

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА НАКОПЛЕНИЕ ДЕФЕКТОВ В КРЕМНИИ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ПРОТОНАМИ

В.Е. Асадчиков, И.Г. Дьячкова, Д.А. Золотов  
ИК РАН, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН,  
Ленинский пр. 59, 119333 Москва, Россия, [asad@crys.ras.ru](mailto:asad@crys.ras.ru), [sig74@mail](mailto:sig74@mail), [zolotovden@crys.ras.ru](mailto:zolotovden@crys.ras.ru)

Методом двухкристалльной рентгеновской дифрактометрии исследован характер искажений приповерхностного слоя кристаллов кремния, при имплантации ионов водорода с энергией 150 кэВ и дозами  $2.5 \cdot 10^{15}$ ,  $5 \cdot 10^{15}$ ,  $1 \cdot 10^{16}$ ,  $2 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> при температурах 50, 140, 230, 320, 430, 550, 610°C. Для всех образцов определены интегральные характеристики нарушенного слоя, а именно, эффективная толщина и относительное изменение параметра кристаллической решетки. При облучении протонами кремния выявлено наличие критической температуры  $\approx 430^\circ\text{C}$ , способствующей образованию слоя в имплантируемых кристаллах, с наибольшими нарушениями. На основе качественного анализа показано, что в формировании нарушенного слоя в кристаллах кремния участвуют два типа междоузельных дефектов, проявляющихся при температурах около 140 и 430°C.

**Ключевые слова:** кремний; имплантация протонов; рентгеновская дифрактометрия; интегральные характеристики; междоузельные дефекты.

## INFLUENCE OF TEMPERATURE TO ACCUMULATION OF DEFECTS IN SILICON AT IMPLANTATION OF PROTONS

Victor Asadchikov, Irina Dyachkova, Denis Zolotov  
A.V. Shubnikov Institute of Crystallography FSRC "Crystallography and Photonics" RAS,  
59 Leninsky Ave., 119333 Moscow, Russia, [asad@crys.ras.ru](mailto:asad@crys.ras.ru), [sig74@mail](mailto:sig74@mail), [zolotovden@crys.ras.ru](mailto:zolotovden@crys.ras.ru)

The method two-crystalline x-ray diffractometry investigates character of distortions of a superficial layer of silicon crystals, at implantation of ions of hydrogen with energy 150 keV and doses  $2.5 \cdot 10^{15}$ – $2 \cdot 10^{16}$  sm<sup>-2</sup> at temperatures 50–610°C. For all samples the integrated characteristics of a broken layer, namely, effective thickness and relative change of parameter of a crystal lattice are determined. It was found, that with an increase in the dose, the disturbed volume and deformation increase approximately twice. With an increase in the irradiation temperature to 430°C, the effective thickness of the disturbed layer and the average deformation in it increase. It can be assumed that the increase in the number of radiation disturbances at these irradiation temperatures is due to the competing process of recombination of primary radiation defects and their diffusion spatial separation in the crystal volume. The action of the latter process shifts the point of the most effective formation of the layer deformed by radiation defects towards elevated temperatures. At implantation of protons presence of critical temperature  $\approx 430^\circ\text{C}$ , promoting to formation of a layer of the greatest infringements is revealed. It is shown, that the implantation of protons at temperatures large 600°C does not create in a crystal of a broken layer. Based on the qualitative analysis is shown, that in formation of a broken layer participate two types of interstitial defects, shown at temperatures about 140 and 430°C.

**Keywords:** silicon; implantation of protons; x-ray diffractometry; integrated characteristics; interstitial defects.

### Введение

Последние годы ионная имплантация по праву заняла ведущее место в современной полупроводниковой технологии. В этой связи перед нами ставилась задача исследовать процессы, происходящие в кристалле кремния после ионной имплантации, а также их зависимость от температуры. Дополнительная информация о структуре ионно-имплантированных образцов дает возможность решить вопрос о подборе доз и энергий ионной имплантации, а также температуры облучения с целью повышения качества и коэффициента выхода годных электронных приборов.

Среди используемых для исследования нарушенной структуры тонких приповерхностных слоев полупроводниковых кристаллов методов наиболее перспективными являются неразрушающие рентгенодифракционные методы, характеризующиеся высокой чувствительностью к малым изменениям степени совершенства кристаллической решетки. Эти методы основаны на регистрации углового распределения дифрагированного пучка исследуемым образцом (то есть на изменении кривой дифракционного отражения), с дальнейшим анализом параметров полученной кривой.

Обращаясь к методу двухкристалльной рентгеновской дифрактометрии мы непосредственно получаем возможность с помощью несложного расчета из экспериментальных кривых получить интересные нас количественные интегральные характеристики нарушенного слоя (изменение параметра решетки  $\Delta a/a$  и эффективную толщину нарушенного слоя  $L_{эф}$ ) [1].

### Методика эксперимента

В данной работе были исследованы кристаллы кремния, облученные ионами водорода с энергией 150 кэВ. В качестве исходного материала был выбран низкоомный кремний марки КЭФ-4.5, представляющий собой плоскопараллельные пластины толщиной  $\sim 400$  мкм. Поверхности кристаллов были параллельны отражающим плоскостям (100).

Облучение проводилось в вакуумной камере при различных температурах (50°C, 140°C, 230°C, 320°C, 430°C, 550°C, 610°C) и дозах ( $2.5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>,  $5 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>,  $1 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>,  $2 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup>). Источником ионов являлся ускоритель КГ-500 НИИЯФ МГУ.

На двухкристалльном рентгеновском дифрактометре проводилось измерение кривых дифракционного отражения (КДО) исследуемых образцов.

Последовательная Брэгг-дифракция формирует пучок рентгеновских лучей с расходимостью порядка  $0.1''-0.04''$ . Применение такого пучка лучей в качестве падающего на исследуемый кристалл позволяет измерять почти собственные кривые дифракционного отражения, т.е. кривые отражения, инструментальное уширение которых меньше статических ошибок измерения самой кривой [2].

Измерение КДО осуществлялось автоматическим вращением исследуемого кристалла вблизи угла дифракции в заданном угловом интервале с шагом  $0.5$  угл.сек. и временем счета  $1$  с на одну точку КДО.

### Результаты и их обсуждение

На рис. 1-3 представлены КДО необлученного кристалла и КДО для образцов, облученных протонами с энергией  $150$  кэВ при температурах  $430$  и  $610^\circ\text{C}$  и разных дозах.

Основное отличие КДО облученных кристаллов (рис. 2, 3) от КДО необлученного кристалла кремния (рис. 1), как видно, в появлении (помимо основного максимума) дополнительной осцилляции интенсивности преимущественно со стороны углов, меньших брэгговского. Это свидетельствует о преобладании в кристалле радиационных дефектов междоузельного типа, что вытекает из известной формулы Вульфа-Брэгга, а именно, из условия, что при постоянной длине волны меньшим углам дифракции соответствуют большие межплоскостные расстояния.

В результате анализа КДО установлено, что интегральное значение дополнительно рассеянной интенсивности увеличивается с увеличением дозы. Также наблюдается уширение области дополнительной интенсивности с ростом температуры имплантации от  $50^\circ\text{C}$  до  $430^\circ\text{C}$ . При дальнейшем увеличении температуры границы этой области сужаются. При температуре  $430^\circ\text{C}$  отмечен скачок интенсивности рентгеновского излучения, отраженного от нарушенного слоя. Имплантация кристаллов кремния протонами при температуре  $610^\circ\text{C}$  приводит к уширению основного пика на КДО (рис. 2б, 3б), при этом пик интенсивности рентгеновского излучения, рассеянного нарушенным слоем, в явном виде не проявляется.

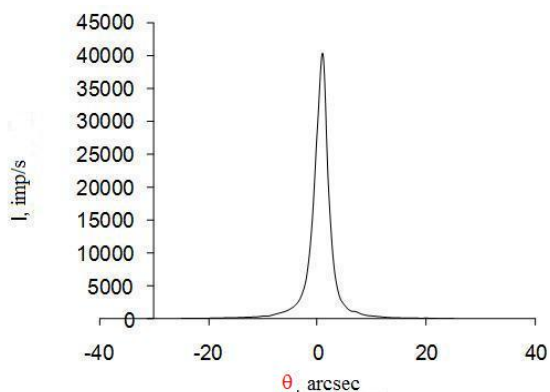
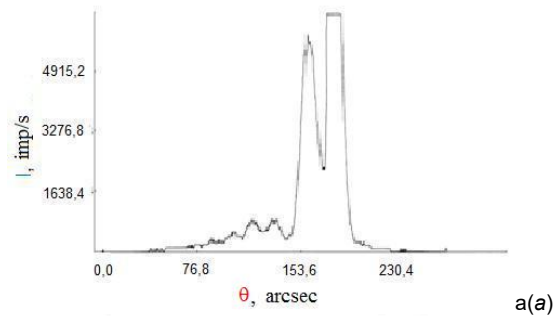
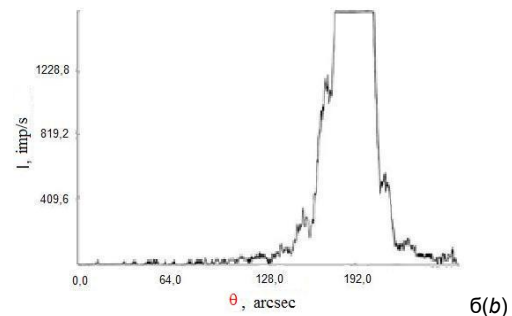


Рис. 1. КДО от необлученного кристалла кремния

Fig. 1. The curve of the diffraction reflections from non-irradiated silicon crystal



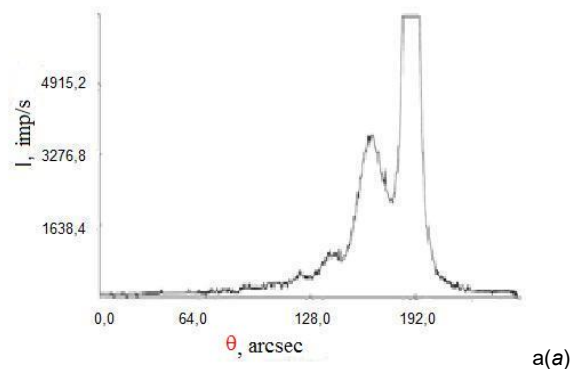
a(a)



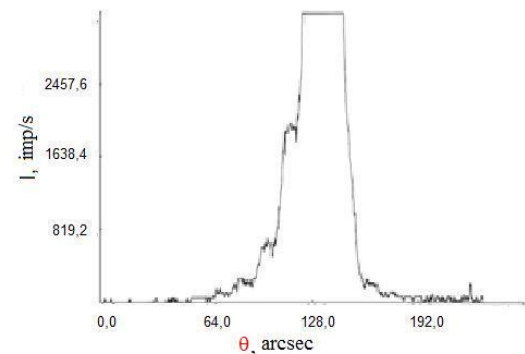
б(b)

Рис. 2. КДО от образцов Si, облученных протонами с дозой  $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  при значениях температуры: (а)  $430^\circ\text{C}$ ; (б)  $610^\circ\text{C}$

Fig. 2. The curve of the diffraction reflections from the Si samples irradiated with protons with a dose of  $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  at temperatures: (a)  $430^\circ\text{C}$ ; (b)  $610^\circ\text{C}$



a(a)



б(b)

Рис. 3. КДО от образцов Si, облученных протонами с дозой  $2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  при значениях температуры: (а)  $430^\circ\text{C}$ ; (б)  $610^\circ\text{C}$

Fig. 3. The curve of the diffraction reflections from the Si samples irradiated with protons with a dose of  $2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  at temperatures: (a)  $430^\circ\text{C}$ ; (b)  $610^\circ\text{C}$

В работе непосредственно из КДО были получены количественные параметры ионно-имплантированного слоя (эффективная толщина  $L_{эф}$  и относительное изменение параметра кристаллической решетки  $\Delta a/a$ ) для всех исследованных образцов [3]. Результаты расчета интегральных характеристик для всех образцов представлены в виде температурных  $L_{эф}(T)$  и  $\Delta a/a(T)$  (рис.4) и дозовых  $L_{эф}(D)$  и  $\Delta a/a(D)$  (рис.5) зависимостей.

Сравнивая численные значения интегральных характеристик, можно отметить, что с увеличением дозы протонного облучения эффективная толщина нарушенного слоя изменяется сильнее, чем величина изменения параметра кристаллической решетки. Следовательно,  $L_{эф}$  является более чувствительной к состоянию нарушенного слоя.

Анализируя температурную зависимость  $L_{эф}$  (рис. 4а) видно, что эффективная толщина нарушенного слоя возрастает, достигая максимального значения при температуре 430°C, а затем резко убывает. Такое поведение  $L_{эф}$  можно объяснить, если считать, что формирование нарушенного слоя в кристалле обуславливается течением двух конкурирующих процессов эволюции первичных радиационных дефектов. В нашем случае можно предположить, что возрастание температуры протонного облучения до 430°C активизирует процесс перескока первичных радиационных дефектов, удаление их друг от друга и образование стабильных радиационных дефектов в виде пар, дислокационных петель, кластеров и т.д.

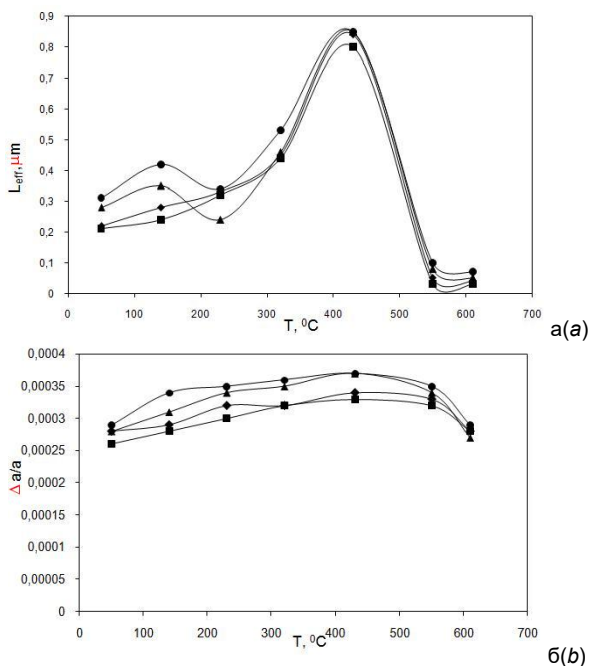


Рис. 4. Температурные зависимости средних значений эффективной толщины нарушенного слоя  $L_{эф}$  (а) и относительной деформации  $\Delta a/a$  (б) при разных дозах имплантации образцов кристалла кремния: ■  $D = 2.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ , ◆  $D = 5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ , ▲  $D = 1 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , ●  $D = 2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   
Fig. 4. Temperature dependences of the average values of the effective thickness  $L_{эф}$  (a) of the disturbed layer and the relative deformation  $\Delta a/a$  (b) at different doses of implantation of silicon crystal samples: ■  $D = 2.5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ , ◆  $D = 5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ , ▲  $D = 1 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ , ●  $D = 2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$

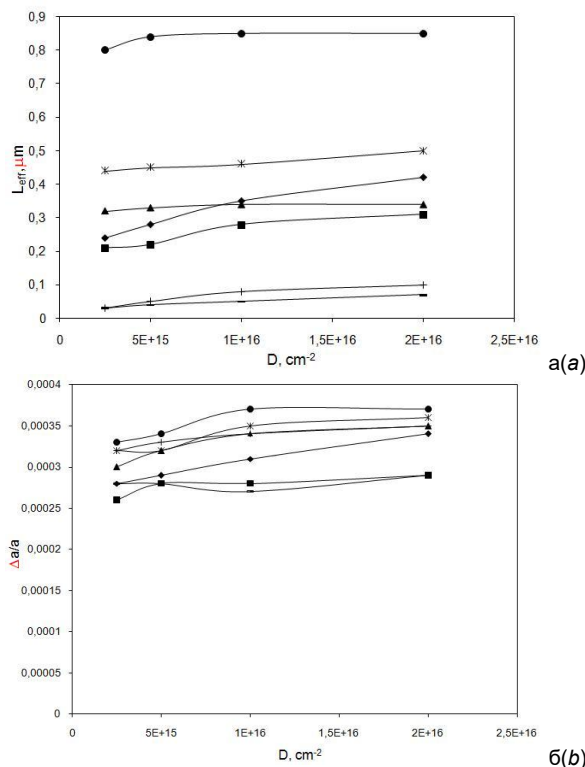


Рис. 5. Дозовые зависимости средних значений эффективной толщины нарушенного слоя  $L_{эф}$  (а) и относительной деформации  $\Delta a/a$  (б) при разных температурах имплантации образцов кристалла кремния: ■  $T = 50^\circ\text{C}$ , ◆  $T = 140^\circ\text{C}$ , ▲  $T = 230^\circ\text{C}$ , \*  $T = 320^\circ\text{C}$ , ●  $T = 430^\circ\text{C}$ , +  $T = 550^\circ\text{C}$ , -  $T = 610^\circ\text{C}$

Fig. 5. Dose dependences of the mean values of the effective thickness  $L_{эф}$  (a) of the disturbed layer and the relative deformation  $\Delta a/a$  (b) at different temperatures of implantation of silicon crystal samples: ■  $T = 50^\circ\text{C}$ , ◆  $T = 140^\circ\text{C}$ , ▲  $T = 230^\circ\text{C}$ , \*  $T = 320^\circ\text{C}$ , ●  $T = 430^\circ\text{C}$ , +  $T = 550^\circ\text{C}$ , -  $T = 610^\circ\text{C}$

При дальнейшем возрастании температуры облучения начинает происходить резкое падение  $L_{эф}$ , что свидетельствует об отжиге радиационных дефектов и, следовательно, о преобладании рекомбинационных процессов.

Анализ дозовой зависимости  $L_{эф}$  (рис.5а) показывает, что наибольшее изменение толщины нарушенного слоя от дозы происходит при температурах до 150°C. Различный наклон кривых дозовой зависимости позволяет описать образование нарушенного слоя. Известно, что толщина нарушенного слоя пропорциональна концентрации исследованных дефектов, т.е. дозовая зависимость  $\sim \text{exp}$ . Анализируя наши дозовые зависимости, оказалось, что  $L_{эф}(D)$  не удается описать одной  $\text{exp}$ , а можно представить в виде суммы двух  $\text{exp}$ . Следовательно, можно сделать вывод, что в процессе образования нарушенного слоя участвуют два вида точечных дефектов междоузельного типа. Видно, что один тип дефектов проявляется при температуре 140°C, другой при 430°C.

В данной работе была предпринята попытка определения энергии активации  $E_{акт}$  этих дефектов междоузельного типа. Однако, данных нашего эксперимента для оценки  $E_{акт}$  оказалось недостаточно. Необходимо более точное проведение эксперимента, а именно, проводить облучение с постоян-

ной интенсивностью и при большем количестве доз.

### Заключение

В работе было изучено влияние температуры на процесс дефектообразования в кристаллах кремния при облучении протонами с энергией 150 кэВ и дозами от  $2.5 \cdot 10^{15}$  до  $2 \cdot 10^{16}$  см<sup>-2</sup> в интервале температур от 50 до 610°C.

Установлено, что при увеличении дозы нарушенный объем и деформация возрастают, примерно, в два раза. С повышением температуры облучения до 430°C эффективная толщина нарушенного слоя и средняя деформация в нем увеличиваются. Можно предположить, что увеличение числа радиационных нарушений при этих температурах облучения связано с конкурирующим ходом процессов рекомбинации первичных радиационных дефектов и их диффузионным пространственным разделением в объеме кристалла. Действие последнего процесса смещает точку наиболее эффективного формирования слоя, деформированного радиационными дефектами в сторону повышенных температур. При температурах облучения 500-600°C протоны не создают в кристалле слоя заметных нарушений. Это, очевидно, связано с активным протеканием процесса отжига образующихся радиационных дефектов. Отмечено так же, что во всех случаях, деформации имеют положительный знак, так как на экспериментальных кривых дифракционного отражения область дополнительной интенсивности, связанной с рассеянием от нарушенного слоя, располагается со стороны углов дифракции меньших угла Вульфа-Брэгга. Очевидно, что это соответствует преимущественному ис-

кажению кристаллической решетки дефектами междуузельного типа.

### Благодарности

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН в части «облучения образцов протонами, анализа КДО и расчета интегральных характеристик» и Российского фонда фундаментальных исследований (Проект № 19-02-00556 А) в части «рентгеновских исследований».

### Библиографические ссылки

1. Афанасьев А.М., Александров П.А., Имамов Р.М. Рентгенодифракционная диагностика субмикронных слоев. Москва: Наука; 1989. 152 с.
2. Ковьев Э., Батурин В. Измерение "почти собственных" кривых дифракционного отражения рентгеновских лучей на ТРД. *Кристаллография* 1975; (20): 17-20.
3. Tekoet E.H., Schwuttke G.H. *Adv. X-ray Anal.* 1972; (15): 504.

### References

1. Afanas'ev A.M., Aleksandrov P.A., Imamov R.M. Rentgenodifraktsionnaya diagnostika submikronnykh sloev. [X-ray diffraction diagnostics of submicron layers]. Moscow: Nauka; 1989. 152 p. (In Russian).
2. Kov'ev E., Baturin V. Izmerenie «pochti sobstvennykh» krivykh difraktsionnogo otrazheniya rentgenovskikh luchey na TRD. [Measurement of "almost own" diffraction reflection curves of x-rays on TRD] *Kristallografiya* 1975; (20): 17-20 (In Russian).
3. Tekoet E.H., Schwuttke G.H. *Adv. X-ray Anal.* 1972; (15): 504.