



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 44121

(13) A

(51) 6 G01N23/20

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ КОНТРОЛЮ СТРУКТУРНОЇ ДОСКОНАЛОСТІ МОНОКРИСТАЛІВ

1

2

(21) 2001053183

(22) 14 05 2001

(24) 15 01 2002

(46) 15 01 2002, Бюл. № 1, 2002 р.

(72) Немошкालенко Володимир Володимирович,
Молодкін Вадим Борисович, Кисловський Євген
Миколайович, Оліховський Степан Йосипович,
Остафійчук Богдан Костянтинович, Шпак Анатолій
Петрович, Лень Євген Георгійович, Владімірова
Тетяна Петрівна, Решетник Олег Васильович(73) ІНСТИТУТ МЕТАЛОФІЗИКИ ІМ. Г. В. КУРДЮ-
МОВА НАН УКРАЇНИ(57) Спосіб контролю структурної досконалості
монокристалів, який полягає в тому, що
досліджуваній зразок опромінюють пучком рент-
генівських променів вибраної довжини хвилі λ і
відомої інтенсивності I_0 , здійснюють в ньому
брегг-дифракцію на системі площин (hkl),
вимірюють залежність дифрагованої інтенсивності
 $I(\Delta\theta)$, де $\Delta\theta$ - кут відхилення зразка від ди-
фракційного максимуму, який відрізняється тим,
що вимірюють залежність дифрагованої
інтенсивності $I(\Delta\theta)$ в усьому кутовому діапазоні
кривої дифракційного відбиття, визначають ко-
ефіцієнт дифракційного відбиття $R(\Delta\theta) = I(\Delta\theta)/I_0$, який складається з суми $R(\Delta\theta) = R_{coh}(\Delta\theta) + R_{diff}(\Delta\theta)$, де $R_{coh}(\Delta\theta)$ і $R_{diff}(\Delta\theta)$ - кутові залежності відповідно коге-
рентної і дифузної компонент відбивної здатності
кристала, які визначають за відповідними вираза-
ми $R_{coh}(\Delta\theta; L_n, \mu_{ds})$ і $R_{diff}(\Delta\theta; L_n, \mu_{ds})$, де
 L_n - показник статичного фактора Дебая-Валлера, μ_{ds} - ефективний коефіцієнт поглинан-
ня внаслідок дифузного розсіювання, а з залежності
 $R(\Delta\theta)$ знаходять значення коефіцієнта ди-
фракційного відбиття $R(0)$ при $\Delta\theta=0$ і значення $\Delta\theta_n$, при якому $R(\Delta\theta_n) = R(0)/2$, з формул $R(0) = R_{coh}(0; L_n, \mu_{ds}) + R_{diff}(0; L_n, \mu_{ds})$, $R(\Delta\theta_n) = R_{coh}(\Delta\theta_n; L_n, \mu_{ds}) + R_{diff}(\Delta\theta_n; L_n, \mu_{ds})$ визначають показник статичного фактора Дебая-
Валлера L_n і максимальне значення ефективного
коефіцієнта поглинання внаслідок дифузного роз-сіювання μ_{ds} , за якими визначають кутову залеж-
ність когерентної компоненти відбивної здатності
кристала $R_{coh}(\Delta\theta)$, будують залежність
 $R_{diff}(\Delta\theta) = R(\Delta\theta) - R_{coh}(\Delta\theta)$ від $\ln(\Delta\theta)$,
на який встановлюють прямолінійні ділянки, по аб-сцисі x_α перетину продовження кожної ділянки з
віссю абсцис $\ln(\Delta\theta)$ визначають розмір r_α де-
фектів (α - тип дефектів $\alpha=1$ - дислокаційні петлі,
 $\alpha=2$ - кластери) за формулами

$$r_1 = \frac{\sqrt{e}\lambda}{\Delta\theta_\alpha \sin 2\theta_B E \sqrt{Hb}},$$

$$r_2 = \frac{\sqrt{e}\lambda}{\Delta\theta_\alpha \sin 2\theta_B E \sqrt{H|A_{cl}|}},$$

де $\Delta\theta_\alpha = e^{x_\alpha}$, e - основа натурального логари-
фму, θ_B - кут Брега, $E = \exp(-L_n)$, H - модуль век-
тора оберненої ґратки, b - модуль вектора Бюрге-
рса, $A_{cl} = \Gamma \varepsilon(r_2)^3$, $\Gamma = \frac{1}{3}(1+\nu)(1-\nu)^{-1}$, ν -коефіцієнт Пуассона, ε - деформація на межі клас-
тера, концентрації дефектів c_α розраховують з
формул

$$L_n = \frac{1}{2} c_1 \nu_c^{-1} (r_1)^3 (Hb)^{3/2} + c_2 n_0 \eta^{3/2},$$

$$\mu_{ds} = \sum_\alpha c_\alpha B_\alpha m_0 \ln \left(e \frac{k_{m1}^2 + \mu^2}{\mu^2} \right) + c_2 B_2 m_0 \ln \left(e \frac{k_{m2}^2 + \mu^2}{\mu^2} \right),$$

де ν_c - об'єм елементарної комірки, $n_0 = V_p/V_c$ - кількість елементарних комірок, які за-
міщаються об'ємом кластера V_p ,

$$\eta = g n_0^{1/3} \alpha_0 H (2\pi)^{-1}, \quad g = \Gamma \varepsilon (3\pi^2/4)^{1/3}, \quad \alpha_0$$

(13) A

(11) 44121

(19) UA

- постійна ґратки, m_0 - відомий параметр, який залежить від матеріальних констант зразка, довжини випромінювання λ і геометричних умов дифракції,

$$B_1 = (\pi b(r_1)^2 / \nu_c)^2, \quad B_2 = (4\pi A_{cl} / \nu_c)^2, \\ k_{m1} = 2\pi/r_1, \quad k_{m2} = 2\pi/r_2, \quad \mu - \text{інтерференційний коефіцієнт поглинання}$$

Винахід належить до рентгенівських дифракційних способів контролю ступені структурної досконалості реальних кристалів і може бути використаний при виробництві монокристалічних матеріалів і приладів на їх основі

Відомо спосіб контролю структурної досконалості монокристалів (Molodkin V B, Nemoshkalenko V V, Olikhovskii S I, Kislovskii E N, Reshetnyk O V, Vladimirova T P, Krivitsky V P, Machulin V F, Prokopenko I V, Ice G E, Larson B C Theoretical and experimental principles of the differential-integral X-ray diffractometry of imperfect single crystals // Металлофиз новейшие технол — 1998 - Т 20, № 11 - С 29 - 40), який полягає в тому, що досліджуваний зразок повертають на фіксований кут $\Delta\alpha$ від точного брегівського положення, опромінюють пучком рентгенівських променів з довжиною хвилі λ , відбитого від досконалого кристала-монохроматора, здійснюють в ньому брегг-дифракцію на системі площин (hkl), яка характеризується розрахунковою півшириною w кривої дифракційного відбиття, вимірюють з допомогою кристала-аналізатора окремо інтегральні інтенсивності дифузного $I_D(\Delta\alpha)$ і головного $I_T(\Delta\alpha)$ піків, а також інтегральні півширини дифузних піків $w(\Delta\alpha)$. Цю процедуру повторюють для набору фіксованих кутів повороту $\Delta\alpha$ зразка від точного брегівського положення при значеннях $\Delta\alpha \geq w(\Delta\alpha)$. Ефективний радіус r_{eff} дефекта знаходять з співвідношення $I_D(\Delta\alpha)/I_T(\Delta\alpha)$ інтегральних інтенсивностей дифузних піків для різних кутів повороту зразка $\Delta\alpha$ і $\Delta\alpha$ і шляхом співставлення виміряних і розрахованих при відомому радіусі r_0 величин $w(\Delta\alpha)$ визначають домінуючий тип дефектів, потім по відношенню $I_D(\Delta\alpha)/I_T(\Delta\alpha)$ інтегральних інтенсивностей дифузного і головного піків при одному з кутів повороту зразка визначають максимальне значення коефіцієнта ефективного поглинання через дифузне

розсіяння μ_{ds} і статичний фактор Дебая-Валлера

$E = \exp(-2h \frac{\mu_{ds}}{\mu_0})$, де μ_0 - лінійний коефіцієнт фотоелектричного поглинання матеріала зразка, h - відомий параметр, який залежить від матеріальних констант зразка, довжини випромінювання λ , і геометричних умов дифракції, а по параметрах

μ_{ds} і E визначають концентрацію дефектів c

Недоліками способу є низька інформативність (можна визначити характеристики лише одного типу дефектів), чутливість втрачається через паразитний вклад в дифраговану інтенсивність дифузного розсіяння від монохроматора і аналізатора, складність апаратурного та програмного

забезпечення і слабка світлосила, що суттєвим чином позначається на часі досліджень

Відомо спосіб контролю структурної досконалості монокристалів (V Holy, and J Kubena Characterization of Microdefects in Silicon by Means of X-Ray Reflection Curves // Phys Stat Sol (b)-1989 - V 155, No 2, - P 339 - 347), який полягає у тому, що опромінюють досліджуваний зразок копімованим пучком рентгенівських променів з розбіжністю $\pm w$ (w - півширина кривої дифракційного відбиття) з довжиною хвилі λ , здійснюють в ньому лауе-дифракцію на системі площин (hkl), фіксують кути повороту зразка $\Delta\theta$ від точного відбиваючого положення і вимірюють в усьому кутовому інтервалі кривої дифракційного відбиття залежність коефіцієнта дифракційного відбиття $R(\Delta\theta) = I(\Delta\theta)/I_0$ (I_0 - інтенсивність падаючого на зразок пучка), який описується моделлю, що ґрунтується на формалізмі функції взаємної оптичної когерентності, отримують значення параметрів (радіус r і концентрацію c) одного типу дефектів

Недоліками даного способу є обмеженість реалізації лише для випадків слабкопоглинаючих тонких кристалів ($\mu_0 t < 1$, де t - товщина кристала), що суттєво підсилюється у випадках необхідності використання високороздільних схем дифракції, низька інформативність (можна визначити характеристики лише одного типу дефектів)

Найбільш близьким до запропонованого способу є спосіб "інтегрального" дифузного розсіяння (Larson B C, Young F W (Jr) A Comparison of Diffuse Scattering by Defects Measured in Anomalous Transmission and Near Bragg Reflections // Z Naturforsch - 1973 - Vol 28a - P 626 - 632), який полягає в тому, що досліджуваний зразок опромінюють пучком рентгенівських променів вибраної довжини хвилі λ і відомої інтенсивності I_0 , здійснюють в ньому брегг-дифракцію на системі площин (hkl), які характеризуються півшириною кривої дифракційного відбиття w , повертають зразок на кут $|\Delta\theta| = 3w$ в сторону як позитивних, так і від'ємних значень $\Delta\theta$ від дифракційного максимуму і вимірюють залежність дифрагованої інтенсивності $I(\Delta\theta)$ при $|\Delta\theta| > 3w$. Потім цю ж процедуру повторюють з досконалим (еталонним) кристалом, реєструючи $I_i^{\text{perf}}(\Delta\theta)$. Знаходять співвідношення

$$y = \frac{I_i(\Delta\theta) - I_i^{\text{perf}}(\Delta\theta)}{I_0} \quad (1)$$

Будують залежність y від $\ln(\Delta\theta)$, на який встановлюють прямолінійну ділянку. По абсцисі x_c перетину продовження цієї ділянки з віссю абсцис $\ln(\Delta\theta)$ визначають розмір r_0 дефектів за формулою

$$r_0 = \frac{\sqrt{e}\lambda}{\Delta\theta_c \sin 2\theta_B} \quad (2)$$

де $\theta_c = e^{x_c}$, e - основа натурального логарифму, θ_B - кут Бреґга. Концентрацію c дефектів знаходять за формулою

$$y_c = \frac{\alpha}{2\mu_0} \ln \left(\frac{e\Lambda^2}{r_0^2} \right) \quad (3)$$

де y_c - ордината точки перетину встановленої прямолінійної ділянки з віссю ординат, e - основа натурального логарифму, μ - коефіцієнт фотоелектричного поглинання, Λ - довжина екстинкції, r_0 - встановлений радіус дефектів, α визначається виразом $\alpha = cBm_0$, де c - концентрація дефектів, m_0 - відомий параметр, який залежить від матеріальних констант зразка, довжини випромінювання λ і геометричних умов дифракції, параметр B залежить від радіусу дефектів і у випадку петель визначається виразом $B = (\pi b r_0^2 / v_c)^2$, b - модуль вектора Бюргера, v_c - об'єм елементарної комірки, r_0 - радіус петлі, а у випадку кластерів -

$B = (4\pi A_{cl} / v_c)^2$, $A_{cl} = \varepsilon r_0^3$, ε - деформація на межі кластера, r_0 - радіус кластера

Недоліками даного способу є низька інформативність (можна визначити характеристики лише одного типу дефектів), точність встановлюваних значень характеристик дефектів втрачається через ототожнення когерентних компонент досконалого і реального кристалів, що допустимо лише для слабосптоворених кристалів

Технічна задача винаходу - підвищення інформативності, точності і розширення діапазону встановлюваних значень характеристик дефектів в досліджуваних зразках

Поставлена задача вирішується за рахунок того, що досліджуваний зразок опромінюють пучком рентгенівських променів вибраної довжини хвилі λ і відомої інтенсивності I_0 , здійснюють в ньому бреґг-дифракцію на системі площин (hkl), вимірюють залежність дифрагованої інтенсивності $I(\Delta\theta)$, де $\Delta\theta$ - кут відхилення зразка від дифракційного максимуму, причому вимірюють залежність дифрагованої інтенсивності $I(\Delta\theta)$ в усьому кутовому діапазоні кривої дифракційного відбиття, визначають коефіцієнт дифракційного відбиття $R(\Delta\theta) = I(\Delta\theta)/I_0$, який складається з суми

$$R(\Delta\theta) = R_{coh}(\Delta\theta) + R_{diff}(\Delta\theta), \quad (4)$$

де $R_{coh}(\Delta\theta)$ і $R_{diff}(\Delta\theta)$ - кутові залежності відповідно когерентної і дифузної компонент відбиття кристала, які визначають за відповідними виразами $R_{coh}(\Delta\theta; L_H, \mu_{ds})$ і $R_{diff}(\Delta\theta; L_H, \mu_{ds})$, де L_H - показник статичного фактора Дебая-Валлера, μ_{ds} - ефективний коефіцієнт поглинання внаслідок дифузного розсіювання, а з залежності $R(\Delta\theta)$ знаходять значення коефіцієнта дифракційного відбиття $R(0)$ при $\Delta\theta = 0$ і значення $\Delta\theta_n$, при якому $R\Delta\theta_n = R(0)/2$, з формул

$$R(0) = R_{coh}(0, L_H, \mu_{ds}) + R_{diff}(0, L_H, \mu_{ds}), \quad (4)$$

$$R(\Delta\theta_n) = R_{coh}(\Delta\theta_n, L_H, \mu_{ds}) + R_{diff}(\Delta\theta_n, L_H, \mu_{ds}), \quad (5)$$

визначають показник статичного фактора Дебая-Валлера L_H і максимальне значення ефективного коефіцієнта поглинання внаслідок дифузного розсіювання μ_{ds} , за якими визначають кутову залежність когерентної компоненти відбиття кристала $R_{coh}(\Delta\theta)$ будують залежність $R_{diff}(\Delta\theta) = R(\Delta\theta) - R_{coh}(\Delta\theta)$ від $\ln(\Delta\theta)$, на якій встановлюють прямолінійні ділянки, по абсцисі x_α перетину продовження кожної ділянки з віссю абсцис $\ln(\Delta\theta)$ визначають розмір r_α дефектів (α - тип дефектів $\alpha = 1$ - дислокаційні петлі, $\alpha = 2$ - кластери) за формулами

$$r_1 = \frac{\sqrt{e}\lambda}{\Delta\theta_\alpha \sin 2\theta_B E \sqrt{Hb}},$$

$$r_2 = \frac{\sqrt{e}\lambda}{\Delta\theta_\alpha \sin 2\theta_B E \sqrt{H|A_{cl}|}} \quad (6)$$

де $\Delta\theta_\alpha = e^{x_\alpha}$, e - основа натурального логарифму, $\Delta\theta_B$ - кут Бреґга, $E = \exp(-L_H)$, H - модуль вектора оберненої ґратки, b - модуль вектора Бюргера, $A_{cl} = \Gamma \varepsilon(r_2)^3$, $\Gamma = 1/3(1 + \nu)(1 - \nu)^{-1}$, ν - коефіцієнт Пуассона, ε - деформація на межі кластера, концентрації дефектів c_α розраховують з формул

$$L_H = \frac{1}{2} c_1 v_c^{-1} (r_1)^3 (Hb)^{3/2} + c_2 n_0 \eta^{3/2},$$

$$\mu_{ds} = \sum_\alpha c_\alpha B_\alpha m_0 \ln \left(e \frac{k_{m1}^2 + \mu^2}{\mu^2} \right) + c_2 B_2 m_0 \ln \left(e \frac{k_{m2}^2 + \mu^2}{\mu^2} \right) \quad (7)$$

де v_c - об'єм елементарної комірки, $n_0 = V_p/v_{cc}$ - кількість елементарних комірок, які заміщаються об'ємом кластера V_p , $\eta = g n_0^{1/3} \alpha_0 H (2\pi)^{-1}$, $g = \Gamma \alpha (3\pi^2/4)$, α_0 - постійна ґратки, m_0 - відомий параметр, який залежить від матеріальних констант зразка, довжини випромінювання λ і геометричних умов дифракції, $B_1 = (\pi b(r_1)^2 / v_c)^2$, $B_2 = (4\pi A_{cl} / v_c)^2$, $k_{m1} = 2\pi r_1$, $k_{m2} = 2\pi r_2$, μ - інтерференційний коефіцієнт поглинання

Запропонований спосіб відрізняється від способу-прототипу тим, що вимірюють повні криві дифракційного відбиття (включаючи область повного відбиття), по яких визначають характеристики двох типів дефектів без використання кривої дифракційного відбиття еталона, що забезпечує підвищення інформативності, точності і розширення діапазону встановлюваних значень характеристик дефектів в досліджуваних зразках

Фізична основа такого підвищення інформативності полягає в тому, що проводиться самоузгоджений аналіз кривої дифракційного відбиття як на її хвостах, так і в її центральній частині. Розширення діапазону встановлюваних значень характеристик дефектів в досліджуваних зразках забезпечується тим, що в запропонованому способі немає потреби використовувати опорну криву дифракційного відбиття еталона, близької до когерентної компоненти досліджуваного кристала, що обмежує застосовність способу лише випадками слабосптоворених кристалів

Використання в запропонованому технічному рішенні всієї сукупності перерахованих вище ознак привело до істотного підвищення інформативності, точності і розширення діапазону встановлюваних

значень характеристик дефектів в досліджуваних зразках

Апробація запропонованого способу контролю структурної досконалості проводилась наступним чином. Зразок Si товщиною $l = 500 \text{ мкм}$, вирощений за методом Чохральського і відпалений при $t = 750^\circ\text{C}$ протягом 50 год, опромінювали колімованим пучком рентгенівських променів $\text{CuK}\alpha_1$ - випромінювання з довжиною хвилі $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ і відомої інтенсивності $I_0 = 9280 \text{ імп/сек}$, здійснювали в ньому брегг-дифракцію на системі площин (111) і вимірювали залежність дифрагованої інтенсивності $I(\Delta\theta)$ в усьому кутовому інтервалі кривої дифракційного відбиття (включаючи область повного відбиття), визначили залежність коефіцієнта дифракційного відбиття $R(\Delta\theta)$, за допомогою формул (5) розраховували значення $L_H = 0,729$ і $\mu_{ds} = 0,41$, визначили кутову залежність когерентної компоненти відбитної здатності кристала $R_{coh}(\Delta\theta)$, побудували залежність $R_{diff}(\Delta\theta)$ від $\ln(\Delta\theta)$, на якій встановили дві прямолінійні ділянки, знайшли точки перетину продовження кожної ділянки з віссю абсцис

$\ln(\Delta\theta)x_1 = 9,92$, $x_2 = 8,13$, за формулою (6) визначили ефективний радіус дефектів $r_1 = 5,0 \text{ мкм}$, $r_2 = 0,6 \text{ мкм}$ і за формулами (7) визначили концентрації дефектів $c_1 = 5,0 \cdot 10^7 \text{ см}^{-3}$, $c_2 = 1,0 \cdot 10^9 \text{ см}^{-3}$

Характеристики дефектів, визначені запропонованим способом і способом-прототипом, представлені в Таблиці 3. З таблиці видно, що на відміну від способу-прототипу вдалось отримати параметри двох типів дефектів. Значення параметрів дефектів, отримані запропонованим способом, добре співвідносяться з опублікованими даними незалежних досліджень по вивченню дефектоутворення в Si.

Таким чином, завдяки вимірюванню кривої дифракційного відбиття в усьому кутовому діапазоні запропонований спосіб дозволяє визначати характеристики двох типів дефектів, тобто значно підвищити інформативність в порівнянні з способом-прототипом.

Спосіб може бути реалізований як у лабораторних, так і в промислових умовах.

Таблиця
Характеристики дислокаційних петель (радіус r_1 та концентрація n_1) та преципітатів (радіус r_2 та концентрація n_2) у зразку Si, визначені методом-прототипом та запропонованим методом

Спосіб	$r_1, \text{мкм}$	$n_1, \text{см}^{-3}$	$r_2, \text{мкм}$	$n_2, \text{см}^{-3}$
Спосіб-прототип	4,0	$2,6 \cdot 10^9$		
Запропонований спосіб	5,0	$5,0 \cdot 10^7$	0,6	$1,0 \cdot 10^9$