403 — 404.
6. Auleyther J., Khrupa V., Datsenko L. et al. // *Acta phys. pol. A.* — 1996. — 89, N 3. — P. 301 — 308.
7. Khrupa V.I., Krasulya S.M., Machulin V.F. et al. // *Ibid.* — P. 309 — 314.
8. Urugami T.S. // *J. Phys. Soc. Jap.* — 1969. — 27, N 1. — P. 147 — 154.
9. Хрупа В.И., Ентин И.Р. // *Металлофизика.* — 1991. — 13, № 1. — С. 120 — 123.