

PACS numbers: 61.10.Dp, 61.10.Kw, 61.46.+w, 61.72.Dd, 61.72.Ff, 68.65.Ac

Влияние нарушенного поверхностного слоя на динамическое рассеяние в кристаллах с дефектами

А. П. Шпак, В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, М. Т. Когут, Е. В. Первак

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Предложена и описана в рамках динамической теории полных интегральных отражательных способностей в геометрии дифракции Брэгга модель рассеяния для кристалла с нарушенным поверхностным слоем (НПС) и случайно распределенными дефектами (СРД). В этой модели кристалл делится по толщине на три слоя. Первый слой — сильно нарушенный пластической деформацией слой, в котором дифракция полностью отсутствует. Этот слой проявляется только процессами поглощения в нем рентгеновских лучей. Второй — слой, упруго деформированный первым слоем, в котором длина когерентности рассеяния меньше длины экстинкции и, следовательно, рассеяние в нем носит кинематический характер. Третий — динамически рассеивающий слой, содержащий СРД. На основе этой модели установлены новые физические эффекты при Брэгг-дифракции в таких кристаллах, и в результате предложены способы уникальной неразрушающей количественной диагностики, в том числе и наноразмерных характеристик как НПС, так и СРД.

Запропоновано та описано в рамках динамічної теорії повної інтегральної відбивної здатності у геометрії дифракції Брегга модель розсіяння для кристалу з порушеним поверхневим шаром (ППШ) і випадково розподіленими дефектами (ВРД). В цій моделі кристал ділиться за товщиною на три шари. Перший шар — сильно порушений пластичною деформацією шар, в якому дифракція повністю відсутня. Цей шар виявляється лише процесами поглинання в ньому рентгенівських променів. Другий — шар, пружньо деформований першим шаром, в якому довжина когерентності розсіяння менше довжини екстинкції і, як наслідок, розсіяння в ньому носить кінематичний характер. Третій — динамічно розсіюючий шар, що містить ВРД. На основі цієї моделі встановлено нові фізичні ефекти при Брегг-дифракції у таких кристалах, та в результаті запропоновано способи унікальної неруйнуючої кількісної діагностики у тому числі і нанорозмірних характеристик як ППШ, так і ВРД.

The model of scattering for a crystal with the disturbed surface layer (DSL) and randomly distributed defects (RDD) is proposed and developed within the framework of dynamical theory of the total integrated reflective power in Bragg-diffraction geometry. Within this model, the crystal is separated on three layers. The first layer is a layer heavily disturbed by the plastic deformation; within it, the diffraction is completely absent. This layer may be detected only due to the X-rays absorption within it. The first layer elastically deforms the second layer. Within it, a length of the scattering coherence is less than the extinction length, and consequently, the scattering within it has a kinematical character. The third layer is the dynamically scattering layer, which contains the RRD. On the base of this model, the new physical effects are revealed at Bragg-diffraction in such crystals, and consequently, the methods are proposed for the unique non-destructive quantitative diagnostics of the nanoscale characteristics of both DSL and RRD.

Ключевые слова: рентгеновские лучи, Брэгг-дифракция, монокристалл, дефект, нарушенный поверхностный слой.

(Получено 25 августа 2004 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Структурное совершенство монокристаллических материалов, идущих на изготовление твердотельных приборов, играет существенную роль в обеспечении необходимых параметров и долговечности их работы.

Поверхностный слой с нарушенной структурой — один из наиболее распространенных типов искажений кристаллической структуры монокристаллов, поскольку производство твердотельных приборов различных типов связано как с механической обработкой поверхности пластин (резка, шлифовка, полировка), так и с другими, более тонкими, обработками поверхности в процессе последующих технологических операций, которые обуславливают поверхностные электрофизические характеристики твердотельных приборов [1].

Определение толщины нарушенного поверхностного слоя (НПС) монокристаллов после этапов изготовления подложек из них, т. е. после резки, шлифовки, травления и химико-механической полировки позволяет, во-первых, оптимизировать режимы механической обработки кристаллов, а во-вторых — разработать критерии отбраковки пластин на начальных этапах изготовления подложек с целью экономии этих, как правило, дорогостоящих материалов. Для решения этой задачи требуется разработка неразрушающих экспрессных методов контроля глубины нарушенного слоя.

Из неразрушающих методов достаточное развитие получили методы трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии (особенно в

скользящей геометрии), основанные на дифракции рентгеновских лучей в условиях полного внешнего отражения, асимптотической брэгговской дифракции, а также на изучении вторичных излучений при рентгеновской дифракции (все эти методы достаточно полно описаны в [2]). Эти методы обладают высокой чувствительностью, точностью, однако они требуют наличия нестандартного оборудования и достаточно большого времени на юстировку прибора и запись соответствующих кривых. Главное же — они применимы к исследованию очень тонких нарушенных слоев (вплоть до нескольких атомных слоев) и не могут быть использованы для исследования пластин на начальных этапах изготовления подложек (после механической обработки). Кроме того, они не учитывают и не используют для диагностики существенное в этих случаях диффузное рассеяние от имеющихся микро- и наноразмерных дефектов в объеме и в поверхностном слое кристаллов.

Особенно перспективны методы определения глубины нарушенных поверхностных слоев, основанные на измерениях интегральных интенсивностей дифрагированных пучков, характеризующиеся высокой чувствительностью по сравнению с дифференциальными дифрактометрическими методами. Указанное повышение чувствительности предопределяется тем обстоятельством, что интенсивность кинематического рассеяния от напряженного переходного слоя, находящегося между сильно нарушенным поверхностным слоем и динамически рассеивающим слоем, формируется, как и диффузное рассеяние от дефектов, при значительно больших угловых отклонениях падающего волнового вектора от точного брэгговского направления, чем это нужно для возбуждения волновых полей динамически когерентно рассеянных волн в основном объеме кристалла. В результате этого, если дифференциальные значения интенсивности диффузного рассеяния волн или кинематического рассеяния от нарушенного слоя оказываются слишком малыми по сравнению с брэгговскими для их надежного измерения методами многокристалльной дифрактометрии, то относительные величины интегральных интенсивностей широких пиков диффузного рассеяния или рассеяния от НПС могут оказаться существенно более значительными по отношению к интегральным интенсивностям узких брэгговских пиков.

Среди интегральных методов известен метод *K*-скачков поглощения, представленный в работах [3–6], из которых следует, что в приближении толстого кристалла ($\mu_0 t > 10$, где μ_0 — линейный коэффициент фотоэлектрического поглощения, t — толщина кристалла) наличие НПС влияет не только на интегральные интенсивности, но и на величину их скачков $S = i_2/i_1$, измеряемых вблизи *K*-края поглощения (λ_K) германия (i_1 и i_2 — интегральные интенсивности Лауэ-дифрагированных пучков, измеренные соответственно в

коротковолновой и длинноволновой областях вблизи λ_K).

В работе [7] был предложен метод определения толщин НПС путем использования разности интенсивностей, измеренных для длин волн λ_1 и λ_2 вблизи λ_K .

Подходы, основанные на измерениях толщинных зависимостей интегральных интенсивностей Лауэ-дифрагированных пучков и использующие представления динамической теории рассеяния кристаллами со случайно распределенными дефектами (СРД) [8], были предложены в работах [9–11]. Однако они дают информацию о сумме НПС, образовавшихся с двух сторон монокристаллической пластины. При этом предполагается их равенство. Развитие аналогичного подхода в случае Брэгг-дифракции снимает это ограничение и, тем самым, расширяет функциональные возможности метода (появляется возможность обеспечивать контроль слитков и, если речь идет о пластинах, каждой из ее поверхностей) и круг анализируемых материалов (включая технически важные сильно поглощающие монокристаллы). При этом следует отметить, что в случаях Лауэ-дифракции, особенно при исследованиях тонких нарушенных слоев, интенсивность, формируемая таким тонким слоем с толщиной t ($t \ll \Lambda$, где Λ — длина экстинкции) существенно ослабляется поглощением ее во всем объеме кристалла, в отличие от случая Брэгг-дифракции, где указанная интенсивность поглощается только в самом этом слое с малой толщиной t . Это обуславливает важное преимущество Брэгг-дифракции, которое существенно повышает ее чувствительность к тонким нарушенным поверхностным слоям. Следует отметить, что указанное преимущество существенно в случаях тонких слоев, однако предложенные ниже модели (1–6) не имеют ограничений на толщину слоя в отличие от модели, предложенной в [12].

По этой причине настоящая работа и посвящена теоретическому обоснованию и экспериментальной апробации обобщенной модели (1–6) и созданного на ее основе уникального экспрессного метода рентгено-дифрактометрического контроля толщин НПС и характеристик СРД, одновременно содержащихся в монокристаллах, по интегральным интенсивностям рентгеновского излучения именно в случаях геометрии дифракции по Брэггу.

2. ЗАВИСИМОСТЬ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ПИОС К НАЛИЧИЮ НПС ОТ УСЛОВИЙ БРЭГГ-ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

2.1. Теоретическая модель

Структура механически нарушенного поверхностного слоя монокристалла имеет сложное строение и, согласно модели, предложенной в работе [17] может быть разделена по толщине на две различ-

ные зоны. Первая зона представляет собой систему разориентированных локальных участков, содержащую царапины и трещины, представляющие собой конечную стадию локального хрупкого разрушения кристаллических пластин. Ее можно рассматривать как недифрагирующий поглощающий поверхностный слой (ППС), условно аморфный слой толщиной t_{am} . Трещины содержат частицы абразива и матричного материала и окружены системой дислокаций [13, 14]. Вследствие этого, в кристаллической матрице, особенно в окрестности трещин, появляются напряженные области, простирающиеся на значительные расстояния, и вторая зона толщиной t_{ksl} представляет собой монокристалл без механических повреждений, имеющий упругие деформации [13, 15]. Вторая зона нарушенного поверхностного слоя рассеивает рентгеновское излучение как идеально мозаичный кристалл — это кинематически рассеивающий слой (КРС). Вторая зона рассеивает кинематически, потому, что упругие деформации в ней настолько велики, что характерные размеры областей когерентного рассеяния намного меньше длины экстинкции. Другими словами набег разности фаз за счет деформации на длине экстинкции (изменение вектора рассеяния) превышает расстояние между дисперсионными поверхностями, в то время как при динамическом рассеянии (в третьей зоне — в основном объеме практически идеального кристалла) оно намного меньше этого расстояния. В КРС также происходит поглощение излучения. Выражение для ПИОС имеет вид (см. [17], а также [12]):

$$R_i^0 = (R_{i\text{perf.cr.}} + R_{i\text{ksc}}) \exp[-\mu_o \{t_{am} + k\Lambda(a/d)\} (1/\gamma_o + 1/|\gamma_H|)],$$

$$R_{i\text{perf. cr.}} = 8/3C |\chi_{Hr}| / \sin(2\theta_B) \sqrt{(\gamma_H/\gamma_o)},$$

$$R_{i\text{ksc}} = C^2(Q/\gamma_o)t_{ksl} = C^2(Q/\gamma_o)k\Lambda(a/d). \quad (1)$$

Здесь χ_{Hr} — вещественная часть фурье-компоненты поляризуемости кристалла, C — поляризационный множитель, θ_B — угол Брэгга, a — параметр решетки, d — межплоскостное расстояние, λ — длина волны излучения, $Q = (\pi |\chi_{Hr}|)^2 / [\lambda \sin(2\theta_B)]$ отражательная способность на единицу длины пути, $\Lambda = \lambda(\gamma_o |\gamma_H|)^{1/2} / (C |\chi_{Hr}|)$ — длина экстинкции, γ_o, γ_H — изменяющиеся при азимутальном вращении направляющие косинусы:

$$\gamma_o = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi + \sin\theta_B \cos\psi, \quad \gamma_H = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi - \sin\theta_B \cos\psi,$$

где ψ — угол между отражающими плоскостями и поверхностью кристалла, φ — азимутальный угол.

Более удобной для изучения дефектной структуры представляется не сама величина ПИОС образца с НПС R_i^0 , а ее отношение к со-

ответствующей ПИОС, рассчитанной для идеального кристалла $R_{i\text{perf.}}$: $\rho^0 = R_i^0/R_{i\text{perf.}}$. Из выражения (1) видно, что наличие ППС толщиной $t_{\text{ам}}$ должно приводить к уменьшению ρ^0 . Чувствительность ПИОС к наличию на поверхности поглощающего слоя возрастает пропорционально $t_{\text{ам}}\mu_0(1/\gamma_0 + 1/|\gamma_{\text{H}}|)$, т. е. произведению μ_0 на эффективную (суммарную) длину путей проходящего и дифрагированного лучей в этом слое. В то же время наличие КРС толщиной $t_{\text{ксл}}$ должно приводить к увеличению ρ^0 , которое частично подавляется экспоненциальным убыванием, обусловленным поглощением рентгеновских лучей в этом слое.

Для определения толщин двух указанных частей НПС целесообразно сочетать измерения ПИОС в условиях дифракции, в которых она избирательно чувствительна отдельно к КРС или к ППС. С целью выяснения природы и зависимости от условий дифракции чувствительности ПИОС к ППС проведены вычисления спектральных, азимутальных и угловых зависимостей нормированной ПИОС монокристалла при $t_{\text{ам}} = 3$ мкм, $k = 0$. Результаты расчетов представлены на рис. 1, 2.

Минимальная чувствительность ПИОС, как видно из рис. 1, 2, наблюдается при минимальном значении величины $t_{\text{ам}}\mu_0(1/\gamma_0 + 1/|\gamma_{\text{H}}|)$ при кососимметричном отражении с использованием жесткого излучения MoK_α ($\rho \sim 1$).

С целью выяснения природы и зависимости от условий дифракции чувствительности ПИОС к КРС проведены вычисления спектральных, азимутальных и угловых зависимостей нормированной ПИОС монокристалла при двух заданных значениях коэффициента

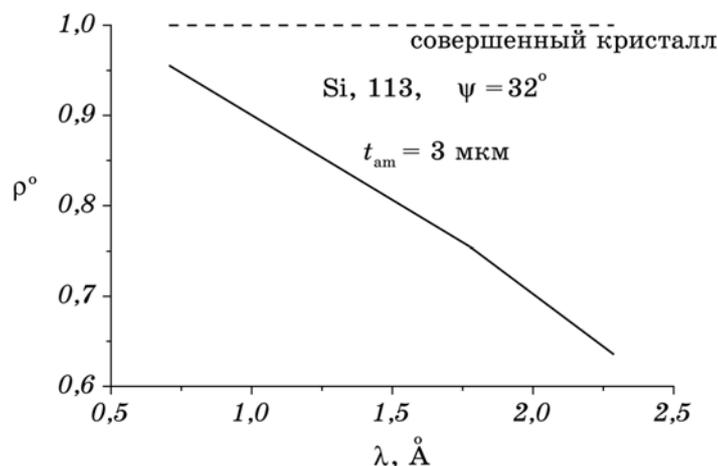


Рис. 1. Рассчитанная с использованием выражения (1) при $k = 0$, $t_{\text{ам}} = 3$ мкм спектральная зависимость нормированной ПИОС ($\rho^0 = R_i^0/R_{i\text{совершенного кристалла}}$) при кососимметричных Брэгг-отражениях 113.

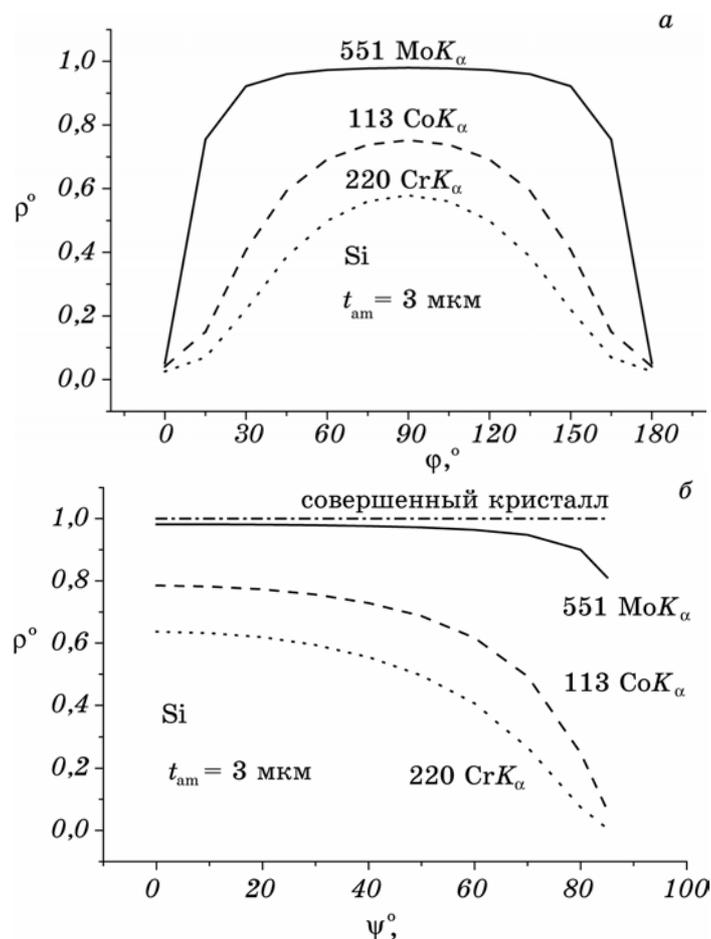


Рис. 2. Рассчитанные с использованием выражения (1) при $k = 0$, $t_{am} = 3$ мкм азимутальные зависимости (а) и зависимости от угла отклонения отражающей плоскости от поверхности ψ (б) нормированной ПИОС ($\rho^0 = R_i^0/R_{\text{совершенного кристалла}}$) для рефлекса 551 MoK $_{\alpha}$ (сплошная линия), для рефлекса 113 CoK $_{\alpha}$ (штрих), для рефлекса 220 CrK $_{\alpha}$ (пунктир).

толщины КРС: $k_{\text{max}} = 3,3$ и $k_{\text{min}} = 0,05$ (при $t_{am} = 0$). Результаты расчетов представлены на рис. 3.

Пропорциональный длине экстинкции вклад КРС в нормированную ПИОС не должен зависеть ни от азимута, ни от длины волны используемого излучения. Однако поглощение в КРС увеличивается при увеличении его эффективной толщины, что приводит к появлению спектральных и азимутальных зависимостей вклада КРС, изображенных на рис. 3.

Результаты расчетов, представленных на рис. 1–4, свидетельст-

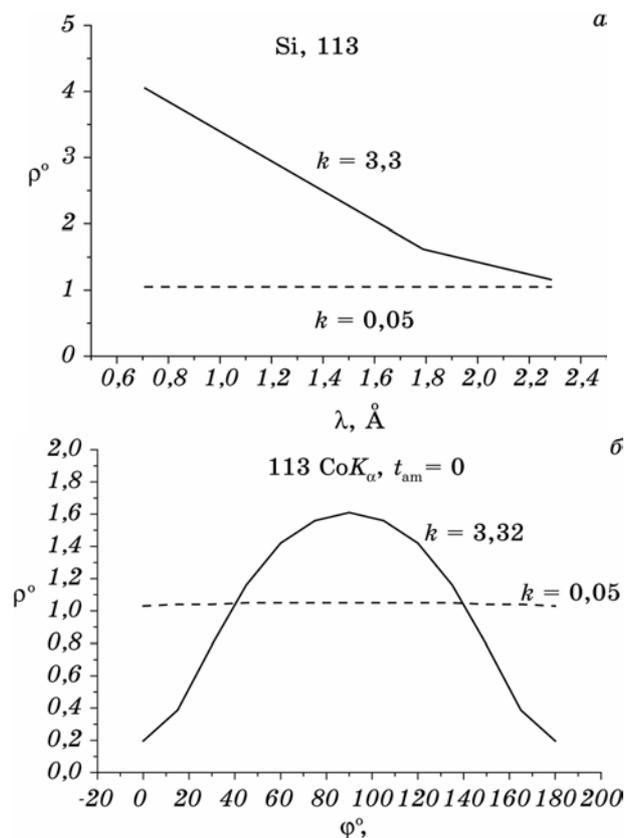


Рис. 3. Рассчитанные с использованием выражения (1) спектральные зависимости (при кососимметричной дифракции, $\psi = 32^\circ$) (а) и азимутальные зависимости (б) нормированной ПИОС ($\rho^0 = R^0/R_{\text{совершенного кристалла}}$) при $k = 3,3$, $t_{am} = 0$ (сплошная линия); при $k = 0,05$, $t_{am} = 0$ (штрих).

вуют о том, что сочетание измерений ПИОС в условиях симметричной и асимметричной дифракции позволит обнаружить НПС, характеризующийся предельно малыми толщинами ППС и КРС. Это обусловлено тем, что, как видно из анализа рис. 1–4, влияния ППС и КРС на ρ^0 имеют противоположный характер, t_{am} всегда уменьшает, а t_{ksl} , как правило, увеличивает ρ^0 . При этом с ростом длины волны и степени асимметрии отражений чувствительность к t_{am} растет, а к t_{ksl} уменьшается.

2.2. Сравнение экспериментальных данных с различными теоретическими моделями НПС

В работе [16] экспериментально измерены и исследованы ПИОС

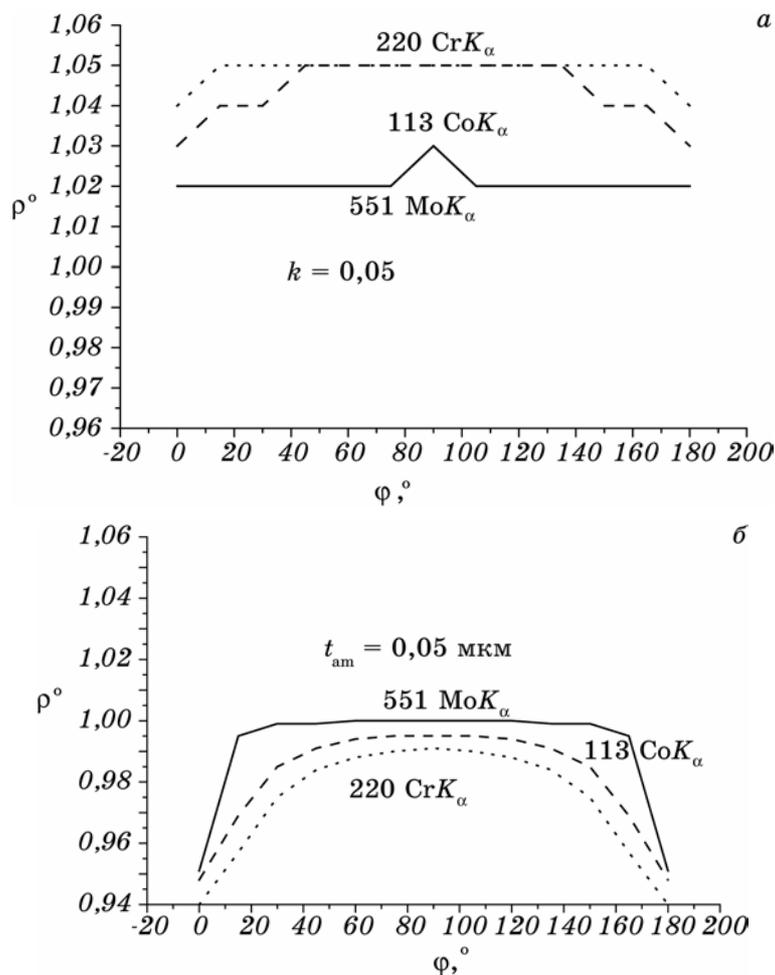


Рис. 4. Рассчитанные с использованием выражения (1) азимутальные зависимости нормированной ПИОС ($\rho^0 = R_i^0/R_{i\text{исовершенного кристалла}}$) при $k = 0,05$, $t_{\text{ам}} = 0$ (а) и при $k = 0$, $t_{\text{ам}} = 0,05$ мкм (б) для рефлекса 551 MoK_α (сплошная линия), для рефлекса 113 CoK_α (штрих), для рефлекса 220 CrK_α (пунктир).

рентгеновских лучей от плоских монокристаллических подложек Si в зависимости от азимутального угла φ . Брэгговские отражения и длины волн рентгеновских лучей были выбраны таким образом, чтобы использовать весь возможный интервал асимметрии.

Представленные в [16] данные были получены с использованием различных длин волн рентгеновских лучей, что обеспечило большие изменения в поглощении для данного вещества при сопутствующем изменении длины пути рентгеновских лучей и глубины проникновения в кристалл (когда поглощение играет важную роль

ТАБЛИЦА 1. Параметры, описывающие структурное совершенство образца монокристаллического Si в рамках различных моделей дефектной структуры.

1	2	3	4	5	6	7	8
hkl	λ	t_0 , мкм	ε	t_{am} , мкм	$\Lambda/(a/d)$, мкм	k	t_{ksl} , мкм
551 MoK $_{\alpha}$	1,83	0,434	0,08 ± 0,02	1,3 ÷ 5,7	0,14 ± 0,02	0,18 ± 0,03 ÷ ÷ 0,8 ± 0,1	
113 CoK $_{\alpha}$	0,27	0,720	0,1 ± 0,04	2,2 ÷ 3,4	0,13 ± 0,01	0,29 ± 0,02 ÷ ÷ 0,44 ± 0,03	
220 CrK $_{\alpha}$	0,08	0,781	0,09 ± 0,02	1,4 ÷ 2,1	0,12 ± 0,01	0,17 ± 0,01 ÷ ÷ 0,25 ± 0,02	

наряду с экстинкцией).

Авторы [16] построили расчетные азимутальные зависимости, хорошо описывающие эксперимент, используя две модели, основанные на кинематической теории дифракции. В рамках первой модели наблюдаемое уменьшение экспериментальных величин ПИОС по сравнению с рассчитанными для идеально-мозаичного кристалла объяснялось наличием на поверхности кристалла ППС, в котором не происходит дифракция, толщиной t_0 , величина которой при этом оказывалась сильно различающейся в различных экспериментальных случаях, хотя фактически должна оставаться кон-

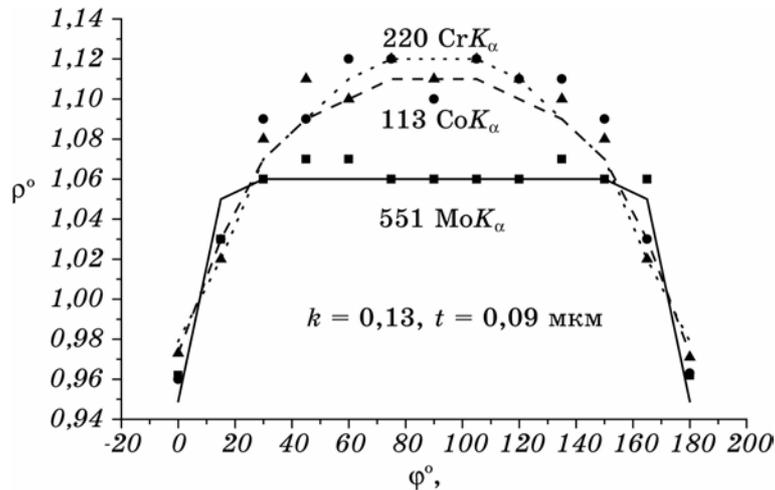


Рис. 5. Рассчитанные кривые наилучшего фитирования при $k = 0,13$, $t_{abs} = 0,09$ мкм (линии) и экспериментальные (маркеры) азимутальные зависимости нормированной ПИОС ($\rho^0 = R_i^0/R_{i,совершенного кристалла}$) при асимметричных Брэгг-отражениях 551 MoK $_{\alpha}$ (сплошная линия, ■), 113 CoK $_{\alpha}$ (штрих, ▲), 220 CrK $_{\alpha}$ (пунктир, ●).

стантой. В рамках второй модели уменьшение объяснялось влиянием экстинкции, которая учитывалась умножением расчетных ПИОС на уменьшающий, формально введенный, феноменологический параметр ε . Никак не связанный явно со степенью структурного совершенства кристалла подгоночный параметр ε также оказался сильно различающимся в различных случаях дифракции.

В работе [17] для интерпретации вышеуказанных экспериментальных данных использована описанная выше (1) модель НПС. В таблице 1 приведены значения параметров, характеризующих структурное совершенство кристалла Si в рамках трех вышеописанных моделей, полученные авторами [16] (столбцы 3, 4) и [17] (столбцы 5–8) для разных условий дифракции.

Величины параметров, полученных при обработке экспериментальных данных с использованием моделей [16] (столбцы 3, 4), как видно из табл. 1, значительно изменяются при изменении условий дифракции, что противоречит ожидаемым результатам, которые должны следовать из физического смысла этих параметров.

При использовании модели НПС, предложенной в работе [17] (столбцы 5–8), получен практически единый результат, одинаково удовлетворяющий всем трем наборам экспериментальных данных (см. рис. 5). Из таблицы видно, что значения толщин ППС и коэффициента k , характеризующего толщину КРС и выражающего ее в длинах экстинкции, определенные в разных условиях дифракции, в пределах погрешностей их определения совпадают. Это свидетельствует об адекватности модели, предложенной в работе [17] (см. (1)).

Полученный результат фитирования с использованием модели (1) выглядит более значительным, если учесть, что единая модель адекватно описывает существенно различные случаи, для которых имеет место 30-кратное изменение коэффициента линейного поглощения от $14,2 \text{ см}^{-1}$ для MoK_α до $472,3 \text{ см}^{-1}$ для CrK_α .

В каждом из трех рассматриваемых случаев дифракции фитирование азимутальной зависимости ПИОС с использованием модели (1) позволяет получить значения толщин ППС и КРС с достаточной точностью (см. табл. 1).

2.3. Исследование поверхности Si (100) при использовании спектральной зависимости ПИОС

Авторами работы [17] исследовались монокристаллические пластины Si марки КДБ-10, вырезанные параллельно плоскости (100), с НПС. НПС получались в результате резки, шлифовки и химико-механической полировки (ХМП). Измерения ПИОС проводились в двухкристальной схеме с использованием MoK_α -излучения с монохроматором Si (220) и FeK_α -излучения с монохроматором Si (004). Совместный обсчет экспериментальных данных для отражений 004

ТАБЛИЦА 2. Значения толщин НПС ($t_{\text{ам}}$) и КРС ($t_{\text{ксл}}$) для различными способами обработанных поверхностей монокристалла Si. Получены путем совместной обработки в рамках предложенной в работе [17] модели методом наименьших квадратов величин ПИОС для отражений 004 FeK_α , и 004 MoK_α [$\Lambda/(a/d) = 2,93$ мкм].

Вид технол. обработки	$t_{\text{ам}}$, мкм	k	$t_{\text{ксл}}$, мкм
Резка	$0,55 \pm 0,05$	$2,5 \pm 0,03$	$7,3 \pm 0,1$
Шлифовка	$3 \pm 0,06$	$2,3 \pm 0,06$	$6,7 \pm 0,1$
ХМП	$0,09 \pm 0,03$	$0,08 \pm 0,02$;	$0,23 \pm 0,06$

MoK_α и 004 FeK_α в рамках вышеописанной модели позволил получить значения параметров НПС, приведенные в таблице 2.

На рис. 6 сплошной линией изображены результаты расчета нормированной ПИОС для идеального кристалла с НПС, созданным резкой; штриховой — шлифовкой; пунктирной — ХМП.

Из рис. 6 видно, что рассчитанные спектральные зависимости ПИОС хорошо совпадают с экспериментальными во всех трех случаях НПС. Из таблиц 1, 2 видно, что даже наноразмерные толщины НПС, остающихся на поверхности монокристаллов после ХМП определяются методом ПИОС с хорошей точностью.

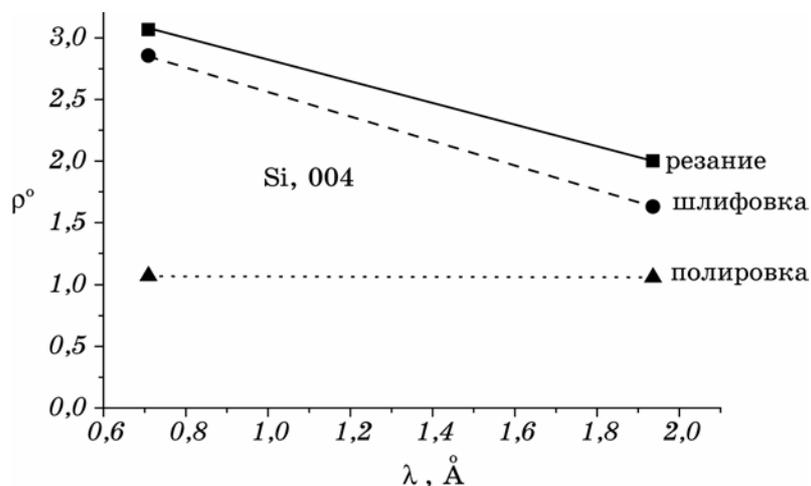


Рис. 6. Экспериментальные (маркеры) и рассчитанные (линии) спектральные зависимости нормированной ПИОС ($\rho^0 = R_i^0/R_{\text{идеальный кристалл}}$) для симметричного 004 Брэгг-отражения от монокристаллической пластины Si после резки (сплошная линия, квадраты), шлифовки (штрих, кружки) и после ХМП (пунктир, треугольники).

3. СОЗДАНИЕ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ МОДЕЛИ ПИОС В ГЕОМЕТРИИ БРЭГГА ДЛЯ НПС КРИСТАЛЛОВ С СРД

3.1. Теоретическая часть

В случае произвольной (асимметричной) геометрии дифракции по Брэггу выражение для ПИОС кристаллов с СРД, объединяющее предельные случаи тонкого ($\mu_0 l \ll 1$) и толстого ($\mu_0 l \gg 1$) кристаллов, имеет вид [18–21], где μ_0 — нормальный коэффициент фотоэлектрического поглощения, l — толщина кристалла:

$$R_i^{\text{СРД}} = R_i^{\text{dyn}} P E + R_{iP} \Pi (1 - E^2), \quad (2)$$

$$R_i^{\text{dyn}} = (16/3\pi) C Q \Lambda / \gamma_0,$$

$R_{iP} = C^2 Q t / \gamma_0$ — ПИОС идеально мозаичного кристалла,

$$\Pi(\mu^*, t) \cong \begin{cases} 1/[2(\mu_0 + \mu^*)t / \gamma], & \text{при } \mu_0 t \gg 1, \\ 1/[1 + t(\mu_0 + \mu^*) / \gamma], & \text{при } \mu_0 t < 1, t \gg \Lambda; \end{cases}$$

$$1/\gamma = 1/2(1/\gamma_0 + 1/|\gamma_h|); \quad \Lambda = \lambda(\gamma_0 |\gamma_h|)^{1/2} / (C |\chi_{hr}|);$$

$$P \cong 1 - 3\pi s / 4 \text{ при } s \ll 1; \quad s = (\mu_0 + \mu_{ds}^0) \Lambda E / \gamma C.$$

C — поляризационный множитель, $Q = (\pi |\chi_{hr}|)^2 / [\lambda \sin(2\theta)]$ — отражательная способность на единицу длины пути, χ_{hr} — вещественная часть фурье-компоненты поляризуемости кристалла, t — толщина кристалла, γ_0 — направляющий косинус волнового вектора падающей на кристалл плоской волны относительно внутренней нормали к входной поверхности кристалла.

Здесь эффективные коэффициенты поглощения μ_{ds}^0 и μ^* описываются, в частности, в простейшем случае при выполнении условий $\mu_{ds}^0 \ll \mu_0$ и $R_0 \ll \Lambda$, где R_0 — радиус дефектов приближенными выражениями (4) и (6) (см. ниже).

Физические условия Брэгг-дифракции не позволяют измерять толщинные зависимости ПИОС, как это делается в случае Лауэ-дифракции (метод наклона). Однако их аналогом могут служить азимутальные зависимости ПИОС в условиях асимметричной ($|\gamma_h| \neq \gamma_0$) Брэгг-дифракции [10, 11]. Изменяющиеся при азимутальном вращении кристалла направляющие косинусы:

$$\gamma_0 = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi + \sin\theta_B \cos\psi, \quad \gamma_h = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi - \sin\theta_B \cos\psi,$$

где ψ — угол между отражающими плоскостями и поверхностью

кристалла, φ — азимутальный угол, обуславливают изменение эффективных глубин проникновения в кристалл когерентных и диффузно рассеянных волновых полей. При этом относительные вклады когерентной и диффузной компонент в ПИОС и сама ПИОС оказываются зависящими как от азимута φ , так и от характеристик дефектов. В результате получаются азимутальные зависимости ПИОС с различным поведением ее когерентной и диффузной компонент (см. выражение (2)).

Следует также отметить, что условия Брэгговской дифракции могут выполняться во всем угловом интервале от 0 до 360° только при $\psi < \theta_B$. Когда имеет место неравенство $\psi > \theta_B$, появляется разрешенный интервал изменения φ , а именно, $\pi/2 - \varphi_{кр} < \varphi < \varphi_{кр} + \pi/2$ и второй интервал, сдвинутый на π , где угол $\varphi_{кр} = \arccos(\operatorname{tg}\theta_B/\operatorname{tg}\psi)$ получен из условия $\gamma_0 = 0$.

Модифицированное выражение для ПИОС монокристалла с НПС и СРД в случае дифракции по Брэггу имеет вид [18]:

$$R_i = (R_i^{\text{CPD}} + R_{i\text{ksc}})\exp[-\mu_0\{t_{\text{am}} + k\Lambda(a/d)\}(1/\gamma_0 + 1/|\gamma_{\text{H}}|)], \quad (3)$$

где $R_{i\text{ksc}} = C^2(Q/\gamma_0)t_{\text{ksl}} = C^2(Q/\gamma_0)k\Lambda(a/d)$, а R_i^{CPD} определяется по формуле (2).

Как видно из (3), модель предполагает кристалл состоящим из трех слоев: первый — сильно нарушенный (аморфный) слой с толщиной t_{am} , в котором дифракция отсутствует, второй, с толщиной t_{ksl} , — кинематически рассеивающий слой, а третий — динамически рассеивающий слой.

В отличие от кинематической теории, как следует из (2), кроме статического фактора Дебая–Валлера E^2 , в динамической теории появляются еще два структурночувствительных параметра — это коэффициенты экстинкции когерентной (μ_{ds}^0) и диффузной (μ^*) компонент ПИОС. Это предоставляет уникальную возможность, отсутствующую в кинематическом случае, используя измерения ПИОС однозначно определять параметры дефектов [25].

В случае однородного распределения ограниченных дефектов с радиусом R_0 и концентрацией с справедливо выражение (см. [5, 6, 8]):

$$\mu_{\text{ds}}^0 = cE^2C^2m_0B; \quad m_0 = \pi\nu_c H^2 |\chi_{\text{Hr}}|^2 / (2\lambda^2); \quad (4)$$

$$B = b_1 + b_2 \ln(e/r_0^2), \quad b_1 = B_1 + B_2/3,$$

$$b_2 = B_1 + \cos^2\theta_B B_2/2;$$

здесь $r_0 = R_0/\Lambda$, $\Lambda = \lambda(\gamma_0\gamma_{\text{H}})^{1/2}/(C|\chi_{\text{Hr}}|)$ — экстинкционная длина, H — модуль вектора дифракции, e — основание натурального логарифма, и предполагается, что $r_0 < 1$. Для сферических кластеров $B_1 = 0$,

$B_2 = (4\pi A_{cl}/v_c)^2$; $A_{cl} = \Gamma \varepsilon R_0^3$ — мощность кластера, ε — относительная деформация на границе кластера, $\Gamma = (1 + \nu)/[3(1 - \nu)]$, для хаотически распределенных дислокационных петель $B_1 = 4(\pi b R_0^2/v_c)^2/15$; $B_2 = \beta B_1$; $\beta = (3\nu^2 + 6\nu - 1)/[4(1 - \nu^2)]$; v_c — объем элементарной ячейки, ν — коэффициент Пуассона, b — модуль вектора Бюргерса.

Если $\mu_{ds}^0 \ll \mu_0$ и $r_0 \ll 1$, то справедливо приближенное соотношение [8]:

$$\mu^* \approx \mu_{ds}^0 f_\mu(r_0); \quad (5)$$

$$f_\mu(r_0) = \begin{cases} (5 + 2r_0 \ln r_0 - 3, 8r_0)/[3(1 - \ln r_0)], & \text{дискл. петли;} \\ (4 + r_0 \ln r_0 - 2r_0)/(5 - 6 \ln r_0), & \text{кластеры.} \end{cases}$$

Связь показателя статического фактора Дебая–Валлера $L_H = -\ln E$ с характеристиками дефектов описывается выражениями [31]:

$$L_H \approx 0,5c\nu_c^{-1}R_0^3(Hb)^{3/2}, \text{ дискл. петли;}$$

$$L_H \approx 0,5cn_0\eta^2(1 - \eta^2/100), \text{ сферические кластеры } (\eta^2 \ll 10); \quad (6)$$

$$L_H \approx cn_0\eta^{3/2}, \text{ сферические кластеры } (\eta^2 \gg 10);$$

где $n_0 = (4/3)\pi R_0^3/v_c$ — количество элементарных ячеек матрицы, замещаемых кластером, $\eta = \alpha_0 n_0^{1/3} h$, $\alpha_0 = \Gamma \varepsilon (6\pi^2/v_0)^{1/3}$, v_0 — количество атомов в кубической ячейке матрицы, $h = Ha/2\pi$, a — постоянная решетки.

Тем самым, через параметры E , μ_{ds}^0 и μ^* величина ПИОС R_i оказывается связанной с характеристиками дефектов (c , R_0 , ε , b).

Как уже отмечалось, величина ПИОС, измеряемая в геометрии Брэгга, более чувствительна к наличию нарушенного поверхностного слоя, поскольку в геометрии Лауэ в случае тонких нарушенных слоев слабое излучение, дифрагированное поверхностным слоем толщиной $t \ll \Lambda$ подвержено поглощению во всем объеме кристалла, а в геометрии Брэгга — только на малой глубине, равной t , т. е. поглощение пренебрежимо мало. По этой причине в отличие от случая дифракции Лауэ отношение t/Λ с учетом поправок на геометрию съемки в случае дифракции Брэгга сразу дает оценку чувствительности этой геометрии к нарушенному слою и определяет пути управления этой чувствительностью.

Следует отметить, что, глубина проникновения волнового поля в кристалл (эффективная рабочая глубина) в геометрии Брэгга различна для разных составляющих ПИОС. Для брэгговской составляющей ПИОС, в частности при косонесимметричной геометрии Брэгга, эффективную рабочую глубину, определяющуюся длиной экстинкции Λ , можно изменять от 100 мкм до 100 Å, используя за-

висимость этой глубины от азимута даже при фиксированных θ и λ . Рассеяние на дефектах, в результате которого образуется диффузная составляющая ПИОС, имеет интегральный поперечник сечения при однократном рассеянии, т. е. интегральную интенсивность на единицу длины пути меньше брэгговской в $2L$ раз, где характерное значение $L \sim 0,01$, и, следовательно, обусловленная диффузной составляющей экстинкция на два порядка слабее, чем обусловленная брэгговской. Поэтому эффективная рабочая глубина для диффузной составляющей на два порядка больше, чем для брэгговской составляющей. Однако в поглощающих кристаллах эта глубина может ограничиваться глубиной абсорбции $\sim 1/\mu_0$.

При косонесимметричных съемках дополнительную роль играют различные ($\gamma_0 \neq \gamma_H$) направляющие косинусы входа и выхода лучей в кристалле, которые изменяют рабочую глубину. При фиксированном $1/\mu_0$ γ_0 определяет глубину, до которой возможно образование диффузного рассеяния на дефектах, а γ_H — глубину, из которой это излучение может выйти на поверхность. Эффективная рабочая глубина лимитируется меньшей из величин γ_0 и γ_H , точнее величиной γ .

Следует также отметить, что в случае тонкого нарушенного слоя приповерхностный напряженный слой справедливо считать кинематически рассеивающим еще и вследствие его малости, как в работе [12]. Кроме того, следует иметь в виду, что когерентное рассеяние от монокристалла и рассеяние от напряженного приповерхностного слоя когерентны, и не учитывать, как в предложенной модели (1)–(6) интерференционное слагаемое при вычислении ПИОС можно только в том случае, когда приповерхностный напряженный слой достаточно тонкий и, следовательно, угловой интервал его формирования мало перекрывается с брэгговским пиком образца. Для более толстых КРС в модели (1)–(6) легко учесть интерференционное слагаемое.

Из результатов, полученных методами прямого наблюдения дефектов известно, что размеры изображений одних и тех же дефектов различны на рентгеновских топограммах и микрофотографиях, полученных с помощью электронного микроскопа. Это объясняется тем, что наблюдается контраст, обусловленный кинематическим характером рассеяния вблизи дефекта на поле напряжений вокруг дефекта и динамическим характером вдали от дефекта. Чем уже полуширина ($\sim 1/\Lambda$) кривой отражения излучения, используемого для наблюдения искажений решетки вокруг дефекта, тем более слабые искажения будут заметны, тем дальше от дефекта будет граница между кинематическим и динамическим рассеянием и, следовательно, тем большим будет размер изображения дефекта, т. е. размер изображения $\sim \Lambda$. Именно эти известные соображения использованы авторами при создании модели нарушенного поверхностного слоя (1)–(6). При этом снимается имеющееся в [12] огра-

ничение случаями только малых толщин НПС.

Согласно этой модели экспериментально наблюдаемая ПИОС в случае одновременного присутствия в монокристалле НПС и СРД состоит из брэгговской и диффузной компонент с дополнительным вкладом от КРС и от обусловленного наличием сильных нарушений ППС. Брэгговская компонента формируется в третьем слое в объеме до глубины экстинкции, дополнительный вклад от упруго напряженного слоя формируется на длине пути луча в слое, т. е. до глубины, пропорциональной длине экстинкции $\Lambda = \Lambda_{\text{sim}} \sqrt{\gamma_0 |\gamma_H|} / \sin \theta$, а диффузная компонента формируется в объеме до глубины проникновения: $t_{\text{pen}} = l_{\text{abs}} / (1/\gamma_0 + |1/\gamma_H|)$. Этим глубинам оказываются пропорциональными вклады соответствующих составляющих ПИОС.

По этой причине путем изменения условий дифракции можно целенаправленно изменять указанные рабочие глубины и, следовательно, вклады в ПИОС от НПС и СРД, т. е. управлять изменением избирательности чувствительности ПИОС к различным типам дефектов и составляющим НПС и на этой основе осуществлять их диагностику.

С целью выяснения указанных возможностей диагностики одновременно присутствующих в монокристалле СРД и НПС методом ПИОС были проведены вычисления азимутальных, спектральных и угловых зависимостей величин отношения глубины проникновения t_{pen} к глубине экстинкции, т. е. t_{pen}/Λ , результаты которых представлены на рис. 7 и 8.

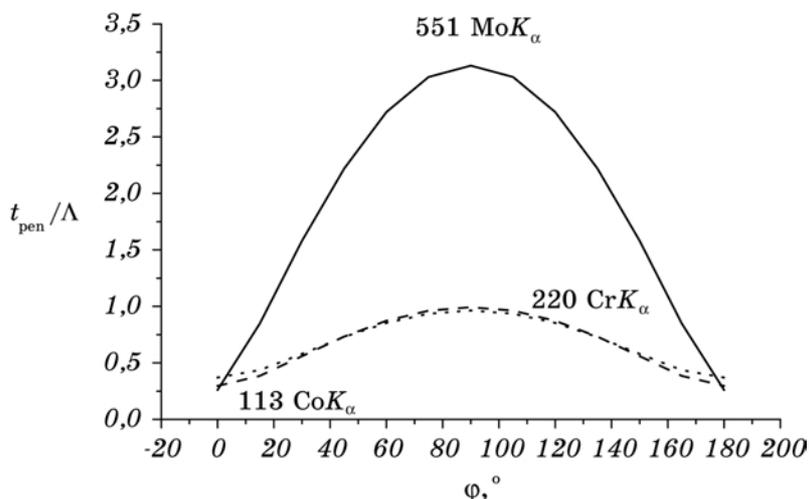


Рис. 7. Рассчитанные азимутальные зависимости величины отношения глубины проникновения t_{pen} к глубине экстинкции для рефлексов 551 MoK $_{\alpha}$ (сплошная линия), для рефлексов 113 CoK $_{\alpha}$ (штрих) и для рефлексов 220 CrK $_{\alpha}$ (пунктир).

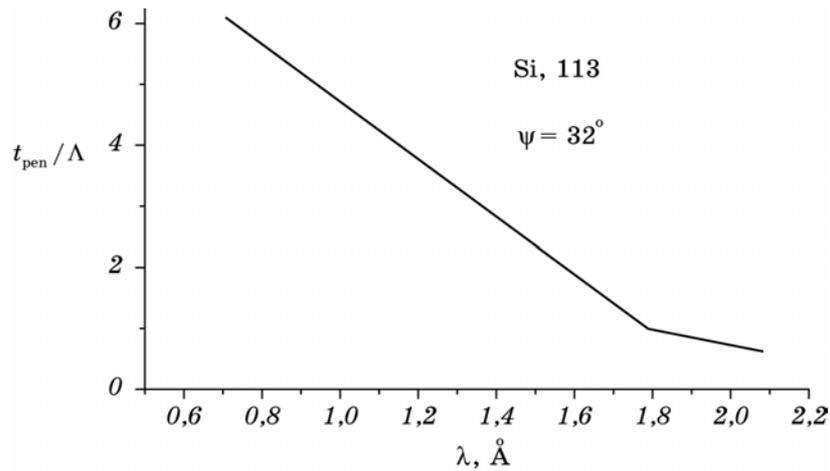


Рис. 8. Рассчитанная спектральная зависимость величины отношения глубины проникновения t_{pen} к глубине экстинкции Λ для кососимметричных рефлексов 113.

Из результатов расчетов, представленных на рис. 7 и 8, следует, что ПИОС должна быть избирательно чувствительна к СРД в условиях симметричной или кососимметричной дифракции и при использовании жесткого излучения. Эти же условия дифракции

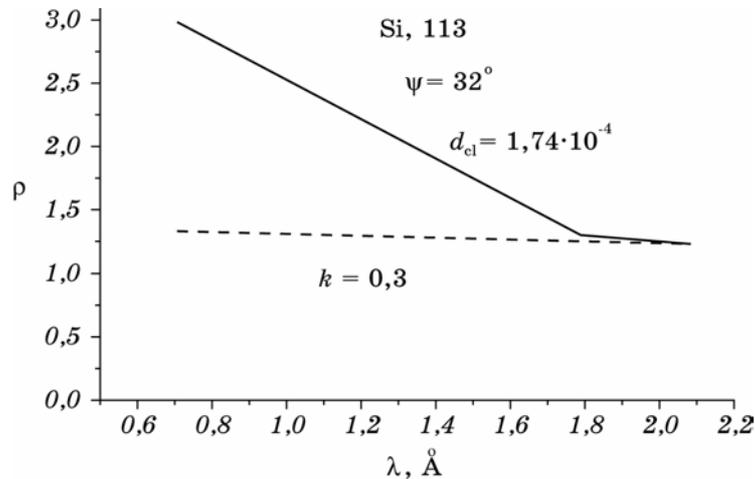


Рис. 9. Рассчитанные спектральные (при кососимметричной дифракции) зависимости нормированной ПИОС для случайно распределенных в объеме монокристалла Si без НПС сферических преципитатов Cu_3Si с $R_{\text{cl}} = 0,013$ мкм, $\varepsilon = 0,13$, $c_{\text{cl}} = 6,6 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-3}$, объемная доля $\delta_{\text{cl}} = 1,74 \cdot 10^{-4}$ (сплошная линия), и с использованием выражения (1) при $k = 0,3$, $t_{\text{am}} = 0$ (штрих).

предпочтительны для определения толщины КРС, поскольку при симметричной дифракции жесткого излучения вклад КРС, увеличивающий ПИОС меньше всего компенсируется поглощением как в ППС, так и в самом КРС. Однако, как следует из результатов расчетов, представленных на рис. 3, для тонких КРС практически отсутствуют азимутальные и спектральные зависимости вкладов в нормированную ПИОС вследствие практического отсутствия поглощения в КРС. Возможность разделения вкладов в ПИОС от СРД и КРС определяется резкой спектральной зависимостью величины отношения глубины проникновения t_{pen} к глубине экстинкции Λ , показанной на рис. 7 и 8.

Результаты расчетов вкладов в нормированную ПИОС диффузного рассеяния от СРД и рассеяния от КРС представлены на рис. 9.

Из рис. 9 видно, что величина вклада диффузной компоненты резко возрастает с уменьшением длины волны из-за резкого увеличения эффективной глубины выхода из кристалла диффузной составляющей ПИОС, а величина вклада от КРС практически от длины волны не зависит из-за слабой спектральной зависимости эффективной длины экстинкции.

3.2. Экспериментальная реализация метода для диагностики характеристик НПС и СРД одного типа

Для апробации способа сепарирования вкладов в ПИОС от СРД и НПС в работе [18] был выбран образец, характеризующийся относительно простой дефектной структурой — НПС и СРД одного определяющего типа. Образец был вырезан по плоскости (110) из бездислокационного слитка Si, выращенного по методу Чохральского в направлении [001]. Концентрация кислорода в слитке составляла $8,2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, концентрация углерода — $< 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Образец был подвергнут диффузионному отжигу с введением меди в течение 1 часа при 1173 К в атмосфере азота с охлаждением на воздухе. При охлаждении образца вокруг выделений SiO_2 образовались колонии выделений низкотемпературной фазы $\eta''\text{-Cu}_3\text{Si}$ [19–23], ограниченные дислокационными петлями [24]. Из данных предварительного анализа дефектной структуры исследуемого образца, проведенного в работе [18], следует, что для него единственным определяющим типом СРД могут быть сферические кластеры Cu_3Si .

В случае СРД с радиусом R_0 и концентрацией с справедливы выражения динамической теории (2)–(6) для ПИОС, а также для статического фактора Дебая–Валлера E и коэффициентов экстинкции когерентной (μ_{ds}^0) и диффузной (μ^*) компонент ПИОС [25].

При равноценном влиянии на величину ПИОС двух типов дефектов получение их характеристик путем фитирования зависимостей ПИОС значительно затруднено. Однако, как будет показано ниже,

вследствие возможной [25, 18] избирательной чувствительности ПИОС к вышеуказанным типам дефектов, необходимо разделение всех используемых условий дифракции на три группы, в первой из которых определяющим типом дефектов является только один из них, во второй — другой, а в третьей — оба. Если удастся выделить хотя бы одну из первых двух групп условий дифракции, то задача разделения вкладов дефектов разных типов в ПИОС, а значит, и определения их характеристик может быть решена. Дальнейший анализ показывает причину такой возможности.

В случае симметричной дифракции по Брэггу все используемые условия дифракции относятся к третьей группе: при использовании жесткого излучения трудно разделить вклады в ПИОС от КРС и СРД, а с увеличением длины волны рост чувствительности ПИОС к ППС может быть скрыт противоположным по знаку вкладом в ПИОС, обусловленным СРД.

Поэтому для получения характеристик ППС необходимо проводить сравнительный анализ величин ПИОС в условиях дифракций, обеспечивающих резкий рост чувствительности ПИОС к ППС на фоне хотя и значительного, но практически неизменного вклада в ПИОС от СРД. Это осуществляется за счет измерения величин ПИОС для рефлексов от плоскостей с одинаковыми значениями модулей вектора дифракции, но наклоненными к поверхности образца под разными углами для изменения длины пути хода лучей в ППС, а именно: 331 ($\psi = 15^\circ$) и 133 ($\psi = 70^\circ$).

Сравнивая расчетную зависимость от толщины ППС отношения

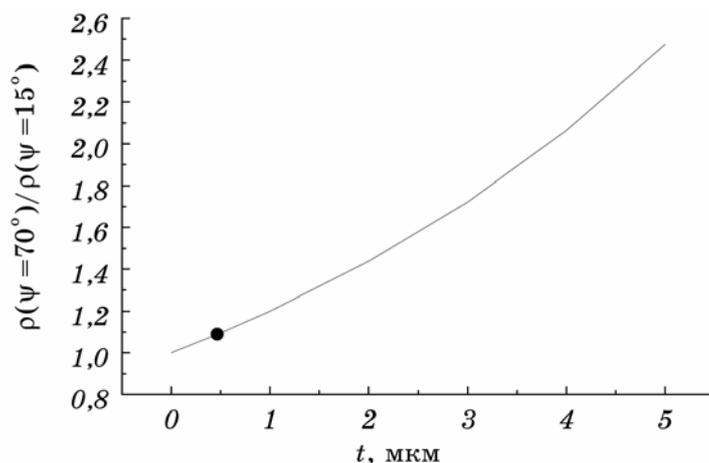


Рис. 10. Рассчитанная зависимость от толщины ППС (сплошная линия) отношения приростов ПИОС при разных углах наклона плоскости дифракции к поверхности монокристалла Si, содержащего СРД и НПС, и полученная экспериментально величина указанного отношения (маркер).

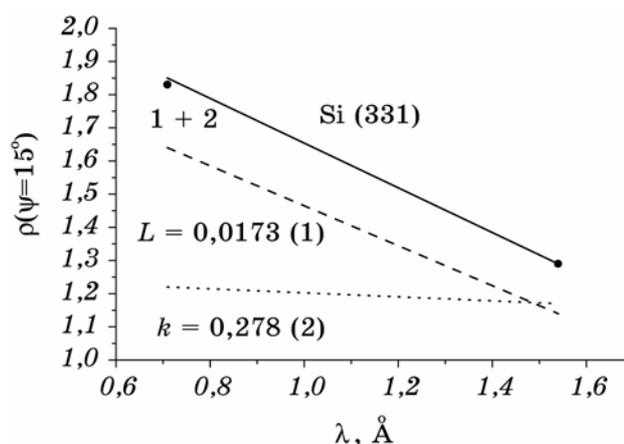


Рис. 11. Экспериментальная (маркеры) и рассчитанные (линии) спектральные зависимости интегральных интенсивностей ($\rho = R_i/R_{i\text{perf.cr.}}$) Брэгг-дифракции при симметричном 331 CuK_α -отражении от образца Si, содержащего НПС и СРД. Кроме рассчитанной кривой наилучшего фитирования (сплошная линия), демонстрируются теоретические кривые при наличии только СРД (штриховая линия) или только НПС (пунктирная линия).

приростов ПИОС при разных углах наклона плоскости дифракции к поверхности монокристалла с величиной отношения, полученной экспериментально, можно определить толщину ППС: $t_{\text{am}} = (0,46 \pm \pm 0,23)$ мкм (см. рис. 10).

При известной толщине ППС для определения толщины КРС и значения статического фактора Дебая–Валлера достаточно измерить ПИОС симметричного Брэгг-отражения, используя излучение с двумя длинами волн (жесткое MoK_α и мягкое CuK_α). На рис. 11 показано изменение хода спектральной зависимости ПИОС рефлекса 331 от толщины КРС и от величины статического фактора Дебая–Валлера.

При постоянном значении толщины ППС $t_{\text{am}} = 0,465$ мкм и заданном значении $\mu_{\text{B}}^* = 0$ (выбор такого значения $\mu_{\text{B}}^* = 0$ оправдан предварительными данными о малости R_0 и c) методом наименьших квадратов определяют значения величин k и L . Полученные таким образом значения величин $k = 0,28 \pm 0,02$ и $L = 0,0173 \pm 0,0006$ соответствуют расчетной спектральной зависимости наилучшего фитирования, изображенной на рис. 11 сплошной линией.

По формулам динамической теории рассеяния излучения реальными монокристаллами (2–6) в [18] рассчитаны величины характеристик СРД для двух случаев:

- 1) в предположении, что СРД являются дислокационными петлями — получено: $R_1 = 0,288$ мкм, $c_1 = 1,18 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-3}$;
- 2) в предположении, что СРД являются мелкими сферическими

кластерами с $\varepsilon = 0,13$, получено: $R_{cl} = 0,0128$ мкм, $c_{cl} = 6,6 \cdot 10^{12}$ см $^{-3}$.

Затем для указанных двух случаев дефектной структуры в объеме образца с учетом наличия НПС, характеристики которого определены выше, рассчитаны значения ПИОС для ряда Брэгг-отражений жесткого излучения. Результаты расчета, а также экспериментально определенные для исследуемого образца нормализованные значения ПИОС представлены на рис. 12.

В случае 2, когда предполагается, что в объеме исследуемого образца присутствуют случайно распределенные мелкие кластеры с характеристиками $R_{cl} = 0,0128$ мкм, $\varepsilon = 0,13$, $c_{cl} = 6,6 \cdot 10^{12}$ см $^{-3}$, все рассчитанные значения ПИОС для Брэгг-рефлексов совпали с наблюдаемыми значениями ПИОС.

Наблюдающееся для данного образца совпадение значений величин характеристик СРД, полученных методом ПИОС во всех рассмотренных предельных случаях дифракции, является признаком того, что в кристалле присутствуют дефекты одного определяющего типа. В этом частном случае дефектной структуры такое совпадение величин характеристик случайно распределенных в объеме дефектов одного определяющего типа, полученных при изучении образца в разных предельных случаях дифракции, является критерием правильности диагностики структурного совершенства данного мо-

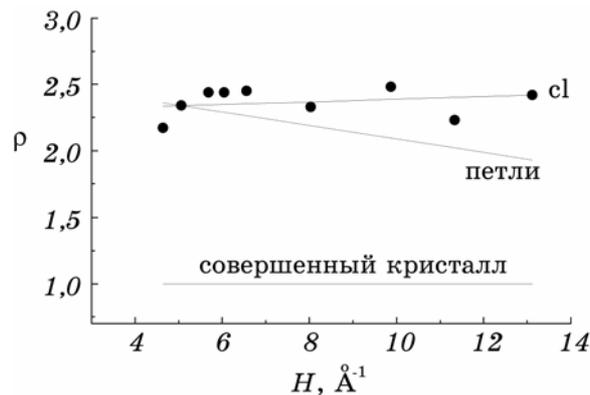


Рис. 12. Нормированные к рассчитанным для совершенного кристалла экспериментальная (маркеры) и рассчитанные (линии) угловые зависимости интегральных интенсивностей Брэгг-дифракции при симметричных $400 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $331 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $224 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $333 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $440 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $444 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $555 \text{ MoK}_{\alpha^-}$, $448 \text{ MoK}_{\alpha^-}$ и $880 \text{ MoK}_{\alpha^-}$ -отражениях от образца Si, содержащего НПС и СРД. Демонстрируются теоретические кривые для случайно распределенных в объеме призматических дислокационных петель $R_l = 0,288$ мкм, $c_l = 1,18 \cdot 10^{10}$ см $^{-3}$ (штриховая линия) или сферических кластеров Cu_3Si с характеристиками $R_{cl} = 0,0128$ мкм, $\varepsilon = 0,13$, $c_{cl} = 6,6 \cdot 10^{12}$ см $^{-3}$ (сплошная линия).

нокристалла методом ПИОС.

Таким образом, в настоящей работе задача разделения вкладов в ПИОС от КРС и СРД и определения параметров НПС независимо от степени сложности дефектной структуры в объеме образца, т. е. независимо от типа дефекта и числа этих типов, полностью решена. Это означает, что завершено решение и более общей задачи по определению как параметров НПС, так и характеристик нескольких типов дефектов. Последнее обеспечивается тем, что реализованное в настоящей работе нахождение параметров НПС сводит задачу к нахождению только характеристик СРД, которое уже решено авторами ранее в работе [25]. Следует отметить, что предложенные в [25, 18] новые методы являются уникальными, так как обеспечивают, как видно из полученных результатов, количественную диагностику наноразмерных характеристик как НПС, так и СРД.

3.3. Возможности диагностики наноразмерных НПС и СРД нескольких типов в сильно поглощающих кристаллах

Остановимся подробнее на наиболее сложных для диагностики случаях, таких как сильно поглощающие кристаллы и предельно слабые искажения от НПС и СРД. В случае сильно поглощающих кристаллов применение описанного выше метода требует дополнительного развития. Это связано с тем, что нельзя производить разделение вкладов в ПИОС от СРД и КРС, как предложено в работе [18], используя различие их зависимостей от длины волны, обусловленное тем, что величина вклада в ПИОС от СРД пропорциональна глубине проникновения излучения, а от упруго напряженного слоя — длине экстинкции. Для сильно поглощающих монокристаллов, например для Ge, как видно из рис. 13, эффективная глубина проникновения слабо зависит от длины волны используемого излучения. Разделение вкладов в ПИОС от СРМ и КРС путем использования зависимостей от модуля вектора дифракции в этом случае оказывается единственно возможным.

В работе [26] физически обоснована и апробирована на образце монокристалла германия применимость комбинированного метода ПИОС с использованием толщинных зависимостей ПИОС в геометрии Лауэ в сочетании со спектральными зависимостями в геометрии Брэгга для диагностики сильно поглощающих монокристаллических образцов, в которых присутствуют как одновременно два определяющих типа СРД, так и НПС, для диагностики которого из-за сильного поглощения основанные на дифракции Лауэ методы перестают быть применимыми. С другой стороны, привлечение толщинных зависимостей ПИОС в геометрии дифракции по Лауэ как дополнительных позволяет разделить вклады и определить характеристики СРД нескольких типов.

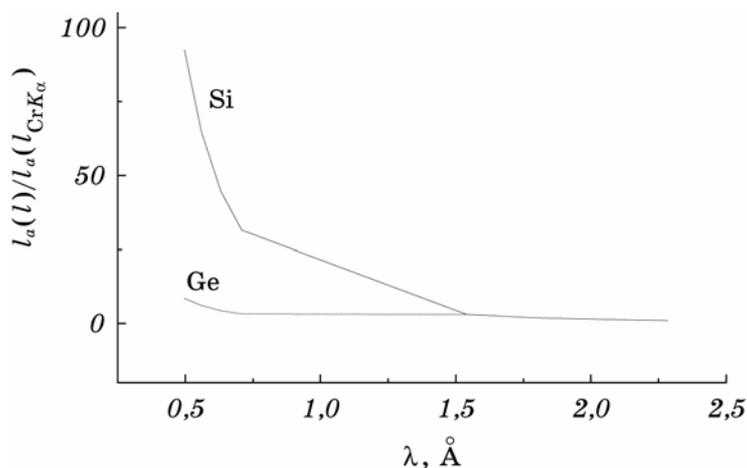


Рис. 13. Рассчитанные зависимости нормированной длины абсорбции для монокристаллов Si и Ge от длины волны рентгеновского излучения.

В работе [26] комбинированным (Брэгг–Лауэ) методом ПИОС исследован образец монокристалла Ge, легированного Li в процессе его выращивания, что обеспечило достижение максимально возможной концентрации Li в образце: $c_{\text{Li}} = 3 \cdot 10^{-2}$ ($1,3 \cdot 10^{20}$ ат/см³), содержание кислорода — от 10^{14} до 10^{15} ат/см³ [27]. После закалки до комнатной температуры преципитаты лития формируют частицы (возможно сферические) Li_3Ge [28]. Согласно модели, предложенной в [28], преципитаты равномерно распределены в объеме с концентрацией

$$c(\text{Li}_3\text{Ge}) = c_{\text{Li}} \nu / (c_0 4\pi r_0^3 / 3), \quad (7)$$

где $\nu = a^3/8$, $a = 5,66 \text{ \AA}$, $c_0 \approx 3/4$, r_0 — средний радиус преципитатов. Согласно данным электронно-микроскопических исследований подобных образцов [29] $r_0 \approx 170 \text{ \AA} = 31,3a$.

Кроме преципитатов Li_3Ge путем измерения электропроводности на поверхности образцов установлено наличие в них единичных внедрений Li с концентрацией $c_{\text{Li}} = 2 \cdot 10^{-3}$ [27]. Эти дефекты не оказывают заметного влияния на величины интегральных интенсивностей в условиях дифракции Лауэ [28]. Однако в условиях дифракции Брэгга эти мелкие дефекты тоже могут оказаться определяющими, т. е. вызывающими заметное ($> 10\%$) изменение величины ПИОС по сравнению с величиной интегральной отражательной способности, рассчитанной для идеального кристалла.

Для проверки предположения о содержании в образце случайно распределенных кластеров Li_3Ge и единичных включений Li были определены значения ПИОС для симметричных 004 Лауэ- и ряда

Брэгг-рефлексов MoK_α -излучения. В результате совместного фитирования экспериментально полученных для образца с использованием MoK_α -излучения угловых зависимостей ПИОС в геометрии Брэгга (симметричные рефлексы 220, 004, 224, 440) и значения ПИОС для симметричного Лауэ-рефлекса 004 при фиксированном значении среднего радиуса кластеров $r_c/a = 31,3$ [29] получены следующие значения величин концентраций кластеров $c(\text{Li}_3\text{Ge}) = 1 \cdot 10^{-8}$ и единичных включений лития $c_{\text{Li}} = 2,75 \cdot 10^{-3}$. Видно, что значение величины концентрации единичных включений Li на 40% больше значения, полученного в работе [27] путем измерения электропроводности.

Для устранения указанного расхождения авторами [26] по методу, апробированному в работе [17], был учтен вклад от слабого НПС. Путем сравнения расчетной зависимости от толщины аморфного слоя отношения приростов ПИОС при разных углах наклона плоскости дифракции к поверхности монокристалла (242 ($\psi = 33^\circ$) и -242 ($\psi = 74,5^\circ$)) с величиной отношения, полученной экспериментально, определена толщина аморфного поглощающего слоя на поверхности образца: $t_{\text{ам}} = (0,27 \pm 0,1)$ мкм.

Поскольку величины вкладов в ПИОС от СРД и КРС по-разному изменяются при изменении модуля вектора дифракции, то для повышения точности определения параметров НПС и СРД необходимо анализ спектральной зависимости ПИОС при использовании одного рефлекса дополнять анализом зависимости ПИОС от модуля вектора дифракции. Вклады в ПИОС от СРД и КРС пропорциональны соответственно L (показателю степени статического фактора Дебая–Валлера) и t_{ksl} (толщине кинематически рассеивающего слоя). Известно [31], что для случайно распределенных в объеме кластеров $L \sim H^2$ (для мелких) или $L \sim H^{3/2}$ (для крупных). Увеличение же с ростом H толщины упруго напряженного слоя вызвано сужением углового интервала когерентного отражения и ростом чувствительности к слабым изгибам отражающих плоскостей: $t_{\text{ksc}} \sim H^{0,75}$. Поэтому вклад в ПИОС от КРС растет с увеличением H значительно медленнее, чем вклад от СРД, но при малых значениях H первый может быть больше последнего. В данном случае это позволило определить величины L и k : $L_{111} = 0,012 \pm 0,004$, $L_{220} = 0,028 \pm 0,006$, $L_{004} = 0,051 \pm 0,006$, $L_{224} = 0,092 \pm 0,004$, $L_{660} = 0,19 \pm 0,01$; $k = 0,22 \pm 0,04$. Причина снижения точности определения L при использовании отражений малых порядков заключается в малости L для малых H .

В случаях, когда величина $\mu_{\text{в}}^* \ll \mu_0$ как для мелких, так и для крупных дефектов, величины ПИОС, измеряемые в геометрии Брэгга, не зависят от размеров СРД, как видно из рис. 14 для значений ПИОС, соответствующих изменению Λ в интервале от 4 мкм до 10 мкм. Этот результат связан с малостью преципитатов, для кото-

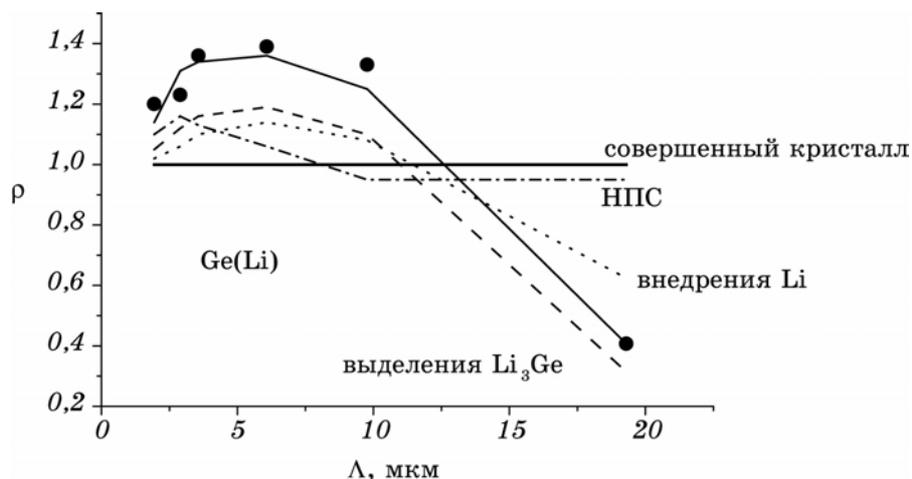


Рис. 14. Рассчитанные (линии) и экспериментальные (маркеры) зависимости от длины экстинкции величин ПИОС, нормированных к рассчитанным значениям ПИОС для идеального монокристалла Ge. Сплошная линия (линия наилучшего фитирования) — зависимость, рассчитанная в предположении, что в объеме образца при наличии НПС с $t_{am} = 0,27$ мкм, $k = 0,22$ содержится 2 типа СРД: единичные внедрения Li ($c_{Li} = 1,06 \cdot 10^{-3}$) и преципитаты Li_3Ge ($r_0 = 0,04$ мкм, $c = 8,9 \cdot 10^{-11}$). Штриховая линия — зависимость, рассчитанная в предположении, что единственным типом СРД в объеме образца являются преципитаты Li_3Ge . Пунктирная линия — зависимость, рассчитанная в предположении, что единственным типом СРД в объеме образца являются единичные внедрения Li. Штрих-пунктирная линия — зависимость, рассчитанная для идеального кристалла при наличии НПС с $t_{am} = 0,27$ мкм, $k = 0,22$.

рых $L \sim H^2$, и $\mu^* \sim 0$, как и для точечных дефектов. Однако, из рис. 14 видно, что в данном случае величина ПИОС, измеренная в геометрии Лауэ ($\Lambda = 19$ мкм), чрезвычайно чувствительна не только к величине объемной доли дефектов, но и к их размерам. Видно, что для однозначного определения величин средних радиусов и концентраций СРД двух типов необходимо совместное исследование величин ПИОС в геометриях Брэгга и Лауэ.

Рис. 14 иллюстрирует возможность при известных характеристиках НПС однозначного определения характеристик СРД двух определяющих типов при использовании симметричной Брэгг- и Лауэ-дифракции.

4. ВЫВОДЫ

В настоящей работе проведено обобщение для случая кристаллов с СРД и НПС комбинированного метода ПИОС, предложенного в [25]

для кристаллов с СРД и основанного на развитой в [25] идее изменения избирательности чувствительности ПИОС к разным типам дефектов при изменении условий дифракции. При этом используются преимущества интегральной дифрактометрии в случае дифракции Брэгга для диагностики НПС, который рассматривается как дополнительный тип дефектов. В результате комбинированный метод дополнен выявленными в работе физическими причинами и предложенными способами использования избирательной чувствительности дифракции Брэгга именно к параметрам НПС, которая отсутствует в случае Лауэ. Дополнительным преимуществом разработанных модели и метода является учет в них вклада диффузной составляющей ПИОС от СРД, отсутствующий в других методах изучения НПС.

Таким образом, установлена и проанализирована различная для разных условий дифракции избирательность чувствительности полной интегральной отражательной способности (ПИОС) в геометрии Брэгга к нарушенным поверхностным слоям (НПС) и к дефектам, случайно распределенным в объеме (СРД). На этой основе дано физическое обоснование и предложены способы расширения путем совместного использования различных условий Брэгг и Лауэ-дифракции диагностических возможностей однозначного количественного определения характеристик даже наноразмерных как НПС, так и СРД нескольких определяющих типов.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. *Proc. of the 1-st Int. Autumn School 'Gettering and Defect Engineering in the Semiconductor Technology'* (Ed. H. Richter) (Jarzau, DDR; Oct. 8–18, 1985).
2. А. М. Афанасьев, П. А. Александров, Р. М. Имамов, *Рентгеновская диагностика субмикронных слоев* (Москва: Наука: 1986).
3. А. Н. Гуреев, И. В. Прокопенко, *Завод. лаб.*, **45**, № 6: 536 (1979).
4. Л. И. Даценко, Н. Ф. Короткевич, *УФЖ*, **18**, № 1: 145 (1973).
5. Л. И. Даценко, *Висн. АН УРСР*, № 3: 19 (1975).
6. Л. И. Даценко, *УФЖ*, **24**, № 5: 577 (1979).
7. Е. Н. Кисловский, В. П. Кладько, А. В. Фомин и др., *Завод. лаб.*, **51**, № 7: 30 (1985).
8. Л. И. Даценко, В. Б. Молодкин, М. Е. Осинковский, *Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами* (Киев: Наук. думка: 1988).
9. Л. И. Даценко, Е. Н. Кисловский, Т. Г. Крыштаб и др., *Поверхность*, № 8: 69 (1985).
10. Е. Н. Кисловский, Т. Г. Крыштаб, В. И. Хрупа, Л. И. Даценко, *Металлофизика*, **8**, № 3: 52 (1986).
11. Т. Г. Крыштаб, Е. Н. Кисловский, В. И. Хрупа, *Металлофизика*, **8**, № 4: 109 (1986).

12. В. Г. Барьяхтар, А. Н. Гуреев, В. В. Кочелаб и др., *Металлофизика*, **11**, № 3: 73 (1989).
13. *Обработка полупроводниковых материалов* (Ред. Н. В. Новиков, В. Бертольди) (Киев: Наук. думка: 1982).
14. Т. Ф. Русак, К. Л. Енишерова, *Электронная техника. Полупроводниковые приборы*, № 3: 3 (1983).
15. М. Г. Мильвидский, В. Г. Фомин, М. М. Хацкевич и др., *Физика и химия обработки материалов*, № 2: 122 (1986).
16. A. W. Stevenson, *Acta Cryst.*, **A49**: 174 (1993).
17. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский и др., *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 4: 521 (2002).
18. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский и др., *Металлофиз. новейшие технол.*, **24**, № 5: 585 (2002).
19. S. M. Hu, *Appl. Phys. Lett.*, **48**: 115 (1986).
20. W. Patrick, E. Hearn, W. Westdorp et al., *J. Appl. Phys.*, **50**, No. 11: 7156 (1979).
21. E. R. Weber, *Appl. Phys. A*, **30**: 1 (1993).
22. F. Shimura, H. Tsuya, and T. Kawamura, *J. Electrochem Soc.*, **128**: 1578 (1981).
23. K. Graff, H. A. Hefner, and W. Hemmerici, *J. Electrochem Soc.*, **135**, No. 4: 952 (1988).
24. B. Shen, T. Sekiguchi, J. Jablonski et al., *J. Appl. Phys.*, **76**, No. 8: 4540 (1994).
25. В. Б. Молодкин, В. В. Немошкаленко, А. И. Низкова и др., *Металлофиз. новейшие технологии*, **22**, № 3: 3 (2000).
26. В. Б. Молодкин, А. И. Низкова, С. И. Олиховский и др., *Металлофиз. новейшие технологии*, **24**, № 8: 1089 (2002).
27. R. I. Fox, *IEEE*, **13**: 367 (1966).
28. H. F. Wenzl, *Z. Naturforsch.*, **26a**, No. 3: 495 (1971).
29. K. D. Weltzin, R. A. Swalin, and T. F. Hutchinson, *Acta Met.*, **13**, 115 (1965).
30. J. R. Carter and R. A. Swalin, *J. Appl. Phys.*, **31**, 1191 (1960).
31. М. А. Кривоглаз, *Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах* (Киев: Наук. думка: 1983).