

## АНОМАЛЬНИЙ НИЗЬКОЧАСТОТНИЙ ГІСТЕРЕЗИС ДИНАМІЧНОГО МОДУЛЯ ЗСУВУ В КРЕМНІЇ

Досліджено низькочастотне внутрішнє тертя та динамічний модуль зсуву  $G_{ef}$  у монокристалічному Si в інтервалі 20–200°C. Виявлено температурний гістерезис внутрішнього тертя та ефективного модуля зсуву в неопромінених і серії опромінених зразків. Поява петлі гістерезису пов'язана із взаємодією генетичних мікродефектів з точковими дефектами в кристалі і їх несиметричним розподілом у процесі нагрівання–охолодження зразків. X-променевими дифракційними методами визначено зміну концентрації, розмірів та спектру мікродефектів у кристалах кремнію, опромінених високоенергетичними частками в умовах тривалого природного старіння.

Law frequency internal friction and dynamic shear modulus ( $G_{ef}$ ) in Si monocrystal in region 20–200°C are investigated. The temperature hysteresis of internal friction and effective shear modulus in the start state samples and the group of crystals after irradiation it is revealed. The appearance of the hysteresis loop is caused by the interaction of genetic microdefects with point defects in crystal and its nonsymmetrical distribution in the heating – cooling process of the samples. The change of microdefects' concentration, dimensions and spectrum in the silicon crystals after high-energy particles irradiation under long-term natural ageing are determined by the X-ray methods.

### Вступ

Найбільшою проблемою, яка виникає в процесі використання напівпровідникових пристроїв є зміна їх параметрів із часом та під дією зовнішніх чинників, таких як температура та жорстке опромінення. Процеси, які протікають у напівпровіднику при термообробках та опроміненні, супроводжуються утворенням нових і взаємодією вже існуючих дефектів кристалічної будови, які в основному і впливають на його фотоелектричні властивості. Будь-яка зміна фотоелектричних властивостей зумовлена змінами структури кристала, а особливо змінами дефектно-домішкової структури та розподілу напруг по кристалу в цілому [1-4].

Кремній, вирощений методом Чохральського, має доволі складну систему генетичних (спадкових) дефектів. Відсутність дислокацій, що є ефективними стоками для точкових дефектів (власних і домішкових), приводить до перенасичення ними кристала. Унаслідок цього під час охолодження після вирощування бездислокаційних монокристалів кремнію утворюються різного виду скупчення точкових дефектів. Це смуги росту і преципітати, які виникли в результаті розпаду пересичених твердих розчинів фонових домішок, та мікродефекти різного типу (*A, B, C, D*) [4-6].

Опромінення високоенергетичними частками напівпровідникових кристалів приводить до генерування радіаційних дефектів. Внаслідок різноманітності вторинних процесів, сучасний стан теорії зіткнень не дозволяє на основі лише одних розрахунків зробити висновок про природу і можливі типи радіаційних дефектів [3,4]. Основну роль у вирішенні такої проблеми відіграють експериментальні дослідження.

Процеси дифузії, міграції, а також утворення комплексів точкових дефектів будуть супроводжуватися змінами кривих дифракційного відбивання X-променів [7-9] а також в температурному та амплітудному спектрах поглинання пружної енергії і динамічного модуля зсуву  $G_{ef}$  [10-17].

Мета даної роботи полягала в дослідженні процесів утворення та дифузії точкових дефектів, росту і розпаду мікродефектів у процесі тривалого природного старіння опромінених і неопромінених високоенергетичними частками кристалів кремнію.

### Результати досліджень. ВТ у кремнію

Для контролю і вивчення поведінки дефектів (радіаційних чи звичайних, ростових) у напівпровідниках [10-17] являє інтерес застосування методу внутрішнього тертя (ВТ), який давно й успішно використовується для дослідження мета-

лів [18]. Метод внутрішнього тертя резонансний і володіє високою структурною чутливістю, дозволяючи визначати не тільки тип, але й симетрію дефектів, їх релаксаційні характеристики, концентрацію і термодинамічні параметри. Досліджено низькочастотне ВТ та динамічний модуль зсуву  $G_{ef}$  у монокристалі кремнію. За об'єкт дослідження нами вибрано монокристал кремнію ( $p$ -тип провідності), вирощений методом Чохральського в напрямку [111], що містить горизонтальні та радіальні смуги росту з періодом порядку 150–200 мкм. Концентрація кисню становить, згідно з даними ІЧ-спектроскопії,  $n \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$ , концентрація бору –  $n \sim 10^{16} \text{ см}^{-3}$ . Шайби Si, нарізані перпендикулярно до напрямку росту кристала, розрізали на паралелепіпеди  $1,5 \times 1,5 \times (60-80) \text{ мм}^3$ . Для зняття, порушеного при нарізанні, шару зразки піддавали поліруванню на глибину від 40 до 80 мкм та хімічному травленню. Напрямок прикладеної напруги, орієнтація граней та спосіб закріплення зразків показані на рис 1.

Досліджувалися дві групи зразків, які при кімнатних температурах старіли протягом 9 років, – вихідна та група кристалів після опромінення високоенергетичними електронами з енергією 18 МеВ і потоком частинок  $\Phi_e = 1,8 \cdot 10^{13} \text{ ел/см}^2$  та  $\gamma$ -квантами (доза опромінення складала 1,8 і 3,6 кГрей і  $4 \cdot 10^4$  Рад відповідно).

Дослідження ВТ проводили методом крутильних коливань на частотах  $\sim 2,5 \text{ Гц}$  у вакуумі  $\sim 10^{-3} \text{ Па}$  і середньою швидкістю нагрівання–охолодження 2–5 градусів за хвилину, що відповідає оптимальним швидкостям зміни температури, при яких проявляються ефекти, пов'язані з точковими дефектами в кремнії [11].

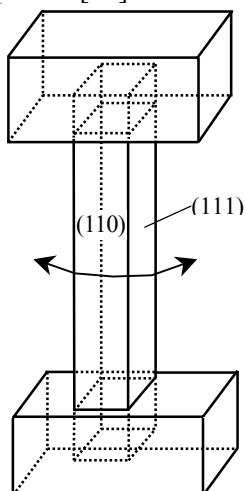


Рис. 1. Орієнтація граней монокристалів кремнію, підготовлених до досліджень методом внутрішнього тертя, та напрямок прикладеної знакозмінної напруги

На рис. 2 наведені результати досліджень поглинання пружної енергії і динамічного модуля зсуву в інтервалі температур 20–200°C. На кривих ТЗВТ неопроміненого кремнію у вихідному стані спостерігається широкий слабодиференційований складний максимум. Оскільки в даному Si практично відсутні лінійні дефекти, то виявлений максимум можна пов'язати лише з точковими дефектами та їх комплексами. Максимум поглинання енергії спостерігається лише при нагріванні. При охолодженні він значно згладжувався, що свідчить про його не суто релаксаційну природу.

Зазвичай у спектрах ВТ максимуми поглинання пружної енергії пов'язані з міграцією точкових дефектів або їх комплексів і виникають тоді, коли симетрія поля напруг навколо точкового дефекту чи комплексу буде нижча за симетрію ґратки. До таких дефектів слід віднести домішки бору, кисню, вуглецю і міжвузольний кремній. Оскільки бор в кристалічній ґратці кремнію може утворювати кілька конфігурацій із симетрією нижчою, ніж кубічна, то кожна з них може привести до появи максимумів на температурній залежності ВТ. Втілений в ґратку Si атом бору утворює розщеплене міжвузля з атомом кремнію – "гантель", яка несиметрична, оскільки в ній атом бору легший атома кремнію [12]. Поглинання пружної енергії зумовлене перескоками атомів бору в еквівалентні положення навколо атома кремнію. Кожен такий процес може супроводжуватися максимумом поглинання з енергіями активації 0,29 та 0,49 еВ. У перерахунку на частоту в 2,5 Гц, отримаємо, що максимуми ВТ, пов'язані з наявністю бору в кремнії, повинні спостерігатися при температурах, нижчих від кімнатної. Отже, максимум у температурному спектрі ВТ на рис. 2 (криві 1,2) не пов'язаний з комплексами, які бор може утворювати у ґратці Si [10].

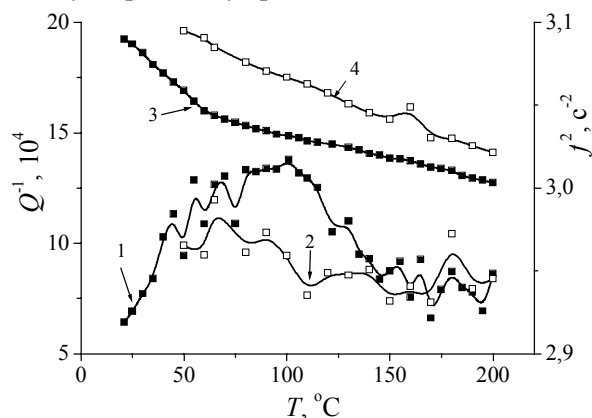


Рис. 2. Температурні залежності ВТ (1,2) і  $f^2 \sim G_{ef}$  (3,4) кремнію (нагрівання (1,3), охолодження (2,4))

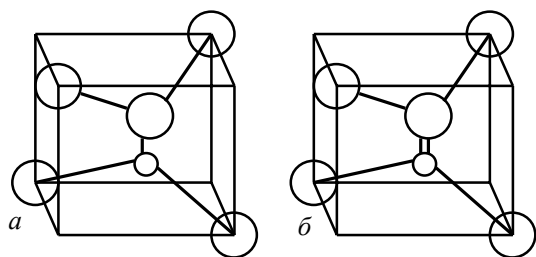


Рис. 3. Конфігурація дефекту, що містить нейтральний атом бору в міжвузлі кремнію (а), або з негативно зарядженим іоном бору, який утворює подвійний зв'язок з атомом кремнію (б)

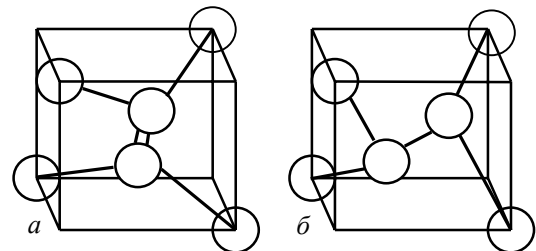


Рис. 4. Конфігурація дефекту: із нейтральним міжвузловим кремнієм із подвійними зв'язками (а); із позитивно зарядженим кремнієм (б)

Втілений атом кремнію в нееквівалентних позиціях із подвійним чи одинарним зв'язком (позитивно заряджений) так само можна розглядати як механічний диполь із нижчою симетрією, ніж симетрія ґратки (рис. 4) [2-5]. Це також може привести до появи піків поглинання пружної енергії з енергіями активації 0,7 і 0,92 еВ. У перерахунку на частоту в 2,5 Гц температурні положення цих максимумів повинні бути відповідно при 13°C та 115°C, що практично збігається з максимальним поглинанням енергії в нашому випадку. Водночас пік, зумовлений переорієнтацією механічного диполя кремнію, – релаксацийний, тобто повинен спостерігатись і при нагріванні, і при охолодженні й супроводжуватись релаксацією пружного модуля.

Поведінка  $G_{ef}$  із температурою на рис. 2 (криві 3,4) також підтверджує цей висновок, оскільки не фіксує наявності релаксацийного процесу. Більше того, при охолодженні модуль проходить значно вище, ніж при нагріванні, що може свідчити про значну структурну неоднорідність наших зразків і їх різну "реакцію" на нагрівання та охолодження. Ефективний (динамічний) модуль зсуву умовно поділяється на "ґраткову" й "деформаційну" складові ( $G_{ef} = G_{гр} + G_{деф}$ ). Гістерезис динамічного модуля пружності може бути зумовлений або зміною  $G_{гр}$  в процесі поліморфного перетворення (чи виділення іншої фази, як відзначалось вище), або зміною його "деформаційної" складової в процесі перебудови дефектної структури. Очевидно, мова йде більше про зміну саме деформацій-

ної складової динамічного модуля, оскільки, як нам відомо, кремній у цьому температурному інтервалі не зазнає класичних температурних поліморфних перетворень [13]. Своєрідним підтвердженням сказаному можуть служити також результати амплітудних залежностей внутрішнього тертя (АЗВТ) кремнію, виміряних при кімнатних температурах і зображених на рис. 5. Розбіжність кривих  $G_{ef}(\gamma)$ , отриманих при збільшенні й зменшенні ступеня деформації  $\gamma$ , свідчить про зростання  $G_{деф}$  кремнію в процесі виміру. Однією з можливих причин такої розбіжності може стати рух дислокаційних сегментів (дислокаційних перегинів) та їх звільнення від атомів домішок у наслідок дифузії.

Аналіз можливої поведінки дислокаційно-домішкової структури під дією зовнішньої періодичної сили й температури показує, що звільнення дислокації (дислокаційних сегментів) від домішкових атомів справді може стати причиною розбіжності  $G_{ef}$  при нагріванні й охолодженні, якщо в процесі виміру домішкова атмосфера не встигатиме повертатися на дислокації. Як показано в роботі [14] на прикладі алюмінію "випаровування-конденсація" домішок із дислокацій приводить до появи "прямого" гістерезису динамічного модуля зсуву: на температурних залежностях  $G_{ef}$  криві нагрівання проходять вище кривих охолодження.

Однак у кремнії, з його високим значенням бар'єра Пайерлса, зрушити дислокацію з місця чи хоча б вигнути дуже важко і це може відбуватися при температурах вище 600°C. Хоча, як показано в роботі [16], для відриву дислокації від точки закріплення не потрібно досягати критичної напруги безактиваційного подолання енергетичного бар'єра і рух дислокаційних перегинів у кремнії стає можливим навіть при кімнатних температурах [17]. Перегини на дислокації є тими місцями,

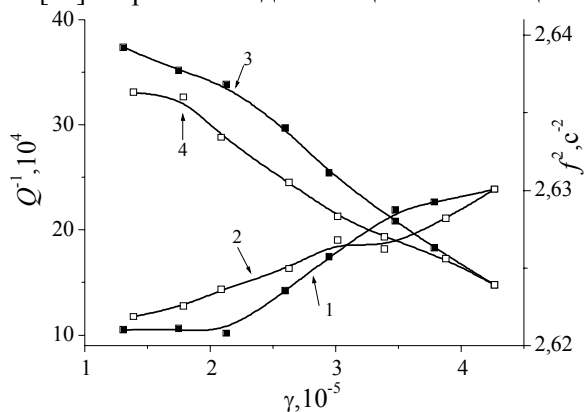


Рис. 5. Амплітудні залежності ВТ (1,2) і  $f^2 \sim G_{ef}$  (3,4) кремнію (при збільшенні амплітуди деформації  $\gamma$  (1,3), при зменшенні  $\gamma$  (2,4))

які найлегше адсорбують або емітують атоми домішки.

Як правило вільні від дислокацій кристали можуть містити велику кількість призматичних дислокаційних петель (свірл-дефектів) [2,4,6], утворених при охолодженні кристалу за рахунок виникнення кластерів із надлишкових міжвузольних атомів. Кластероутворення відбувається гетерогенно на деяких зародках, які включають в себе атоми вуглецю [5].

Досліджувані кристали містять велику кількість призматичних дислокаційних петель (свірл-дефектів). За прийнятою класифікацією це *A*-мікродефекти, які є міжвузольними дислокаційними петлями з вектором Бюргерса  $\vec{b} = 1/2[110]$ , що залягають у площинах  $\{111\}$  і  $\{110\}$ . Їх концентрація за даними *X*-променевої дифрактометрії  $n \sim 10^5 \text{ см}^{-3}$ , а розміри  $R \sim 5\text{--}20 \text{ мкм}$  [9,20]. Зі зростанням температури за рахунок зміни локальних напруг навколо *A*-дефектів та неоднорідного розподілу напруг по кристалу в цілому і під дією зовнішньої знакозмінної напруги точкові дефекти можуть перерозподілятися і рухатись або до дислокаційної петлі, або від неї в залежності від знака термічних напруг та типу дефекту. Можливо при вибраній швидкості охолодження не всі точкові дефекти повертаються на свої місця. Це може стати причиною появи температурного гістерезису ефективного модуля зсуву. Підтвердженням цього є те, що з пониженням швидкості охолодження площа петлі гістерезису зменшується. Водночас гістерезис модуля  $G_{ef}$  можливо зумовлений іншими причинами, наприклад, реакцією преципітатів кисню на прикладені напруги, або ростом преципітатів кисню, або їх розпадом.

Зазначимо, що відпал кремнію при  $450^\circ\text{C}$ , який, як відомо, стимулює розпад пересиченого твердого розчину кисню в кремнії, приглушував температурний гістерезис в інтервалі  $20\text{--}200^\circ\text{C}$ , але не знищував амплітудного: який дещо звужився, але не зникав (рис. 6, криві 1,2). Звуження амплітудного гістерезису можна пояснити виділенням кисневих преципітатів  $\text{SiO}_x$ , поле напруг навколо яких буде блокувати збільшення або зменшення розмірів ("рух") *A*-мікродефектів.

На рис. 7 зображені криві температурної залежності внутрішнього тертя і ефективного модуля зсуву в кремнії після опромінення електронами дозою  $3,6 \text{ кГрей}$  і  $\gamma$ -квантами. Опромінення привело до зникнення максимуму ВТ в області  $100^\circ\text{C}$  і температурного гістерезису модуля пружності. Поведінка  $G_{ef}$  з температурою

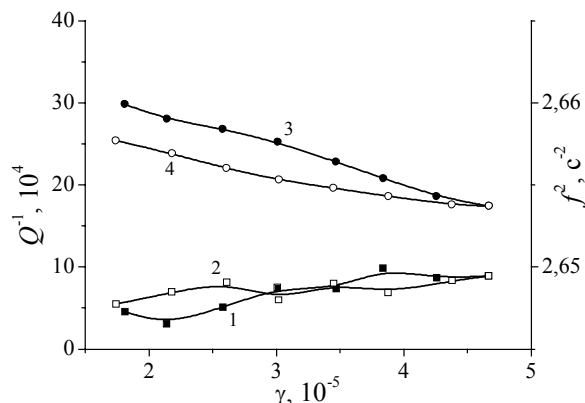


Рис. 6. АЗВТ (1,2) і АЗ  $f^2$ (3,4) Si після витримки при  $450^\circ\text{C}$  упродовж 5 годин (при збільшенні  $\gamma$  (1,3), при зменшенні  $\gamma$  (2,4))

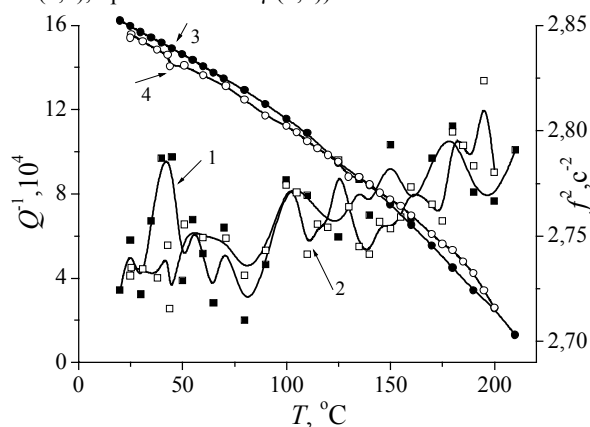


Рис. 7. Температурні залежності ВТ (1,2) і  $f^2 \sim G_{ef}$ (3,4) в Si після опромінення електронами дозою  $3,6 \text{ кГр}$  і  $\gamma$ -квантами. (1,3 – нагрівання; 2,4 – охолодження)

свідчить, що структура зразка стала одноріднішою. Для більшості зразків ВТ стає стабільним.

Напевне в процесі довготривалого старіння кремнію максимум ВТ і гістерезис модуля зсуву в інтервалі  $20\text{--}200^\circ\text{C}$  зумовлений взаємодією мікродефектів з точковими дефектами. Опромінення високоенергетичними частками приводить до появи дрібніших мікродефектів. Розпад пересиченого твердого розчину кисню в кремнії й утворення преципітатів  $\text{SiO}_x$  також значно обмежує ріст таких дефектів – гістерезис модуля пружності в інтервалі  $20\text{--}200^\circ\text{C}$  зникає.

Отже, зауважимо селективну чутливість низькочастотного внутрішнього тертя до змін в системі "генетичні дефекти – точкові дефекти".

#### **X-променеводифракційні дослідження**

Методами *X*-променевої дифрактометрії проведено дослідження релаксаційних процесів у вихідних зразках кремнію та опроміненні високоенергетичними частками. Для *X*-променевоструктурних досліджень використано три серії зразків, кожна з яких складалася з трьох кристалів.

Кристали кожної серії мали майже однакову товщину, й отримані з одного злитку. Два кристали з кожної серії (№1 та №2) опромінено високоенергетичними електронами ( $E \sim 18$  MeV) дозами 1,8, 3,6 та 2,7, 5,4 кГрей відповідно. Кристали серії №3 опромінено гамма-квантами дозою опромінення 0,4 та  $0,8 \cdot 10^{-3}$  кГрей.

Отримання кривих дифракційного відбивання (КДВ) здійснювалося на тривісному дифрактометрі, на перших двох вісях якого встановлено два (333) монохроматори з бездислокаційного кристалу германію, а на третій вісі – досліджуваний зразок кремнію. Взаємодисперсійним розміщенням монохроматорів у комбінації з вертикальними (0,1 мм) і горизонтальними (3 мм) щілинами створювався падаючий пучок  $X$ -променів з характеристиками:  $\Delta\lambda/\lambda \approx 5 \cdot 10^{-7}$  і  $\delta\theta \approx 2''$  [21].

Дослідження поверхневих областей кристалів до і після опромінення здійснювалось за допомогою аналізу товщинних розподілів інтенсивності у випадку дифракції Бреґга  $I_h(x)$  в однокристалній схемі дифракції  $X$ -променів [22-24]. Для визначення об'ємних змін структурної досконалості кристалів застосовано метод  $X$ -променево-акустичного резонансу [8,25,26]. Збудження акустичних коливань здійснювалось на сьомій гармоніці ( $\sim 20$  МГц) датчиком із ніобату літію. Експериментальні дослідження проводилися в автоматизованому режимі за допомогою апаратурно-програмного комплексу, створеного на базі  $X$ -променевої установки ДРОН-3М [27,28].

**Електронне опромінення.** Високоенергетичне електронне опромінення різними дозами приводить до збільшення, а в деяких випадках і до зменшення інтегральної відбивної здатності кристалу  $R_i$ , півширини кривої гойдання  $W$  (рис. 8, таблиця 1) і перерозподілу інтенсивності на товщинних розподілах  $I_h^I(x)$ . Зі зведених у таблицю 1 даних випливає, що релаксаційні процеси, які протікають у контрольних зразках Si під час тривалого природного старіння, не приводять до зменшення напруг. Не однаково зросли відносна деформація для всіх кристалів (від 10 до 50%) і фактор Дебая-Валлера  $L$ . Отже, протікають такі релаксаційні процеси, які стимулюють виникнення додаткових макронапруг і локальних мікронапруг. Тривале старіння опромінених і неопромінених зразків при кімнатній температурі привело, в основному, до росту концентрації та розмірів мікрodefektів. Напевне причина цього в тому, що відбувається низькотемпературна преципітація кисню в  $\text{SiO}_x$  з пересиченого твердого розчину, якій сприяють вторинні радіаційні дефекти.

Деякі зразки кремнію (№1б, №2б), опромінені подвійними дозами високоенергетичних електронів, стають більш однорідними. Про це свідчить зменшення для них значень півширини кривої гойдання, статистичного фактора Дебая-Валлера та ріст їх відбивної здатності. Водночас для зразків №1а і №2а ці параметри збільшилися, що вказує на зростання ступеню дефектності їх структури, у порівнянні з контрольними зразками.

Незначне покращення структурної однорідності для зразків №1б і №2б імовірно можна пов'язати з тим, що для них переважають довгоперіодні спотворення структури, ефективна довжина деформацій  $l^*$  яких значно перевищує довжину екстинкції  $\Lambda$ .

Для групи зразків №2 навпаки переважаючий вплив мають локальні деформаційні поля мікрodefektів, з характерними розмірами  $l^*$  меншими за  $\Lambda$ . Одночасно концентрація мікрodefektів у процесі старіння зростає (таблиця 1). Це підтверджують характерні розподіли інтенсивності на кривих дифракційного відбивання (рис. 8) і товщинні розподіли інтенсивності  $I_h^A(x)$  для акустично збуджених кристалів при виконанні умови  $X$ -променевоакустичного резонансу. Варто вказати на значний приріст інтенсивності периферійної частини профілів  $I_h^A(x)$  для всіх опромінених зразків відносно неопромінених зразків у процесі природного старіння і характерний асиметричний вигляд профілів для зразків обох груп (№1 і №2).

На розподілах інтенсивності  $I_h^A(x)$ , отриманих методом  $X$ -променевоакустичного резонансу, спостерігається істотний приріст інтенсивності в центральній частині профілю за рахунок периферії, що підсилюється зі збільшенням дози електронів майже вдвічі. При цьому спостерігається розмиття характерних провалів інтенсивності  $I_h^A(x)$ . Це свідчить, що опромінення кремнію високоенергетичними електронами приводить, напевне, до збільшення розмірів дислокаційних петель, або мікрodefektів  $A$ -типу чи кластерів, що створюють у кристалах ефективні деформаційні поля за розмірами більшими, ніж  $\Lambda$  [8,26].

Зазначимо, що значні внутрішні напруги в зістарених зразках кремнію, визначені методами  $X$ -променевоакустичного резонансу, низькочастотного внутрішнього тертя, а також мікротвердості,  $\epsilon$ , напевне, результатом розпаду пересиченого твердого розчину кисню в кремнії при кімнатній температурі.

Таблиця 1. Експериментальні значення структурних параметрів кристалів Si в процесі природного старіння\*.

Зразок	Товщина, мм	Вид і доза опромінення	Тривалість старіння, роки	$\mu_d, \text{см}^{-1}$	$L \cdot 10^2$	$R, \text{мкм}$	$n, 10^6 \text{см}^{-3}$
1	4,275	контрольний	0,5	5,9	3,6	4	7,1
			5	2,	0,66	8	1,2
			9	3,1	4,9	10	1,8
1a	4,235	електрони, 1,8 кГрей	0,5	4,6	1,32	10	0,74
			5	1,3	0,8	11	0,47
			9	1,8	2,5	11	1,1
1б	4,277	електрони, 3,6 кГрей	0,5	2,1	0,08	14	0,01
			5	1,5	0,8	6	0,16
			9	1,7	0,9	7	0,21
2	10,423	контрольний	0,5	1,6	0,04	8	2,8
			5	2	0,13	9	0,69
			9	1,8	0,49	10	0,75
2a	10,511	електрони, 2,7 кГрей	0,5	1,8	0,03	6	1,2
			5	2,5	0,15	8	0,94
			9	3,5	0,39	7	1,8
2б	10,451	електрони, 5,4 кГрей	0,5	5,2	1,8	20	0,003
			5	1,4	0,66	29	0,0035
			9	1,7	0,35	18	0,04
3	6,486	контрольний	0,5	1,3	0,02	8	2,8
			5	2,3	0,8	20	0,013
			9	2,4	1,1	17	0,081
3a	6,477	гамма-кванти, $4 \cdot 10^{-3}$ кГрей	0,5	1,7	0,5	25	0,5
			5	2,3	0,8	20	0,013
			9	2,4	1,7	16	0,93
3б	6,434	гамма-кванти, $8 \cdot 10^{-3}$ кГрей	0,5	3,6	0,15	29	0,005
			5	1,4	0,73	21	0,0073
			9	1,7	0,97	18	0,054

\* Значення структурних параметрів усереднені за даними X-променевоакустичного резонансу, товщинних профілів інтенсивності та кривих дифракційного відбивання

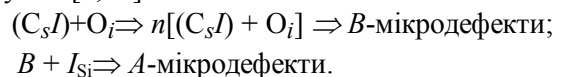
Отже, тривале природне старіння Cz-Si стимулює збільшення дефектності монокристалічного кремнію. Можливо, саме через ці напруги, профілі кривих КДВ зістарених контрольних зразків мають характерний асиметричний вигляд. Водночас, незважаючи на деяке розходження профілів КДВ для контрольних зразків першої та другої груп у вихідному стані, після природного старіння вони практично збігаються – процеси старіння руйнують вихідну неоднорідність дефектної структури різних зразків кремнію.

**Опромінення гамма-квантами.** Опромінення різними дозами  $\gamma$ -квантів також не однозначно впливає на розподіли інтенсивності на КДВ, товщинні розподіли  $I_h^I(x)$  та X-променевоакустичні розподіли  $I_h^A(x)$ . Опромінення  $\gamma$ -квантами дозою в  $0,4 \cdot 10^{-3}$  кГрей приводить до зростання інтенсивності в центральній частині профілю за рахунок периферії і майже до повного розмиття характерних провалів інтенсивності, як і у випадку опромінення електронами. Водночас збільшення дози  $\gamma$ -квантів вдвічі привело до появи асиметрії в розподілі інтенсивності  $I_h^A(x)$  і збільшення

глибини характерних провалів. Це дозволяє вважати, що в цьому випадку значно збільшилася концентрація мікрodefектів, розміри яких значно менші за екстинкційну довжину ( $l^* \ll \Lambda$ ).

Отже, аналіз температурних спектрів ВТ у комплексі з даними X-променевої дифрактометрії опромінених високоенергетичними частками кристалів кремнію дозволяє зробити деякі припущення щодо можливих механізмів і динаміки структурних змін у кристалах кремнію в процесі довготривалого природного старіння. Оскільки для Cz-Si основними є мікрodefекти B-типу, то під дією високоенергетичного опромінення ці мікрodefекти можуть трансформуватися в A-тип, розміри яких  $\geq 10 \text{мкм}$ .

При цьому схема можливої трансформації наступна [5,16]:



Окрім цього, можна також припустити існування ще одного типу дефектів – вакансійних комплексів (VV-комплекси), оскільки в механічних спектрах опроміненого кремнію, на відміну від контрольних зразків першої групи, при дина-

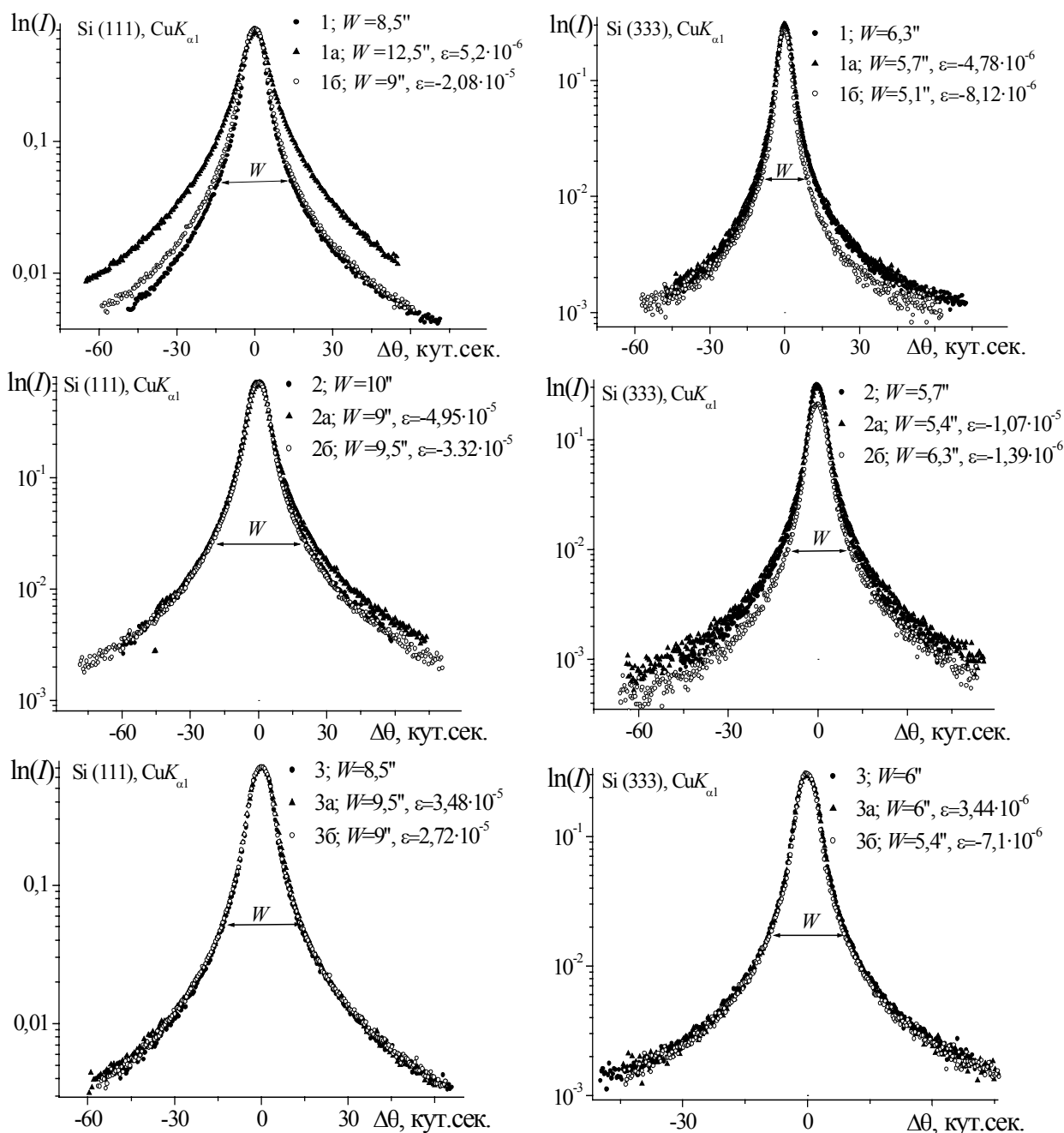


Рис. 8. Криві дифракційного відбивання кристалів Si. Відбивання (111) та (333)  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -випромінювання. На вставках приведені значення півширин КДВ  $W$  та усереднені відносні значення деформацій  $\varepsilon$  для різних груп зразків

мічному термоциклованні з'являються і підсилюються максимуми в області 180–220°C. Такі дефекти характерні саме для  $IV$ -скупчень у площинах (111) кремнію.

### Висновки

1. Виявлено селективну чутливість низькочастотного внутрішнього тертя до змін у системі "генетичні дефекти – точкові дефекти".

2. Поява петлі гістерезису ВТ і гістерезис модуля зсуву в інтервалі 20–200°C пов'язана зі взаємодією генетичних мікродефектів із точковими

дефектами в кристалі і їх несиметричним розподілом у процесі нагрівання–охолодження зразків.

3. Опромінення високоенергетичними частинками блокує "рух" цих мікродефектів. Розпад пересиченого твердого розчину кисню в кремнії й утворення преципітатів  $\text{SiO}_x$  також значно обмежує "рух" цих дефектів – гістерезис модуля пружності в інтервалі 20–200°C зникає.

4. В процесі витримки при кімнатній температурі протягом дев'яти років зразки, опромінені високоенергетичними електронами ( $E \sim 18$  МеВ)

дозами 3,6 та 5,4 кГрей, стали більш однорідними за структурою, ніж опромінені дозами 1,8 і 2,7 кГрей.

5. Збільшення енергії опромінення приводить до ефективного зменшення структурної неоднорідності за об'ємом зразків та росту (до 50%) концентрації дрібних за розмірами мікрodefектів В-типу (преципітатів  $\text{SiO}_x$ ) внаслідок релаксації пружних макродеформаційних полів.

#### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Мильвидский М.Г. Полупроводниковые материалы в современной электротехнике. – М.: Наука, 1986.
2. Рейви К. Дефекты и примеси в полупроводниковом кремнии. – М.: Мир, 1984.
3. Вавилов В.С. Действие излучений на полупроводники. – М.: Мир, 1988.
4. Вавилов В.С., Киселев В.Ф., Мукашев Б.Н. Дефекты в кремнии и на его поверхности. – М.: Наука, 1990.
5. Бабич В.М., Блецкан Н.И., Венгер Е.Ф. Кисень у монокристаллах кремнію. – Київ: Інтерпрес ЛТД, 1997.
6. Таланін І.Є. Механізм утворення і властивості ростових мікрodefектів у бездислокаційних монокристаллах кремнію: Дис. ... док. физ.-мат. наук. – Чернівці, 2005.
7. Даценко Л.И., Молодкин В.Б., Осинковский М.Е. Динамическое рассеяние рентгеновских лучей реальными кристаллами. – Киев: Наук. думка, 1988.
8. Мачулин В.Ф., Хрупа В.И. Рентгеновская диагностика структурного совершенства слабоискаженных кристаллов. – Киев, Наук. думка, 1995.
9. Раранский Н.Д., Фодчук И.М., Гимчинский А.Г., и др. Рентгенодифракционные исследования структурных изменений в монокристаллах Si, облученных высокоэнергетическими электронами // Неорганические материалы. – 1997. – **33**, №2. – С.33-39.
10. Александров Л.Н., Зотов М.И. Внутреннее трение и дефекты в полупроводниках. – Новосибирск: Наука, 1972.
11. Кулиш Н.П., Максимюк П.А., Мельникова Н.А., Онанко А.П., Струтинський А.М. Влияние рентгеновского облучения на внутреннее трение в кремнии // ФТТ. – 1998. – **40**, №7. – С.1257-1258.
12. Tan S.I. et al. // Ion implantation in semiconductors, other mater. – New-York: Plenum Press, 1973. – P.19.
13. Левитан С.Ф., Приходько А.В., Соколов Ю.В. Низкотемпературное образование фазы Si IV при индентировании поверхности кремния // УФЖ. – 1990. – **35**, №10. – С.1537-1541.
14. Oleynich-Lysyuk A.V., Gutsulyak B.I. Oscillation character of the internal friction time dependencies in non equilibrium systems // In Proc. of XXI International Confer. "Relaxation Phenomena in Solids" (RPS-21), 2-7 October 2004. – Voronezh, Russia, 2004.
15. Гуцуляк Б.И., Олейнич-Лисюк А.В., Фодчук И.М. О природе температурного гистерезиса эффективного модуля сдвига в монокристаллическом кремнии // ФТП. – 2005. – **39**, вып.7, С.769-771.
16. Чернов В.М., Инденбом В.Л. Преодоление дислокацией упругого поля точечных дефектов как механизм внутреннего трения / Внутреннее трение в металлических материалах. – М., Наука, 1970. – С.26-32.
17. Антипов С.А., Баранов И.Л., Дрожжин А.И., Мишин И.В., Рошупкин А.М. О механизме низкотемпературных пиков внутреннего трения в нитевидных кристаллах Si // ФТТ. – 1989. – **31**, вып.9. – С.163-169.
18. Гуцуляк Т.Г., Гимчинський О.Г., Маслюк В.Т., Олійнич-Лисюк А.В., Фодчук І.М. Структурні зміни в кристалах кремнію після високоенергетичного електронного і гамма-опромінення // Науковий вісник ЧНУ. Вип.157: Фізика. Електроніка. – Чернівці: ЧНУ, 2003. – С.153-156.
19. Постников В.С. Внутреннее трение в металлах. – М.: Металлургия, 1974.
20. Figielski T. Дислокации в полупроводниковых материалах и приборах // Akta Physica Hungarica. – 1984. – **56**, №1-4. – P.119-130.
21. Молодкин В.Б., Олиховский С.И., Кисловский Е.Н., и др. Интерпретация кривых отражения монокристаллов с микродефектами в случае динамической дифракции рентгеновских лучей по Брэггу // Металлофизика и новейшие технологии. – 1997. – **19**, №12. – С.25-34.
22. Барьяхтар В.Г., Гуреев А.Н., Кочелаб В.В., Молодкин В.Б. и др. Полное интегральное Брэгг-отражение рентгеновских лучей и определение структурного совершенства реальных монокристаллов // Металлофизика. – 1989. – **11**, №3. – С.73-78.
23. Молодкин В.Б., Низкова А.И., Рудницкая И.И., Первак Е.В. и др. Диагностика наноразмерных микродефектов в упруго изогнутом монокристалле методом полной интегральной отражательной способности (ПИОС) // Металлофизика и новейшие технологии. – 2003. – **25**, №11. – С.1439-1450.
24. Бригинец А.В., Красуля С.М., Хрупа В.И. Влияние структурных искажений на интенсивность брэгговских рентгенодифракционных рефлексов разных порядков // Кристаллография. – 1994. – **39**, №2. – С.71-77.
25. Энтин И.Р. О динамической дифракции рентгеновских лучей на кристаллах с периодическим полем смещений // ЖЭТФ. – 1979. – **77**, №1. – С.214-222.
26. Хрупа В.И., Энтин И.Р. Выделение диффузной компоненты рентгеновских лучей, основанное на анализе пространственной структуры отраженного пучка // Металлофизика. – 1992. – **14**, №5. – С.72-76.
27. Gimchinsky O.G., Gutsulyak T.G., Olijnich-Lysyuk A.V., Raransky N.D., Fodchuk I.M. Evolution of defective structure of the irradiated silicon during natural ageing // Semiconductor physics, quantum electronics and optoelectronics. – 2003. – **6**, No.3-4. – P.43-49.
28. Gimchinsky O.G., Gutsulyak B.I., Oleynich-Lysyuk A.V., Raransky M.D., Swiatek Z. Structural changes of silicon crystals after high energy electron irradiation // Proc. SPIE. Bellingham. – 2004. – **5477**. – P.215-221.