

Изобретение относится к рентгеновским дифракционным методам контроля степени структурного совершенства реальных монокристаллов и может быть использовано при производстве монокристаллических материалов и приборов на их основе.

При исследовании монокристаллов рентгенодифрактометрическими способами, основанными на измерениях интегральных интенсивностей дифрагированного излучения, степень структурного совершенства (ССС) реального монокристаллического образца определяется связанными с интегральными характеристиками дефектов дифракционными параметрами структурного совершенства: статическим фактором Дебая-Валлера  $\exp(-L)$  и коэффициентами эффективного поглощения из-за рассеяния на дефектах когерентной ( $\mu_{ds}$ ) и диффузной ( $\mu^*$ ) составляющих полной интегральной отражательной способности (ПИОС) образца.

Наиболее близким к заявляемому является неразрушающий способ контроля СССР монокристаллов в геометрии Брэгга [Гуреев А.Н., Барьяхтар В.Г., Молодкин В.Б. и др., Авторское свидетельство СССР № 1800896] согласно которому исследуемый образец облучают полихроматическим пучком рентгеновского излучения и измеряют интегральную интенсивность рефлексов при дифракции излучения в геометрии Брэгга для двух положений при повороте образца, при этом поворот осуществляют на угол, при котором в обоих положениях реализуется отражение, характеризующееся одним вектором дифракции и разными длинами волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$ , по измеренным интегральным интенсивностям рассчитывают полные интегральные отражательные способности  $R^H(\lambda_1)$  и  $R^H(\lambda_2)$ , определяют фактор Дебая-Валлера и эффективные коэффициенты поглощения диффузного фона из-за рассеяния сильных брэгговских и диффузных волн на искажениях решетки  $\mu_1^*$  и  $\mu_2^*$  для длин волн  $\lambda_1$  и  $\lambda_2$  соответственно из выражений  $R^H(\lambda_i) = f(L^H, \mu_i^{*H})(i=1,2)$ ,  $\mu_1^{*H}/\mu_2^{*H} = \varphi(\lambda_1, \lambda_2)$  и по характеру зависимости  $L(H)$  и  $\mu_i^H(H)$  определяют тип дефектов и осуществляют их количественную диагностику.

Способ является достаточно трудоемким, поскольку требует измерений интегральной интенсивности для двух длин волн на нескольких рефлексах. Кроме того недостаточная точность определения параметров  $L$  и  $\mu^*$ , обусловленная как вышеуказанной компенсацией, так и тем, что спектральная зависимость  $R^H(\lambda)$  строится на основе измерений всего на двух длинах волн, приводит к большой погрешности определения среднего радиуса и концентрации дефектов в образце при длительном времени, требующемся для осуществления контроля.

Время, необходимое для определения структурного совершенства монокристалла описанным способом составляет ~ 8-9 часов.

ПИОС реального монокристалла является суммой двух компонент-когерентной и диффузной. В ПИОС бездефектного монокристалла диффузная составляющая отсутствует. С ростом степени нарушенности структуры монокристалла диффузная составляющая его отражательной способности растет, а когерентная убывает.

Недостатки способа-прототипа является низкая чувствительность, которая обусловлена частичной взаимной компенсацией изменений когерентной и диффузной компонент ПИОС.

З основу изобретения поставлена задача - создать экспрессный способ контроля структурного совершенства монокристаллов, обладающий более высокой чувствительностью и точностью, который может применяться для оценки структурного совершенства широкого круга монокристаллических материалов и изделий из них.

Поставленная задача решается за счет того, что в известном способе, включающем облучение исследуемого образца пучком рентгеновского излучения, осуществление брэгг-дифракции, измерение интегральной интенсивности отражения, поворот образца таким образом, чтобы реализовалось брэгг-отражение, характеризующееся тем же вектором дифракции, измерение его интегральной интенсивности, расчет по измеренным интегральным интенсивностям полных интегральных отражательных способностей  $R^H(\lambda)$ , определение фактора Дебая-Валлера  $L$  и эффективного коэффициента поглощения диффузного фона, обусловленного рассеянием сильных брэгговских и диффузных волн на искажениях  $\mu^*(\lambda)$  для длин волны  $\lambda_1$ , определение типа дефектов и осуществление их количественной диагностики.

При этом исследуемый образец облучают монохроматическим пучком рентгеновского излучения с длиной волны  $\lambda$ , а поворот образца осуществляют вокруг азимутальной оси таким образом, чтобы реализовался ряд несимметричных отражений одного порядка для длины волны  $\lambda$  и тем самым измеряют азимутальную зависимость полной интегральной отражательной способности  $R^H(\lambda, \varphi)$ , параметры  $L$  и  $\mu^*$  определяют путем сопоставления теоретической азимутальной зависимости с измеренной, тип дефектов определяют по соотношению между  $\mu^*$  и  $L$ , а затем для известного типа дефектов из выражений для  $L$  и  $\mu^*$  находят средний размер  $R_0$  и концентрацию  $c$  дефектов.

Сопоставительный анализ заявляемого решения со способом-прототипом показывает, что заявляемый способ отличается от известного тем, что значения искоемых параметров СССР исследуемого кристалла определяют с использованием азимутальной зависимости отношения измеренной ПИОС к теоретически рассчитанной ПИОС для совершенного кристалла. Теоретические расчеты показывают, что, в то время как брэгговская составляющая ПИОС изменяется с изменением  $\varphi$  таким же образом, как ПИОС совершенного кристалла, азимутальная зависимость диффузной составляющей ПИОС реального монокристалла заметно отличается от азимутальной зависимости ПИОС совершенного монокристалла. Поэтому отношение ПИОС реального монокристалла к ПИОС совершенного монокристалла можно записать следующим образом:

$$\rho(\varphi) = R_D^H(\varphi)/R_{pert}^H(\varphi) + \\ + R_B^H(\varphi)/R_{pert}^H(\varphi) = \rho_D(\varphi) + \rho_B$$

Тот факт, что когерентная составляющая  $\rho_B$  не зависит от  $\varphi$ , позволяет выделить из измеренной  $\rho(\varphi)$  ее

диффузную составляющую  $\rho_D(\varphi)$ . Тем самым создается физическая основа для повышения чувствительности способа за счет устранения вышеупомянутой компенсации изменений диффузной и когерентной компонент ПИОС.

Величина когерентной составляющей ПИОС при дифракции в геометрии Брэгга слабо зависит от наличия дефектов структуры и  $\rho_D \approx 1$  в слабо нарушенных, т.е. динамически рассеивающих, монокристаллах. Диффузная составляющая ПИОС намного чувствительнее к дефектам структуры. С увеличением среднего размера и концентрации дефектов растут величины дифракционных параметров структурного совершенства, определяющих величину диффузной составляющей ПИОС -  $L$  и  $\mu^*$ . Рост  $L$  вызывает увеличение  $\rho_D$ , а рост  $\mu^*$  - уменьшение  $\rho_D$ . Изменение параметра асимметрии отражения вызывает изменение длины экстинкции и, вследствие этого, при неизменной степени дефектности образца - изменение параметра  $\mu^*$  и соотношения между ним и  $L$ . Для дефектов различного типа и размера указанное изменение  $\mu^*$  и отношения  $\mu^*/L$  происходит по-разному, что обуславливает различный ход азимутальных зависимостей  $\rho_D(\varphi)$ . Это обстоятельство является физической основой повышения точности способа. Кроме того, повышение точности достигается благодаря тому, что при построении азимутальных зависимостей число экспериментальных точек зависит от выбора шага азимутального сканирования, то есть принципиально не ограничено.

Существенным является уменьшение времени, необходимого для осуществления контроля структурного совершенства монокристалла почти в 2 раза.

Использование в предлагаемом техническом решении всей совокупности признаков, изложенных в формуле, привело к существенному повышению чувствительности, точности и сокращению времени определения параметров ССС реальных монокристаллов.

Дифракционные измерения предложенным способом проводились на четырехкружном двухкристальном спектрометре, собранном на базе дифрактометра ДРОН-ЗМ.

Объектом исследования служил монокристалл кремния, выращенного методом Чохральского (КДБ-10: р-тип проводимости,  $\rho = 10 \text{ Ом см}$ , ориентация оси роста  $\langle 111 \rangle$ , концентрация кислорода и углерода соответственно  $\sim 1 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$  и  $< 10^{16} \text{ см}^{-3}$ ), прошедшего отжиг на воздухе в течение 6 часов при температуре  $1080^\circ\text{C}$ . Образец был приготовлен в виде плоскопараллельной пластины толщиной  $t_0 = 488 \text{ мкм}$ , и с поверхностью, ориентированной по плоскости (111).

Пучок рентгеновского излучения от рентгеновской трубки типа БСВ-29 с антикатодом из Ag монохроматизировался в результате симметричного 111 брэгг-отражения от совершенного монокристалла Si и коллимировался системой щелей так, что на образец падал монохроматический пучок характеристического

излучения, содержащий лишь одну компоненту AgK-дублета ( $\text{AgK}\beta$ ,  $\lambda = 0,0649 \text{ нм}$ ), имеющий поперечное сечение  $0,25 \times 2 \text{ мм}^2$ .

Согласно предлагаемому способу на вышеописанном образце осуществлялась брэгг-дифракция монохроматического  $\text{AgK}\beta$ -излучения и измерялись интегральные интенсивности отражений 224 от кристаллографической плоскости (112), составляющей угол  $\psi = 19,8^\circ$  с поверхностью (111) образца. Сначала дифракция была осуществлена и интегральная интенсивность 224  $\text{AgK}\beta$ -отражения была измерена в симметричном положении, т.е. при  $\varphi = 90^\circ$ . Затем образец поворачивался с шагом  $= 0,5^\circ$  (или  $5^\circ$ ) вокруг азимутальной оси плоскости (224) и в каждом положении измерялась интегральная интенсивность брэгг-отражения. Из значений интегральных интенсивностей по известным формулам рассчитывались ПИОС  $R^H(\lambda, \varphi)$  отражений и тем самым строилась азимутальная зависимость ПИОС, приведенная в таблице.

Теоретическая азимутальная зависимость рассчитывалась по полученным авторами ранее аналитическим выражениям для ПИОС  $R$  (Барьяхтар В.Г., Гаврилова Е.Н., Молодкин В.Б., Олиховский СИ. Металлофизика - 1992, - 14 - ~11. - С. 68 - 79) через дифракционные параметры структурного совершенства монокристаллов, а именно, показатель статического фактора Дебая-Валлера  $L_H$  и эффективные коэффициенты поглощения соответственно когерентной и диффузной составляющих ПИОС  $\mu_{ds}^0$  и  $\mu^*$ .

Значения показателя статического фактора Дебая-Валлера  $L_{224}$  и эффективного коэффициента поглощения диффузного фона  $H_{224}^*(\text{AgK}\beta)$  находились путем сопоставления теоретической азимутальной зависимости ПИОС с измеренной (таблица) с помощью ЭВМ методом наименьших квадратов. Были получены следующие значения параметров динамического рассеяния

$$L_{224} = 0,026 \pm 0,001; \mu^* = (1,2 \pm 0,3) \text{ см}^{-1}.$$

Сравнение величина отношения  $\mu^*/L$  рассчитанным по формуле (2) показало, что преобладающим типом дефектов в исследуемом образце являются дислокационные петли. В рамках модели дислокационных петель из полученных значений  $L$  и  $\mu^*$  по формуле (1) были рассчитаны величины связанных с ними характеристик дефектной структуры  $R_1$  и  $C$ :

$$R_0 = (5 \pm 2) \text{ мкм}; C = (5 \pm 4) 10^6 \text{ см}^{-3}.$$

Полученные предлагаемым способом значения  $R_0$  и  $C$  совпадают со значениями, полученными способом прототипа, однако точность определения  $R_0$  возросла вдвое, а  $C$  - на порядок.

Анализ структурного совершенства динамически рассеивающих монокристаллов предлагаемым способом занимает 3 часа. Способ применим как в лабораторных, так и в промышленных условиях.

Азимутальная зависимость ПИОС рефлекса  $Si(224)AgK\beta$

$\varphi$	$R_{def}^H * 10^6$	$\varphi$	$R_{def}^H * 10^6$
53	28,60	61	24,06
53,5	28,42	61,5	22,90
54	28,88	62	22,92
54,5	27,60	67	20,23
55	27,02	72	16,72
55,5	26,86	77	16,50
56	26,54	82	14,95
56,5	26,34	87	13,67
57	26,12	92	11,72
57,5	25,81	97	10,87
58	24,93	102	9,45
58,5	24,18	107	7,52
59	23,85	112	6,23
59,5	23,61	117	4,21
60	23,32	122	3,29
60,5	23,53	127	1,25