

УДК 621.315.592

Литовченко П. Г., Литовченко О. П., Павловський Ю. В., Старчик М. І.,
Гроза А. А., Шматко Г. Г., Цмоць В. М., Петренко В. В.

КОРЕЛЯЦІЯ МІЖ ПРОЦЕСАМИ ПРЕЦИПІТАЦІЇ КИСНЮ І ПОВЕДІНКОЮ МАГНІТНОЇ СПРИЙНЯТЛИВОСТІ В ОПРОМІНЕНОМУ НЕЙТРОНАМИ КРЕМНІЮ

Досліджено вплив нейтронного опромінення з наступною термообробкою при 800 °С на преципітацію кисню і на магнітні властивості монокристалічного кремнію. Встановлено, що опромінення швидкими нейтронами зумовлює зменшення концентрації міжвузлового кисню і появу парамагнітної складової магнітної сприйнятливості. У часовому інтервалі ТО 0 - ~ 3 год концентрація кисню зростає до тим більшого значення, чим меншим флюенсом опромінений зразок; утворені парамагнітні центри відпалюються. В інтервалі (-3—180 год) спостерігається зменшення кількості розчиненого кисню внаслідок виходу його із твердого розчину і зростання парамагнітної складової МС. Збільшення дози опромінення зумовлює прискорення процесу преципітації і зростання парамагнетизму.

©ЛитовченкоП. Г., ЛитовченкоО. П., Павловський Ю. В., Старчик М. І., Гроза А. А., Шматко Г. Г., Цмоць В. М., Петренко В. В., 2004

Вступ

Монокристалічний кремній залишається предметом численних досліджень, що зумовлює надзвичайно широке його застосування в мікроелектроніці. Актуальною є проблема підвищення радіаційної стійкості для різноманітних напівпровідникових детекторів ядерних випромінювань, для сонячних батарей космічних апаратів, різної контролюючої електронної апаратури, що експлуатується в умовах радіації. В останні роки підвищився інтерес до досліджень радіаційних ефектів у кремнію у зв'язку з необхідністю створення радіаційно стійких напівпровідникових детекторів, які необхідні для проведення ядерно-фізичних експериментів на багатодетекторних ядерних установках.

Однією з найсуттєвіших технологічних домішок, яка завжди присутня в Si у різних концентраціях, є кисень. При термічних і радіаційних обробках він бере участь у різних домішково-дефектних комплексах, які істотно впливають на властивості матеріалу та характеристики приладів на його основі. Тому дослідження впливу попереднього опромінення на преципітацію кисню і радіаційної стійкості кремнію є актуальними з наукового і практичного поглядів.

У цій праці зроблено спробу дослідити вплив нейтронного опромінення з наступною термообробкою при 800 °C (в інтервалі 0-180 год) на преципітацію кисню і на магнітні властивості монокристалічного кремнію.

Експеримент

Методами ІЧ-спектроскопії і магнітної сприйнятливості (МС) досліджувались монокристали Cz кремнію, вирощеного в напрямку $\langle 100 \rangle$, з концентрацією розчиненого кисню $= 7/8 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ і питомим опором $\sim 10 \text{ Ом} \cdot \text{см}$. Зразки Si опромінювали швидкими нейтронами на реакторі типу ВВР-М за температури не більшої за 70 °C та флюенсами 10^{15} , $5 \cdot 10^{16}$ та 10^{18} н/см^2 .

Зразки виготовлено з однієї і тієї ж пластини кремнію завтовшки 5 мм, яку вирізано перпендикулярно до осі росту зливка. Перед вимірюванням поверхню зразків було піддано механічній обробці порошком М-14 і алмазними пастами 3-5 мкм. Після цього здійснено хімічну поліровку в полірувальному протравлювачі. Останній було виготовлено з кислот HNO_3 , HF , CH_3COOH (концентраціями відповідно 70, 49 та 99,8 %) у масовому співвідношенні 3 : 1 : 1. Після механічної і хімічної поліровки криста-

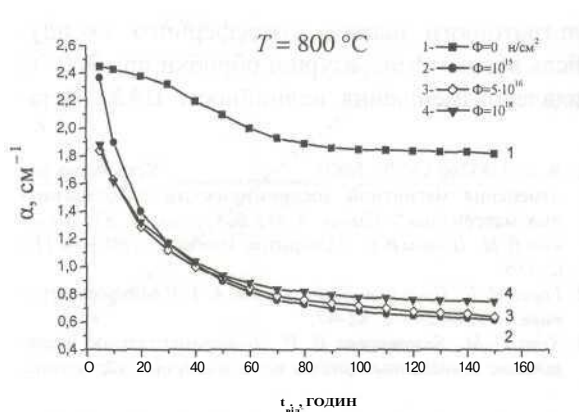


Рис. 1. Залежність диференціального коефіцієнта поглинання α в максимумі смуги 1110 см^{-1} для кремнію, опроміненого різними флюенсами швидких нейтронів, від часу відпалу при 800 °C: Φ , н/см^2 : 1-0; 2- 10^{15} ; 3- $5 \cdot 10^{16}$; 4- 10^{18}

ли промивалися в дистильованій воді. Відпал зразків при температурі 800 °C проводився у трубчастій печі на повітрі; точність регулювання температури відпалу — $\pm 0,5$ °C. Тривалість відпалу становила 0 + 180 год. Концентрація кисню на різних етапах ізотермічного відпалу для кожної із досліджуваних температур контролювалася за коефіцієнтом поглинання α в максимумі смуги 1110 см^{-1} [1, 2] за кімнатної температури.

На рис. 1 наведено кінетичні залежності $\alpha = \alpha(t)$ для досліджуваної температури відпалу зразків. Спостерігалось зменшення величини α з часом термообробки, що свідчить про зменшення кількості розчиненого кисню в зразках унаслідок виходу його із твердого розчину. Видно, що в зразках, які опромінено різними флюенсами швидких нейтронів, коефіцієнт α зменшується з часом відпалу значно швидше ніж у неопроміненому кремнію.

Для кількісного порівняння наведемо значення часу (у год) половинного зменшення ($t_{50\%}$) концентрації розчиненого кисню в кристалах кремнію після нейтронного опромінення та відпалу при 800 °C (Φ , н/см^2).

Час $t_{50\%}$ преципітації кисню

T	$\Phi = 10^{15}$	$\Phi = 5 \cdot 10^{16}$	$\Phi = 10^{18}$
JSOO	16	12	10

Отже, преципітація кисню в опромінені зразки кремнію відбувається за менший час відпалу, ніж в неопромінені. Чим більший флюенс опромінення кремнію, тим менший час термообробки потрібен для преципітації кисню.

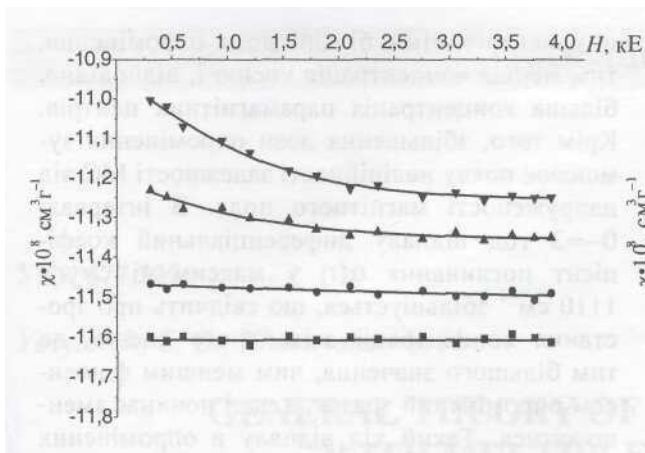


Рис. 2. Залежність МС від напруженості магнітного поля:
 1 - вихідний зразок; 2,3,4 - опромінені відповідно флюенсами, n/cm^2 : 10^5 , $5 \cdot 10^6$, 10^{18}

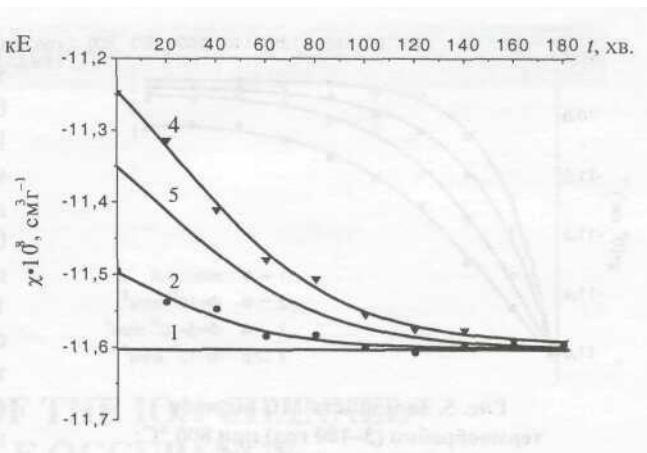


Рис. 3. Залежність МС від часу термообробки (0-3 год) при 800 °С:
 1 - вихідний зразок; 2,3,4- опромінені відповідно флюенсами, n/cm^2 : 10^5 , $5 \cdot 10^6$, 10^{18}

Відомо, що швидкість введення дефектів під час опромінення кремнію швидкими нейтронами реактора становить 10^{-10} дефектів на нейтрон. У цьому разі концентрація точкових дефектів радіаційного походження, що утворюються через розвал простих і складних радіаційних дефектів під час термообробки опроміненого кремнію для використаних флюенсів опромінення ($10^{15} \cdot 10^{18} n/cm^2$) має бути понад $10 / 10^{18} cm^{-3}$. Ці значення порівняно близькі або перевищують концентрацію термічних точкових дефектів, що утворюються під час термообробки кремнію при 800 °С і беруть участь у процесі преципітації кисню [1]. Такий факт дає підставу вважати, що співвідношення концентрації термічних і радіаційних дефектів зумовлює характер кінетики процесу преципітації. До флюенсу опромінення $5 \cdot 10^{16} n/cm^2$ основний вплив на преципітацію кисню спричинюють термічні точкові дефекти. Вплив радіаційних дефектів проявляється тільки в скороченні інкубаційного періоду процесу преципітації [3], тобто в збільшенні кількості місць зародження.

Паралельно, на цих зразках досліджувалась МС залежно від часу обробки. Як видно з рис. 2, з ростом флюенса опромінення зростає парамагнітна складова МС χ і з'являються польові залежності МС від напруженості магнітного поля, Я.

Особливо цікавими виявилися результати, одержані на початковому етапі термообробки. Вже після 3 год відпалу (рис. 3) значення МС опромінених зразків наближаються до значення неопроміненого зразка. Така поведінка повністю узгоджується з процесами, які відбуваються на цьому етапі термообробки в опромінених зразках: відпал радіаційних дефектів типу А-центрів, які в основному, парамагнітні та кон-

центрація яких пропорційна флюенсу. Для наочності рис. 4 ілюструє залежності коефіцієнта поглинання α у максимумі смуги 1110 cm^{-1} кремнію від часу відпалу (t) при 1000 °С: 7,2, 3 для кремнію, опроміненого флюенсами (Φ , n/cm^2) $2,5 \cdot 10^{17}$, $2 \cdot 10^{16}$, $1 \cdot 10^{15}$ відповідно.

Як бачимо з рис. 4, відразу ж після опромінення концентрація міжвузлового кисню зменшується порівняно з вихідним його значенням тим більше, чим вищий флюенс нейтронів. Це явище пов'язане з утворенням під час опромінення вакансійно-кисневих комплексів типу А-центрів, тобто частина міжвузлового кисню зв'язується радіаційними дефектами.

У перші ж години відпалу концентрація кисню зростає до тим більшого значення, чим меншим флюенсом опромінений зразок, потім починає зменшуватися. Такий хід відпалу в опромінених зразках обумовлений накладанням двох кон-

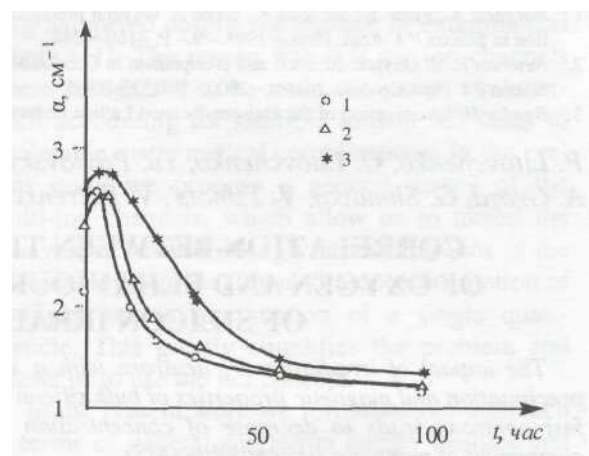


Рис. 4. Залежність коефіцієнта поглинання α у максимумі смуги 1110 cm^{-1} кремнію від часу відпалу (t) при 1000 °С (пояснення у тексті)

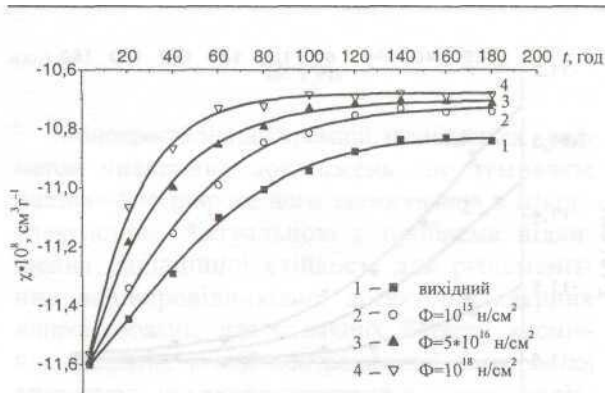


Рис. 5. Залежність МС від часу термообробки (3–180 год) при 800 °С: 1 – вихідний зразок; 2, 3, 4 – опромінені відповідно флюенсами, н/см²: 10^{15} , $5 \cdot 10^{16}$, 10^{18}

куруючих процесів: розвалу Л-центрів під час відпалу, внаслідок чого збільшується концентрація міжвузлового кисню й одночасного початку процесу преципітації і пов'язаного з ним зменшення концентрації міжвузлового кисню. Це пояснює поведінку МС (див. рис. 3) на цьому етапі термообробки. У разі подальшого збільшення тривалості термообробки (3–180 год) поведінка МС (рис. 5) корелює з наведеними вище результатами впливу швидких нейтронів на кінетику зменшення концентрації розчиненого кисню в кремнії (див. рис. 1, 4). Зі збільшенням часу термообробки зростає парамагнітна складова МС, що, очевидно, пов'язане з утворенням кисневмісних преципітатів, які є парамагнітними.

Висновки

Встановлено, що опромінення швидкими нейтронами зумовлює зменшення концентрації міжвузлового кисню й появу парамагніт-

них центрів. Чим більші дози опромінення, тим менша концентрація кисню і, відповідно, більша концентрація парамагнітних центрів. Крім того, збільшення дози опромінення зумовлює появу нелінійності залежності МС від напруженості магнітного поля. В інтервалі 0–3 год відпалу диференціальний коефіцієнт поглинання $\alpha(t)$ у максимумі смуги 1110 см^{-1} збільшується, що свідчить про зростання концентрації звільненого кисню, до тим більшого значення, чим меншим флюенсом опромінений зразок, а далі починає зменшуватися. Такий хід відпалу в опроміненіх зразках обумовлений накладанням двох конкуруючих процесів: розвалу А-центрів під час відпалу, внаслідок чого збільшується концентрація міжвузлового кисню, й одночасного початку процесу преципітації та пов'язаного з ним зменшення концентрації міжвузлового кисню. Вимірювання МС нейтронно-опроміненіх кристалів показало, що в цьому інтервалі часу термообробки (0–3 год) утворені парамагнітні центри відпалюються (значення МС опроміненіх зразків наближається до значення МС неопроміненіх). В інтервалі часу відпалу =3–180 год спостерігається зменшення диференціального коефіцієнта поглинання $\alpha(t)$, що свідчить про зменшення кількості розчиненого кисню в зразках унаслідок виходу його із твердого розчину. В опроміненіх зразках коефіцієнт α зменшується з часом відпалу значно швидше, ніж у неопроміненіх кремнії. На цьому інтервалі часу термообробки зростає парамагнітна складова МС, причому цей процес прискорюється із збільшенням дози опромінення.

1. *Borghesi A., Pivac B., Sassella A., Stella A.* Oxygen precipitation in Silicon // J. Appl. Phys.- 1995.- 9.- P. 4169-4244.
2. *Newman R. C.* Oxygen diffusion and precipitation in Czochralski Silicon // J. Phys. Condens. Matter.- 2000.- P. R335-R365.
3. *Bender H.* Investigation of the Oxygen-Related Lattice Defects

in Czochralski Silicon by Means of Electron Microscopy Techniques // Phys. stat. sol. (a).- 1984.- 86.- P. 245-261.

4. *Варніна В. І., Гроза А. А., Литовченко П. Г.* та ін. Вплив радіаційних дефектів на преципітацію кисню в кремнії при термообробці // Укр. фіз. жура.- 2001.- 46, № 2.- С. 205-210.

P. Litovchenko, O. Litovchenko, Yu. Pavlovsky, M. Starchik, A. Groza, G. Shmatko, V. Tsmots', V. Petrenko

CORRELATION BETWEEN THE PROCESS OF PRECIPITATION OF OXYGEN AND BEHAVIOUR OF MAGNETIC SUSCEPTIBILITY OF SILICON IRRADIATED BY NEUTRONS

The impact of irradiation by neutrons with a subsequent thermal treatment (TT) at 800 °C on oxygen precipitation and magnetic properties of bulk silicon has been researched. It has been found that irradiation by fast neutrons leads to decrease of concentration of interstitial oxygen and to creation of paramagnetic component of magnetic susceptibility (MS).

In the time interval of TT of 0–3 hrs oxygen concentration in the sample increases the more, the less irradiation dose was used; the created paramagnetic centres are annealed. In the time interval of =3–180 hrs a decrease of dissolved oxygen due to its removal from the solid-solution and increase of the paramagnetic MS component are observed. Increase of irradiation dose leads to acceleration of precipitation process and to increase of paramagnetism.