

УДК 548.732

©1993

ДЕФЕКТЫ КРЕМНИЕВЫХ СТРУКТУР

Е.А.Гитович, Н.Б.Гусева, В.А.Кузнецов, М.Ю.Паболова, И.Л.Шульпина

Рентгеновскими дифракционными методами (топографии и рентгеноструктурного анализа) исследованы дефекты так называемых обращенных кремниевых эпитаксиальных структур. Показано, что наиболее опасными дефектами являются трипирамиды, возникающие на границе подложка-слой и прорастающие на всю толщину слоя. Трипирамиды окружены дислокациями, которые распространяются в подложку, играющую в структурах роль активного слоя, и оказывают неблагоприятное влияние на ее свойства. Образование трипиримид связывается с повреждением рабочей поверхности пластин твердыми частицами, которыми могут быть и частицы кремния.

В последнее время кремний с высоким удельным электросопротивлением используется в виде объемных монокристаллов и эпитаксиальных слоев для изготовления силовых полупроводниковых приборов, быстродействующих интегральных схем, детекторов излучений и фотоприемников. Для эффективной работы таких приборов существенно высокое структурное совершенство кристаллов.

В данной работе исследовались дефекты так называемых обращенных кремниевых эпитаксиальных структур. Они представляли собой подложки с ориентацией (111) диаметром 30 мм из высокоомного кремния p -типа проводимости ($\rho_n > 2 \text{ком} \cdot \text{см}$), полученного методом бестигельной зонной плавки, на которые наращивался низкоомный эпитаксиальный слой ($\rho_c \sim 0.01 \text{Ом} \cdot \text{см}$), легированный бором. Слой формировался путем водородного восстановления трихлорсилана [1]. Высокие скорости роста обеспечивали получение слоев толщиной более 200 мкм. Полученные таким образом структуры шлифовались и полировались с обеих поверхностей так, чтобы итоговая толщина составляла 260 мкм. В дальнейшем они функционировали таким образом, что высокоомная подложка играла роль активного слоя, а низкоомный эпитаксиальный слой — подложки. Отсюда происходит название обращенных эпитаксиальных структур.

Характерные для данных структур операции: калибровка исходных монокристаллов по диаметру, резка на пластины толщиной 500 мкм, шлифовка и полировка пластин, отмывка, наращивание эпитаксиального слоя, вновь шлифовка и полировка.

1. Методика исследования

Для пооперационного контроля и исследования готовых обращенных структур были использованы рентгенотопографический проекционный метод Ланга [2] и MoK_α -излучение. Однако одного этого мето-

да оказалось недостаточно, и он был дополнен рентгенотопографической методикой стоп-кадров [3]. Эта методика позволила получить изображение локального сечения кристалла по толщине. Использовались MoK_{α} -излучение и сильно асимметричные отражения в трансмиссионной геометрии. Кроме рентгенотопографических методов, применялась прицельная съемка лауэграмм. Для этого использовались Cu -излучение и камера для рентгеноструктурного анализа типа РКВ-86 с плоской касетой. Рентгеновский пучок диаметром 0.3 мм направлялся на структуру, ориентированную перпендикулярно пучку и вдоль [111] с попаданием в заранее выбранные точки. Для расшифровки лауэграмм от макродефектов применялось компьютерное моделирование с использованием языка Си.

2. Результаты исследования

При рентгенотопографическом исследовании серии готовых структур были обнаружены следующие характерные дефекты: макронапряжения, вызванные упругим изгибом пластин; дефекты края пластин, связанные с калибровкой монокристаллов по диаметру; дислокации (обычно в виде сеток тройной симметрии, в некоторых случаях — с выраженными полосами скольжения); дефекты упаковки; крупные дефекты, окруженные дислокациями с высокой локальной плотностью (в дальнейшем «макродефекты» — МД); крупные дефекты специфического двойного контраста (в дальнейшем «центры локальной деформации» — ЦЛД).

Поскольку исходные пластины кремния были практически бездислокационными, появление в готовых структурах вышеперечисленных дефектов связано с технологическими операциями, прежде всего высокотемпературными, имеющими место при наращивании низкоомного слоя.

Из проекционных топограмм, в том числе с применением стереосъемки, следовало, что сетки дислокаций и дефекты упаковки находятся в низкоомном слое. Поэтому основное внимание было уделено исследованию макродефектов.

Макродефекты имели два типа распределения: хаотическое и сосредоточенное в некотором поясе у боковой поверхности пластин (рис. 1, а, б). Концентрация МД изменялась от нескольких штук на всю пластину до 10 см^{-2} . На топограммах изображения МД имели центральное ядро, дифракция рентгеновских лучей от которого отсутствовала совсем или наблюдалась точечно. Размер ядер достигал 200 мкм. Они имели плохо определяющуюся форму и были окружены областями сильных напряжений кристаллической решетки и скоплениями дислокаций (рис. 1, а, б). Для уточнения формы дефектов и их расположения в кристалле по толщине в месте скопления МД (АВ на рис. 1, а) были сняты стоп-кадры. Типичный стоп-кадр приведен на рис. 1, в.

Хорошо видно, что МД имеют огранку, образуются в основном на границе подложка-слой и располагаются по всей толщине высокоомного слоя. Для их размеров характерно постоянное отношение высоты к ширине ~ 0.7 . Контраст от МД, как правило, отсутствует. Несмотря на невысокое разрешение фона стоп-кадр, видно, что МД окружены слоем дислокаций большой плотности (белый контраст), который у основания МД заходит за границу низкоомного и высокоомного слоев и распространяется в высокоомный, достигая в некоторых случаях его внешней

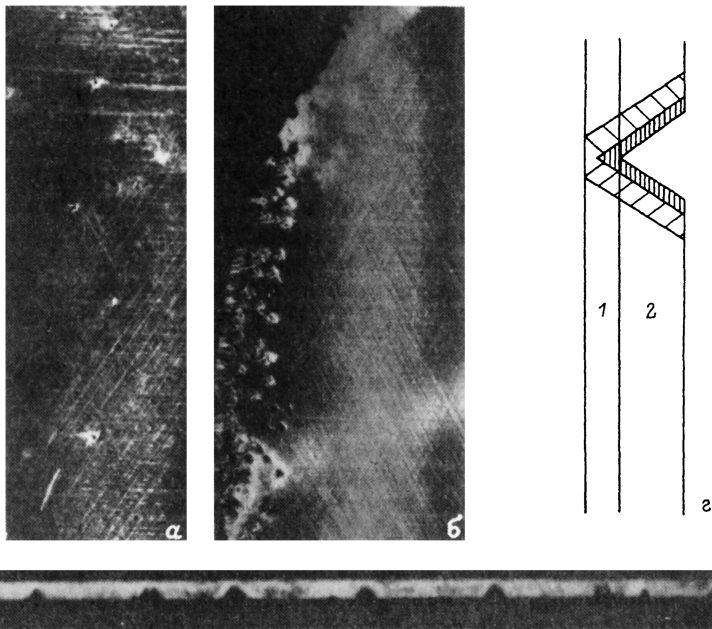


Рис. 1. Фрагменты типичных проекционных топограмм обращенных кремниевых структур с двумя типами распределения макродефектов: хаотическим (а); сосредоточенным у боковой поверхности пластин (б); стоп-кадр, соответствующий линии АВ предыдущей топограммы (в); схема изображения на стоп-кадре (г) (1 — подложка, 2 — эпитаксиальный слой).

поверхности. Общая картина отвечает схеме на рис. 1, г. Эти наблюдения подтверждают и картины избирательного травления поверхности низкоомного слоя, на которых МД выглядят как крупные треугольные фигуры с несколько вогнутыми ребрами, окруженные дислокационными ямками травления.

Для того чтобы получить информацию о структурном состоянии МД, были сняты серии лауэграмм с попаданием рентгеновского пучка в конкретный МД, выбранный на основе топограмм Ланга, а также в характерные точки готовой структуры — без МД (точка 1) и вблизи боковой поверхности (точка 2).

Если лауэграмма в точке 1 соответствовала практически совершенному монокристаллу, то лауэграмма от МД содержала много «лишних рефлексов» (рис. 2). Поскольку часть из них ложится на зональные кривые лауэграммы в точке 1, можно предполагать, что МД состоит из микродвойников кремния. Такие дефекты известны как трипирамиды [4-6]. Они характерны для быстрого эпитаксиального роста кремния. Как известно, трипирамиды представляют собой закономерные сростки двойников первого и второго порядка, из которых три симметричных индивида дважды сдвойникованы относительно матрицы по плоскостям $\{11\bar{1}\}$, а четвертый — единожды по плоскости (111). Трипирамидам обычно сопутствуют микродвойниковые ламели, представляющие собой двойники первого порядка относительно плоскостей $\{11\bar{1}\}$ матрицы.

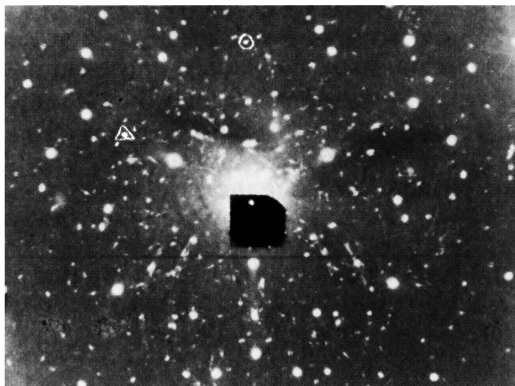


Рис. 2. Лауэграмма, отвечающая типичному макродефекту.

Выделены характерные рефлексы двойника первого (треугольник) и второго (кружок) порядка.

Чтобы идентифицировать МД как трипирамиды, с помощью несложной программы на языке Си была рассчитана теоретическая лауэграмма для двойника второго порядка относительно $(11\bar{1})$, связанная с лауэграммой исходного кристалла-матрицы поворотом на $38^{\circ}57'$ вокруг направления $[110]$.

Лауэграммы других двойников второго порядка относительно $\{11\bar{1}\}$ можно получить из рассчитанной поворотом на 120 и 240° , а двойников первого порядка — поворотом на 60 , 180 и 300° вокруг направления $[111]$ матрицы.

Совпадение зональных кривых, наблюдаемых на лауэграмме, с теоретическими кривыми двойников первого и второго порядка позволило установить, что МД действительно являются комбинацией трипиромид и сопутствующих им микродвойниковых ламелей. Данное заключение подтвердила также величина отношения высоты МД к их ширине (0.7) — характерный параметр трипиромид.

Известно, что трипирамиды часто сопровождаются дополнительными дефектами — обычно двойниковыми ламелями и (или) дефектами упаковки. В нашем случае они окружены дислокациями. Отметим, что некоторые лауэграммы МД содержат дополнительные рефлексы (некоторые из них двойные) даже с учетом дифракции от двойников вышеуказанной ориентации. Они могут характеризовать дополнительную мелкую блочность в области МД и, следовательно, отклонение строения МД от идеальных трипиромид.

Исследование обращенных эпитаксиальных структур после ряда технологических операций показало, что макродефекты типа трипиромид возникают только на стадии эпитаксиального наращивания, в то время как макродефекты (ПДЛ) характерны для всех технологических операций. Эти дефекты на топограммах имеют характерное двойное изображение, часто сопровождающееся темным (на позитивном отпечатке) контрастом, и могут характеризоваться как поверхностные нарушения типа микроуколов. Распределение этих дефектов имеет следующие особенности: в пластинах с неударенным нарушенным слоем в исходном состоянии (до высокотемпературной обработки) они чаще всего расположены по ходу наиболее глубоких царапин, а в хорошо полированных пластинах

они или распределены хаотично по всей площади пластин, или сосредоточены в некотором поясе вблизи боковой поверхности пластины, как и макродефекты типа трипиримид. Поэтому вполне можно предполагать, что по крайней мере некоторые из этих дефектов являются предшественниками трипиримид, если оказываются на боковой поверхности пластин.

Лауэграммы, снятые вблизи боковой поверхности пластин (в точке 2), показывают наличие сильно нарушенного слоя, состоящего как из поликристаллической фазы, так и из относительно крупных кристаллитов кремния размером несколько единиц или даже десятков микрон. Кристаллиты имеют игольчатую форму. Наличие таких кристаллитов видно и на топограммах у края пластин. Они ориентированы в радиальных направлениях.

3. Обсуждение результатов

Часто наблюдаемая сосредоточенность дефектов у боковой поверхности пластин позволяет предполагать их связь с боковой поверхностью, а именно с нарушенным слоем, обусловленным калибровкой монокристаллов кремния перед резкой на пластины. Изучение рентгеновских топограмм структур показывает, что чем сильнее нарушена боковая поверхность пластин, тем вероятнее скопление МД у края. Хотя такая закономерность выполняется не для всех структур, вполне вероятно локальное повреждение рабочей поверхности твердыми частицами размером в несколько микрон. В числе исследованных были случаи, когда повреждения поверхности были связаны с попаданием пыли в зону финишной физико-химической полировки. Однако не менее опасным для обращенных структур является попадание на рабочую поверхность пластин частиц кремния.

Как было показано, нарушенный слой боковой поверхности пластин включает в себя кристаллиты игольчатой формы. Именно они могут отрываться в процессе технологических операций и попадать на рабочую поверхность. В случае прижимания пластин с такими частицами к гладкой поверхности воздействие последних аналогично уколам. Попадание их на рабочую поверхность пластин перед эпитаксиальным наращиванием особенно опасно: они нарушают эпитаксиальный рост слоя и ведут к образованию трипиримид.

Образование вокруг дефектов типа трипиримид скоплений дислокаций, по всей вероятности, связано с релаксацией напряжений кристаллической решетки при высоких температурах (1200°C). Образование дислокаций в этих условиях энергетически выгодно, и они очень подвижны.

Трипиримиды в низкоомном слое не только серьезно нарушают кристаллическое совершенство структур в целом, но и опасны для обращенных структур тем, что окружающие их дислокации распространяются далеко, проникая в высокоомную активную часть структур и пронизывая ее иногда по всей толщине. Это потенциальные места электрического пробоя.

Таким образом, проведенные исследования позволили определить строение и расположение макродефектов в обращенных структурах, идентифицировать их тип и природу, а также выяснить механизм возникновения и вредного влияния на свойства структур.

По-видимому, борьба с макродефектами типа трипиримид должна включать мероприятия по удалению нарушенного слоя на боковой по-

верхности пластин, связанного с калибровкой слитков по диаметру, а также по очистке среды от твердых частиц.

Список литературы

- [1] Салли И.В., Фалькевич Э.С. Управление формой роста кристаллов. Киев: Наукова думка, 1989. 157 с.
- [2] Ланг А.Р. // Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении. М.: Металлургия, 1984. С. 364-446.
- [3] Шульпина И.Л. // Кристаллография. 1992. Т. 37. № 2. С. 451-457.
- [4] Чу Т.Л., Гавалер Дж.Р. // Дефекты в кристаллах полупроводников. М.: Мир, 1969. С. 269-279.
- [5] Букер Г.Р. // Там же. С. 280-296, 297-322.
- [6] Мендельсон С. // Там же. С. 322-350, 351-364.

Физико-технический институт
им. А.Ф.Иоффе РАН
Санкт-Петербург
Запорожский
Титано-магниевый комбинат

Поступило в Редакцию
31 декабря 1992 г.

