

УДК 537.534.8

**«ВЛИЯНИЕ ТЕРМОТЖИГА НА СОСТОЯНИЕ ИОННО-ИМПЛАНТИРОВАННЫХ АТОМОВ Fe В Si»**

**Эгамбердиев Б Э**

*Ташкентский Государственный технический университет, Ташкент,  
Узбекистан E-mail: bahrom\_prof@mail.ru*

**Исроилов Ф М**

*Джиззакский Государственный политехнический институт, Ташкент,  
Узбекистан E-mail: isroilov.Faxriddin@bk.ru*

**Аннотация:** *В данной работе приведены результаты исследований изучения профилей распределения имплантированных атомов железа в кремний в зависимости от дозы облучения и температуры отжига методом РОР. Полученные результаты подтверждают аналогичные данные, полученные ВИМС. Изучено влияние термоотжига на распределение железа и других примесей, в частности, кислорода. Приведена возможность использования метода РОР для анализа концентрационного распределения легированных примесей и взаимодействия примесей между собой.*

**Ключевые слова:** *примеси, профили, влияния, термический отжиг, глубина, концентрационное распределение, доза облучения, температуры активации, ионная имплантация*

**INFLUENCE OF THERMAL ANNEALING ON THE STATE OF ION-IMPLANTED Fe ATOMS IN Si**

**Egamberdiev B E**

*Tashkent State Technical University, Tashkent, Uzbekistan E-mail:  
bahrom\_prof@mail.ru*

**Isroilov F M**

*Jizzakh State Politechnical Institute, Tashkent, Uzbekistan E-mail:  
isroilov.Faxriddin@bk.ru*

**Abstract:** *The paper reports the results of studies of distribution profiles of implanted atoms of iron in silicon as a function of radiation dose and annealing temperature by the Rutherford backscattering spectroscopy (RBS) method. The results confirm the similar data obtained by SIMS. The effect of thermal annealing on the distribution of iron and other impurities, in particular, oxygen, was studied. The possibility of using the RBS method to analyze the concentration distribution of doped impurities and the interaction of impurities with each other is given.*

**Keywords:** *impurities, profiles, influences, thermal annealing, depth, concentration distribution, radiation dose, activation temperatures, ion implantation.*

## ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время ионная имплантация – ключевой этап в технологии создания интегральных микросхем и многих других полупроводниковых устройств и приборов. В узком понимании ионная имплантация – технологический прием внедрения ускоренных ионов в твердую мишень с целью ее легирования. В широком смысле этот термин означает научно-техническое направление, находящееся на стыке физики твердого тела, радиационной физики, неравновесной термодинамики, физической химии, математической статистики, использующее достижения вакуумной техники и техники высоких напряжений, целью которого является управление свойствами материалов с помощью ионных пучков; здесь внедрение ионов – эпизод в длинной цепочке процессов, происходящих в твердом теле как непосредственно при имплантации, так и при его послед релаксации.

Наибольшие успехи ионной имплантации были достигнуты в области планарной технологии полупроводниковых приборов и интегральных схем. Именно с ионной имплантацией в значительной степени связано бурное развитие микроэлектроники в последние десятилетия.

Имплантация кремния ионами кобальта, никеля и железа используется для создания магнитных нанокластеров и силицидов металлов [1–4]. Композиционные материалы на основе магнитных нанокластеров находят применение при разработке новых элементов хранения информации [5]. Силициды металлов используются также в качестве материалов для контактов и межсоединений элементов интегральных микросхем.

Наряду с имплантацией ионов металлов, которая приводит к созданию силицидов металлов, проводится и имплантация малыми флюенсами ионов с целью изучения процессов, происходящих при ранней стадии мезотаксии. При этом из-за того, что процессы коалесценции атомных дефектов и перколяции спинов еще не происходят [1], становится возможным исследование структурных изменений в кремнии, например, таких как формирование преципитатов  $\text{CoSi}_2$  и отжиг радиационных дефектов.

Как известно в кремний, легированный элементами переходных групп, в частности железа, наблюдаются ряд физических явлений, представляющих научный и практический интерес [5-6].

Ионная имплантация в зависимости от дозы и энергии облучения приводит к существенному изменению состава, структур и свойств полупроводниковых материалов. В этом отношении монокристаллы кремния, легированные ионами железа с энергией  $E=20\div 40$  кэВ, представляют особый интерес, так как при низких дозах облучения ( $D < 10^{15}$  см<sup>2</sup>) большой концентраций, которые невозможно

получать методом термодиффузии; при высоких дозах ионов образуются силициды металлов новыми физическими свойствами. Однако, такие силициды в настоящее время получают методами МЛЭ и ТФЭ. Получение скрытых проводящих плёнок силицидов железа методом ионной имплантации и исследования их физико-химических, электрофизических свойств пока ещё находятся в стадии развития. Кроме того, изучение структуры изменений в очень тонких слоях поверхности связано с определёнными трудностями. Во-первых, использования рентгеновских лучей требует очень сложных методических процедур. Так как рентгеновские лучи проникают очень глубоко в кристалл, для получения достоверных результатов с интересующей нас глубины, необходима нанести на поверхность образца некоторой слой плёнки известного и чистого элемента.

С другой стороны, очень трудно аналитически выделить рентгеновские рефлексы, связанные именно с интересующей нас глубиной. Поэтому не вдаваясь в подробности вида структуры и её параметры, для определения структурных изменений мы воспользовались обычным растровым электронным микроскопом РЭМ-200.

Целью настоящих исследований является изучение профилей распределения имплантированных атомов железа в кремнии в зависимости от дозы облучения и температуры отжига.

#### Методика эксперимента

В данной работе приводится ряд новых оригинальных результатов по исследованию свойств влияние отжига на кристаллическую структуру поверхности кремния, легированного ионами железа. Выбор в качестве компенсирующей примеси железа обусловлен тем, что в широкой области температур, состояние атомов примеси в решётке кремния достаточно стабильно (100-450°C) и соответственно параметры кремния легированного им. Технология легирования кремния железа с заданными параметрами разработана и освоена нами практически на промышленном уровне и не требует дополнительных операций (механических, химических и т. д.), после диффузионного легирования. Можно легировать железа кремнёвые пластины достаточно большой площади, более 100 см<sup>2</sup>, что очень важно для промышленного и серийного выпуска преобразователей температуры с воспроизводимыми параметрами.

Были проведены экспериментальные исследования концентрационных профилей распределения атомов железа, имплантированных в кремний с энергией  $E_0 = 40$  кэВ с вариацией дозы облучения в интервале  $10^{15} \div 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>. В качестве исходного материала использован кремний марки КДБ с удельным сопротивлением  $\rho = 10$  Ом·см, исследования проводились использованием методов вторичной ионной масс-спектрометрии, обратного резерфордского рассеяния и электронной Оже-микроскопии.

В качестве объектов исследований использовались слитки монокристаллического кремния п и р – типов, легированного бором или фосфором соответственно, с концентрацией от  $10^{13}$  до  $10^{18}$  см<sup>-3</sup>, выращенным методом Чохральского и бестигельной зонной плавки. В качестве примесей были выбраны элементы переходной группы железа. Выбор этих примесей диктовался тем, что, с одной стороны, их поведение и свойства кремния, легированного этими примесями, оставалось мало изученными, а с другой стороны, возможностями выявления новых особенностей, связанных с наличием у этих примесей незаполненной 3d-оболочки. Применялся метод ионной имплантации. Имплантацию ионов железа, в кремний осуществляли на установке ИЛУ-3 при энергии ионов 40 кэВ вдоль кристаллографической оси (111). Профиль распределения железа, в кремнии измеряли на вторично-ионной масс-спектрометрической установке LAS-2200 фирмы “Riber” и на установке, описанной в [7]. Удельное сопротивление образцов измеряли четыре зондовым методом.

На рис.1 представлены аналитическая камера. В состав комплекса входят три ростовые камеры (1, 2 и 3). В камере 1 осуществлялся эпитаксиальный рост кремния, силицида кобальта  $\text{CoSi}_2$  и фторида кальция  $\text{CaF}_2$ . Другая камера была оборудована тремя источниками молекулярных пучков: двумя электронно-лучевыми испарителями 2 и 3, служащими источниками кремния и железа соответственно, и эффузивного источника для осаждения  $\text{CaF}_2$  4. Образец 5, укрепленный на молибденовом держателе, помещали внутри камеры на манипуляторе 6. Манипулятор был оборудован нагревателем 7 и термпарой 8, позволяющими регулировать температуру образца в диапазоне температур от комнатной до  $1000^\circ\text{C}$  с точностью  $\pm 0.5^\circ\text{C}$ . Для обеспечения равномерного нагрева образца и равномерного осаждения испаряемых материалов было предусмотрено вращение держателя с образцом при помощи электромотора.

Ростовая камера была оборудована дифрактометром быстрых электронов на отражение, позволяющим анализировать структуру поверхности кристалла непосредственно в процессе роста. Дифрактометр включал в себя электронную пушку 9 и люминесцентный экран 10.

Для контроля состава атмосферы остаточных газов использовали квадрупольный газоанализатор 11. В аналитической камере 3 исследовали выращенные эпитаксиальные структуры методами оже-электронной спектроскопии, вторично-ионной масс-спектрометрии. Вакуум в системе поддерживался на уровне  $5 \times 10^{-9}$  Па.

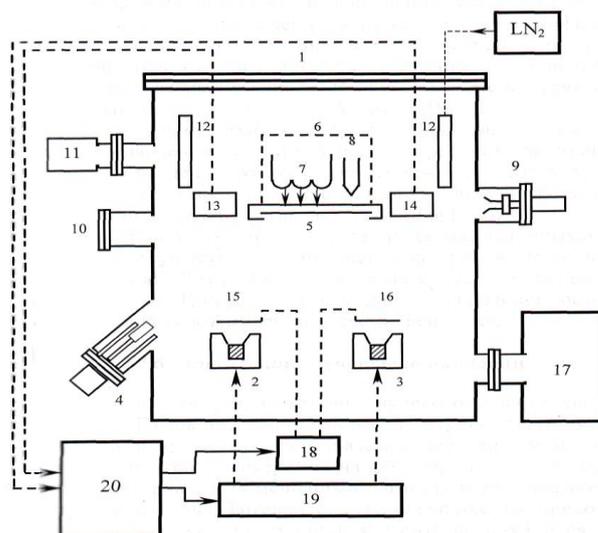


Рис.1. Аналитическая камера роста: 1, 2, 3 –электронно – лучевые испарители; 4-эффузионный источник; 5-образец; 6-манупулятор; 7-нагреватель; 8-термопара; 9-электронная пушка дифрактометра быстрых электронов; 10-люминесцентный экран; 11-квадрупольный газоанализатор; 12-криопанель; 13,14-кварцевые датчики скорости осаждения; 15,16-заслонки; 17-ионный насос; 18-управление заслонками с термоприводом; 19-источники питания электронно – лучевых испарителей; 20-ЭВМ

#### Результаты и их обсуждение

На рис.2 представлены спектры обратного рассеяния ионов  $\text{He}^+$  от монокристалла  $\text{Si}(111)$ , имплантированного ионами  $\text{Fe}^+$  с дозой от  $10^{15}$  до  $10^{17}$  ион/  $\text{cm}^2$ .

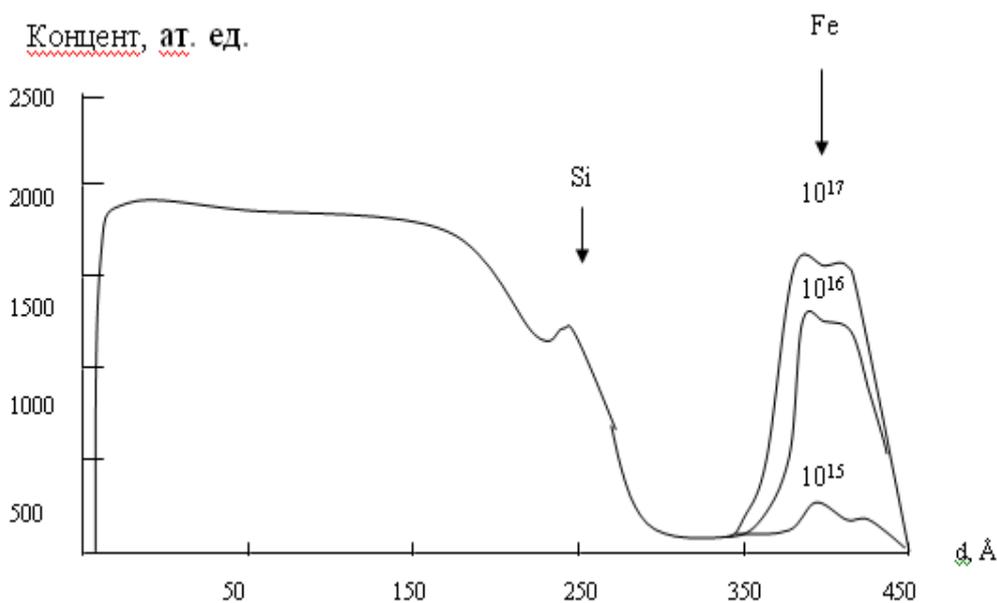


Рис.2. Спектры POP ионов  $\text{He}^+$  на монокристалле  $\text{Si}$ , легированного ионами  $\text{Fe}$  с энергией 40 кэВ и дозами облучения  $10^{15}$ - $10^{17}$  ион/ $\text{cm}^2$ .

Из рисунка видно, что на спектре пик, характерный для Fe, начинает появляться при дозе  $D \approx 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>. Одновременно изучались кристаллическая структура поверхности и электрофизические свойства ионно-легированных слоёв.

Результаты проведенных экспериментов показали, что при  $D \leq 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> пока ещё не происходит заметное разупорядочение приповерхностных слоёв, а концентрация электроактивных атомов Fe не превышает  $\sim 5 \cdot 10^{13}$  см<sup>-3</sup>. Увеличение дозы до  $5 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup> практически не приводит к увеличению концентрации электроактивных атомов Fe. При этом приповерхностная область частично разупорядочивается, а пик обратного рассеяния от Fe становится более чётким и интенсивным. При дозе облучения  $D \approx 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup> происходит аморфизация приповерхностного слоя и существенный рост пика Fe, а на отдельных участках ионно легированного слоя начинают появляться кластерные фазы Fe+Si. Эти изменения происходили до дозы  $(8 \div 10) \cdot 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>. Дальнейшее увеличение дозы не приводит к заметному изменению относительной интенсивности пиков Si и Fe. Поэтому дозу  $D \approx 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> можно принимать как дозу насыщения.

В указанном выше случае наибольшее значение концентрации электроактивных атомов достигала до  $5 \cdot 10^{14}$  см<sup>-3</sup>. Представляет интерес характер распределения атомов металлов по глубине в Si в зависимости от дозы облучения. При средних дозах облучения ( $D \approx 10^{15} \div 10^{16}$  см<sup>-2</sup>) профиль распределения имеет очень сложную форму с несколькими максимумами. В качестве примера на рис.3 приведена зависимость концентрации Fe и Si по глубине для дозы ионов  $D \approx 10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>.

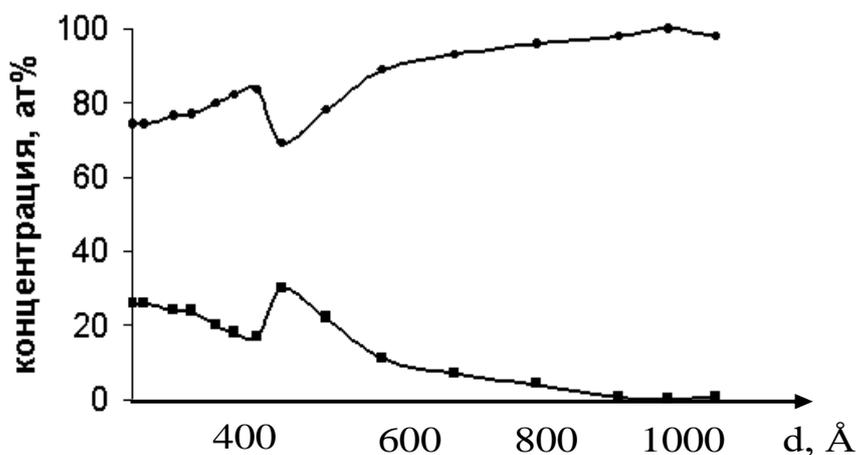


Рис.3. Профили распределения Fe в Si с энергией 40 кэВ и дозой  $10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>

Из рис.3 видно, что концентрации Fe на поверхности в области первого максимума ( $d \approx 100$  Å) достигает до  $25 \div 30$  ат. %.

Основная часть имплантированных атомов располагаются в приповерхностной области до глубины  $d \approx 300$  Å. При  $d \geq 400$  Å с ростом  $d$  концентрация железа резко уменьшается, а при глубине  $800 \div 850$  Å ее значение не превышает  $1 \div 2$  ат. %. При высоких дозах облучения ( $D > 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>) вместо нескольких максимумов появляется один максимум, и концентрация железа на

поверхности резко уменьшается. Последняя объясняется увеличением скорости распыления поверхностных атомов. При  $D \approx 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup> распределение Fe имеет гауссовскую форму, максимум формируется в при поверхностных слоях  $d \approx 400 \div 450 \text{ \AA}$ . Содержание железа в максимуме равно  $\sim 30 \div 35$  ат.%. Дальнейшее увеличение дозы ионов приводит к смещению максимума в сторону поверхности и его уширению. Это связано как с интенсивным распылением поверхностных слоев, так и с увеличением плотности приповерхностных слоёв вследствие образования силицидов металла. При этом концентрация железа в области широкого максимума составляла  $35 \div 40$  ат. %. В этих слоях преимущественно образовывались соединения типа  $\text{FeSi}_2$  [8-10]. На рис.4 приведена зависимость  $C_{\text{Fe}}(d)$ , олученная после прогрева при разных температурах Si(111), легированного ионами  $\text{Fe}^+$  с  $D=10^{16}$  ион/см<sup>2</sup>.

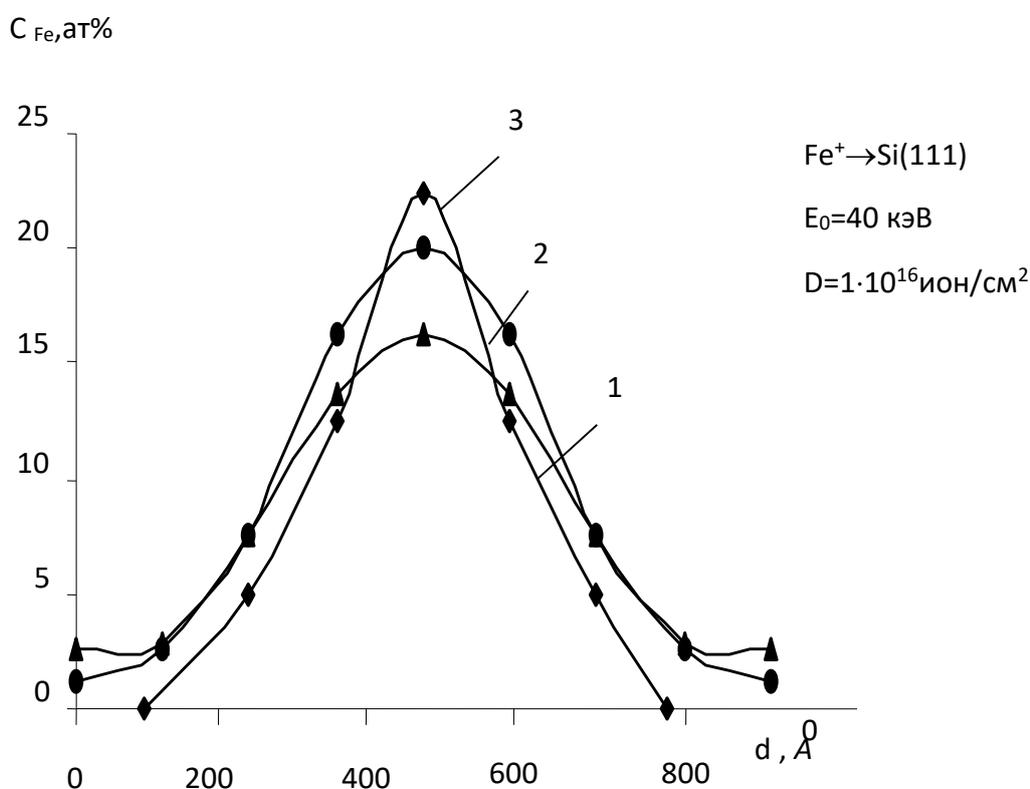


Рис.4. Профили распределения электроактивных атомов Fe в Si с дозой имплантации  $1 \cdot 10^{16}$  ион/ см<sup>2</sup>: 1-комнатная температура; 2-T=800°C; 3-T=1000°C

Видно, что после отжига при  $T=800^\circ\text{C}$  концентрация электроактивных атомов железа в области максимума увеличивается в 1,3 раза. Увеличение температуры до  $1000^\circ\text{C}$ . приводило к увеличению концентрации железа в максимуме до 20 ат%. В случае кремния легированного с  $D=10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>, после прогрева зависимость  $C_{\text{Fe}}(d)$  приобретает П-образную форму. При  $T=1000^\circ\text{C}$  в этих слоях образуются соединения  $\text{FeSi}_2$  со строгой стехиометрией, имеющих монокристаллическую структуру. Начиная с  $T=1110^\circ\text{C}$  увеличение  $T$  приводит к разложению пленки  $\text{FeSi}_2$  и испарению ее компонентов с поверхности. Проведенная по специальной методике термообработка в температурном интервале  $T=600 \div 1200^\circ\text{C}$  показала, что

при температуре 600С происходит заметная активация атомов железа, о чём можно судить по увеличению поверхностного сопротивления образцов. При изотермическом отжиге независимо от температуры с ростом дозы имплантации эффективность имплантации усиливается.

#### Заключение

Результаты исследований профилей распределения ПГУ (примесей с глубокими уровнями) в кремнии после различных термообработок показали, что путем выбора температуры и длительности отжига для каждой дозы облучения можно достичь равномерного распределения примесей в объеме кристалла до определенной глубины с последующим участком относительно резкого уменьшения концентрации.

Анализ полученных данных подтверждает, что в процессе ионной имплантации как на поверхности образца, так и на глубине максимум распределения железа в основном меняется за счёт содержания и измерения концентрации кислорода. Можно предположить, что внедрения ионов железа в кремний в основном вытесняет кислород.

Приведенное выше предположение оправдывается в случае, если кислород в кристалле кремния находится в не химическом соединении. Процесс ионной имплантации влияет не только на состояние кислорода, но также и на состояние дефектов. Созданные дефекты, как на поверхности, так и на глубине кремния, открывают свободные радикалы, в частности кислород.

Полученные результаты хорошо согласуются с аналогичными данными полученными методами ВИМС. Выращенные образцы анализировались методом Оже - электронной спектроскопии (ОЭС). Отмечена возможность использования метода POP для анализа как концентрационного распределения легирующих примесей, так и взаимодействия примесей между собой.

#### ЛИТЕРАТУРА:

[1] Gerasimenko.N.N., Parkhomenko Yu.N. Silicon as material for nanoelectronics//Technosfera, M. 2007.352P.

[2] Biesinger M.C., Payne B.D., Grosvenor A.P., Lau L.W., Gersonb A.R., Smart R. Resolving surface chemical states in XPS analysis of first row transition metals, oxides and hydroxides: Cr, Mn, Fe, Co and Ni // Appl. Surf. Sci. – 2011. – V. 257, No. 7. – P. 2717–2730. – doi: 10.1016/j.apsusc.2010.10.051.

[3] Pronin I.I., Gomonova M.V., Solovyev S.M., Vilkov O.Yu., Vyalix D.V.//Condensed Matter Physics Journal, 53, 573 (2011).

[4] Gomonova M.V., Pronin I.I. // Journal of Technical Physics 81, 6, 120, (2011).

[5] Lopatin O.M. //Ion implantation of minerals and their synthetic analogs – Saabruken: Publishing House LAP. 2011. – 206 P.

[5]. Гельд П.В., Сидоренко Ф.А. Силициды переходных металлов IV периода. – М.: Металлургия, 1971, С.584.

[6]. Лифшиц В.Г. Электронная структура и силицид образование в тонких плёнках переходных металлов на кремнии – Препринт, 1984, С.260.

[7]. Эгамбердиев Б.Э. «Электронно- спектроскопические исследования физических свойств эпитаксиальных комбинаций и ионно- имплантированных слоев в кремнии». Докторская диссертация – М, 2003, С 243.

[8]. Эгамбердиев Б.Э., Абдугаббаров М. Изучение некоторых особенностей профилей распределения имплантированных атомов Mn, Fe и Ni в Si // Вестник ТГТУ, 1994., Т.1-2., С.39-44.

[9] Egamberdiev B.E., Iliev Kh.M., Nasriddinov S.S., Toshev A.R., Zoirova M.E. Photoelectric properties of silicon-based solar cells implanted with rare earth elements. // Conference . Russia, Vladivostok, 2006. PP. 204-208.

[10] Эгамбердиев Б.Э. , Маллаев А. С. Кремниевые силицидные структуры на основе ионного легирования. Т.: изд. «Наука и технология» 2019г. 168с.