

05;12
©1995 г.

МЕТОД КОНТРОЛЯ ДЕФОРМАЦИЙ МОНОКРИСТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ ДВУХКРИСТАЛЬНОГО НЕЙТРОННОГО СПЕКТРОМЕТРА

*Ю.Г.Абов, А.О.Эйдлин, Д.С.Денисов, Н.О.Елютин,
С.К.Матвеев, Ю.А.Воронов, В.Д.Попов*

Московский инженерно-физический институт,
115409, Москва, Россия
(Поступило в Редакцию 1 августа 1994 г.)

Описан способ исследования деформаций изгиба монокристаллических пластин, основанный на применении техники двухкристального спектрометра и широкого монохроматического пучка нейтронов. Продемонстрированы возможности методики на примере нескольких образцов, подвергнутых различным процедурам обработки. Обсужден вопрос попутного извлечения информации о распределении по объему кристалла микроскопических деформаций, вызванных дефектами кристаллической решетки.

Введение

Известно, что все стандартные процедуры обработки монокристаллов в микроэлектронной промышленности приводят к образованию дефектов кристаллической решетки изготовленных пластин или формированию различных пленок на их поверхности. Распределение этих дефектов по объему кристаллов часто является неоднородным. Последнее обстоятельство, как и наличие пленок, приводит к возникновению напряжений, что проявляется в макроскопической деформации (изгибе) пластин. Наличие остаточных (после обработки) напряжений существенным образом влияет на процент брака в эксплуатационные свойства изготовленного прибора, такие как срок службы, радиационная стойкость, предельные эксплуатационные характеристики. Дело в том, что эти напряжения в свою очередь могут приводить к генерации микродефектов кристаллической решетки или перераспределению их плотности по объему пластины, что в свою очередь обуславливает локальные электрофизические свойства изделия [1]. Таким образом, достаточно актуальна задача исследования и контроля напряжений (деформаций) кристаллических пластин и изделий на их основе в зависимости от внешних влияний — стандартных процедур обработки или различных воздействий в процессе эксплуатации, таких, например, как облучение.

При измерении кривизны монокристаллических пластин или многослойных структур на кристаллических подложках наивысшая точность достигается в экспериментах на двух- и трехкристальных рентгеновских спектрометрах [2-4]. Суть этих методик заключается в одновременном использовании двух узких монокроматических пучков ($K\alpha_1$ - и $K\alpha_2$ - либо $K\alpha$ - и $K\beta$ -линий) от одной рентгеновской трубки. За счет отражения от кристаллического монохроматора эти пучки разделяются в пространстве и испытывают отражение от различных участков поверхности исследуемой пластины. Поэтому в угловом распределении интенсивности отраженного образцом излучения наблюдаются два пика, отвечающих той или другой длине волны характеристического спектра. Определяемое в эксперименте значение радиуса кривизны $R \sim L\varphi$, где L — длина пути рентгеновских квантов от фокуса трубки до образца, φ — угловое расстояние между пиками. Общим недостатком методик [2-4] является недостаточная точность определения L , что приводит к систематическим ошибкам при измерении R . В связи с тем что для стандартного рентгеновского оборудования величина L , как правило, не превышает нескольких десятков см, не удается надежно определять радиусы кривизны, большие, чем несколько км.

В настоящей работе исследовались деформации монокристаллов с использованием техники двухкристального спектрометра и монокроматического пучка нейтронов. Преимущества нейтронной методики обусловлены большой площадью поперечного сечения реакторного пучка, значительными размерами стандартных счетчиков, а также малым поглощением нейтронов в большинстве материалов. Благодаря этому по сравнению с рентгеновскими способами достигается меньшая погрешность при определении R и расширяется диапазон значений радиусов кривизны, которые могут быть измерены. Кроме того, появляется возможность изучать распределение деформаций по объему массивных монокристаллов.

Методика измерений

Эксперименты проводились на нейтронном спектрометре [5] по схеме, представленной на рис. 1. Посредством отражения нейтронного излучения от высокосовершенного кристалла-монохроматора 1 формируется монокроматический пучок 2 с длиной волны λ . Далее этот пучок (с поперечным сечением 40×40 мм) ограничивается диафрагмой 3 с узким прямоугольным окном с размерами $s \times h$ (0.5×15 мм) и направляется на образец 4, установленный под углом Брэгга θ_B по отношению к падающему излучению. На пути отраженного образцом пучка 5 перед неподвижным детектором 7 располагается диафрагма 6 также с окном $s \times h$ (0.5×15 мм). Обе диафрагмы устанавливаются на прецизионные юстировочные столы, с помощью которых диафрагма 3 (ограничительная) может перемещаться в плоскости дифракции (плоскости на рис. 1) перпендикулярно направлению распространения монокроматического пучка, а диафрагма 7 (сканирующая) — перпендикулярно пучку 5. Во всех описанных ниже экспериментах размеры окон диафрагм составляли $s \times h = 0.5 \times 15$ мм, как для монохроматора, так и для образцов (монокристаллов кремния) применялось отражение (1,1,1). Для использованных значений λ в случае рефлекса (1,1,1)

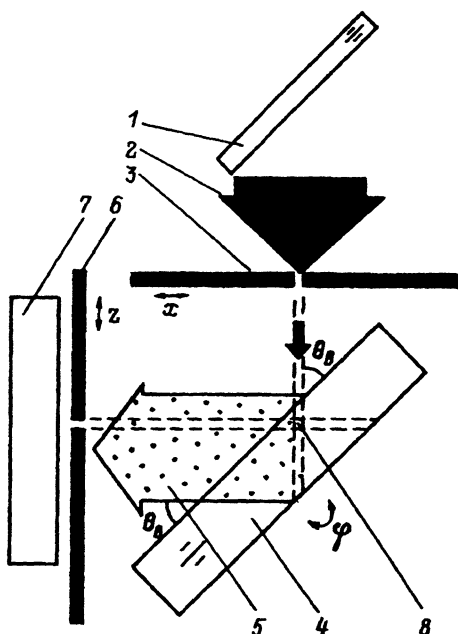


Рис. 1. Схема экспериментов по исследованию деформаций монокристаллов.

угловая ширина на полувысоте (в дальнейшем — ширина) кривой отражения монохроматора составляет величину около 1 угл.с.

Посредством перемещения сканирующей диафрагмы b при фиксированном положении ограничительной и измерения интенсивности пучка, отраженного образцом и прошедшего через диафрагму b , может быть снято пространственное (одномерное) распределение интенсивности пучка 5 . Пренебрегая эффектами вторичной экстинкции [6], можно считать, что при фиксированном положении диафрагм измеряется интенсивность излучения, отраженного “дифференциальным” объемом кристалла 8 с размером $s \times s \times h$, образованным пересечением двух слоев толщиной s , сечения которых плоскостью дифракции обозначены на рис. 1 штриховыми линиями [7]. Таким образом, перемещая диафрагмы 3 и b , можно изучать дифракцию на “дифференциальных” объемах образца, при этом контролируя их местоположение внутри исследуемого кристалла. В частности, зафиксировав диафрагмы посредством пошагового поворота образца и измерения интенсивности пучка 5 , прошедшего сквозь диафрагму b , может быть измерена так называемая кривая качания (КК) [8] для определенного участка кристалла. Стрелкой x на рис. 1 указано направление перемещения диафрагмы 3 , $x = 0$, если середина окна диафрагмы совпадает с центром пучка 2 , $x > 0$ при смещении диафрагмы в направлении детектора 7 ; стрелкой z указано направление перемещения диафрагмы b , $z = 0$, если при нулевом положении диафрагмы 3 сквозь диафрагму b проходит излучение, отраженное приповерхностным слоем образца, $z > 0$ при смещении диафрагмы b “вниз”; образец устанавливался таким образом, чтобы при $x = 0$ узкий монохроматический пучок попадал в его цен-

тральную область; стрелкой φ показано направление поворота образца при измерении кривых качания, $\varphi > 0$ при повороте по часовой стрелке.

При отсутствии макроскопической деформации образца положение максимума КК определяется "локальным" значением параметра решетки, в общем случае зависящим от различных характеристик дефектов кристаллической структуры (плотности, размеров и т.д.). Кроме того, дефекты в зависимости от их типа приводят либо к равномерному уширению КК по сравнению с угловым распределением, рассчитанным для совершенного кристалла, либо к появлению диффузного гало с максимумом в районе угла Брэгга [9]. Анализ формы кривой качания позволяет сделать выводы о типе дефектов, характерных для образца, а при наличии дополнительной информации возможно определение их удельной плотности и размеров [10]. При наличии макроскопической деформации КК для различных участков образца обнаруживают относительный угловой сдвиг, связанный с изгибом кристаллографических плоскостей. По его величине, измеренной для соседних участков кристалла, может быть определено локальное значение радиуса кривизны образца. Таким образом, с помощью серии кривых качания можно восстановить форму изогнутого кристалла. При этом полученные данные позволяют, как упоминалось выше, контролировать степень совершенства кристаллической структуры различных участков образца по форме соответствующих КК.

Исследование деформаций толстых монокристаллических пленок

Возможности методики можно продемонстрировать с помощью результатов, полученных при исследовании кремниевых монокристаллов тепловых нейтронов. Эти монокристаллы были изготовлены из монокристалла Si диаметром 45 мм марки БЕЗ-500/60УТ ТУ-48-4-294-74 с плотностью дислокаций менее 10 см^{-2} , который разрезался на пластины толщиной 4 мм с поверхностью, ориентированной по плоскости (1,1,1). Эти пластины подвергались шлифовке и химической полировке, а затем отжигались в течение 20 мин при температуре 1000°C с помощью СВЧ излучения в атмосфере водорода с примесью паров соляной кислоты. При термообработке на поверхностях пластин, обращенных к газовой струе (имеющей комнатную температуру), образовалась наблюдаемая визуально поликристаллическая пленка. Как показали рентгенодифрактометрические измерения, под пленкой возник нарушенный слой с параметром решетки a , причем $(a - a_0)/a_0 = 0.1\%$, где a_0 — параметр решетки исходного кристалла. Химической полировкой пленка и нарушенный слой были удалены, а изготовленные образцы (с параметром решетки a_0) далее подвергались тестированию.

Эксперименты, заключающиеся в измерении КК для различных положений диафрагм 3 и 6, проводились при $\lambda = 1.71 \text{ \AA}$. На рис. 2 демонстрируются угловые распределения, полученные для одного из образцов при $x = 0$ и различных положениях z сканирующей диафрагмы (рис. 1). Как видно, для этих КК наблюдается относительный угловой сдвиг $\alpha(z)$. В связи с тем что параметр решетки образца является постоянной величиной, этот факт объясняется изгибом кристалла. По

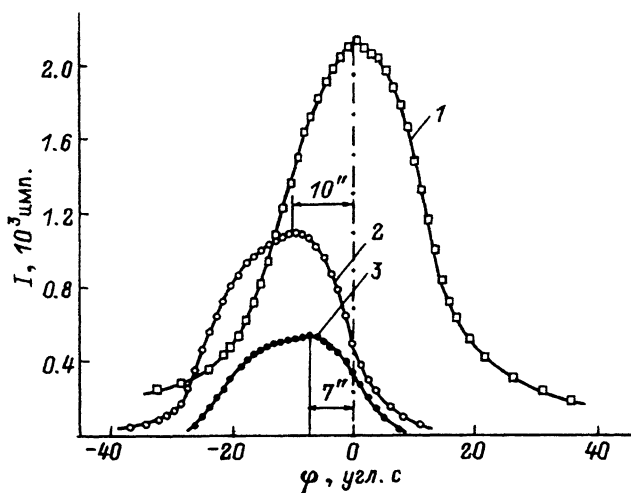


Рис. 2. Кривые качания, измеренные для образца кремния, подвергнутого температурному отжигу в атмосфере водорода с примесью паров соляной кислоты.

1-3 — распределения, полученные при падении пучка в центр кристалла (положение ограничительной диафрагмы $x = 0$) и различных положениях сканирующей диафрагмы при $z = 0, 6, 4$ мм соответственно; принималось, что $\alpha = 0$ при $x = 0$ и $z = 0$.

легко получаемой формуле

$$R = |dz/d\alpha|/2 \sin \theta_B \quad (1)$$

из данных, приведенных на рис. 2, можно вычислить значение радиуса кривизны пластины, составившее $R = 250$ м. Представленные на рис. 2 КК существенно и почти равномерно уширены по сравнению с кривой отражения исходного высокосовершенного кристалла (до термообработки), для которой ширина составляет 1 угл.с. Этот факт не может быть объяснен изгибом кристалла и конечной шириной щели и, таким образом, обусловлен дефектами кристаллической структуры образца, образовавшимися в ходе обработки. Действительно, из очевидного соотношения $\Delta = s/R \sin \theta_B$ можно определить величину уширения Δ , связанного с изгибом кристалла, составившую всего лишь 1.5 угл.с. Измерения, проведенные для различных положений диафрагм, показали, что при перемещении нейтронного "луча" от центра к периферии образца ширина КК уменьшается приблизительно на 20%, а пиковая отражающая способность кристалла увеличивается с 60 до 70%. Кроме того, радиус кривизны увеличивается в несколько раз при перемещении от середины к краям пластины. На основании этих фактов был сделан вывод о том, что дефекты концентрируются преимущественно в центральной области образца, а изгиб кристалла, так же как и его неравномерность, обусловлен неоднородностью распределения дефектов по объему кристалла.

Форма наблюдаемых КК (рис. 2) типична для кристаллов с полными дислокациями или дислокационными петлями большого радиуса [9,11]. В предположении, что уширение КК вызвано полными дислокациями, согласно [11] с помощью измеренных распределений была оценена плотность дислокаций — $\sim 10^4$ см⁻². Вывод о неоднородном распределении дефектов был подтвержден металлографическими измерениями, которые показали, что плотность ямок травления, связанных

с полными дислокациями и, по-видимому, дислокационными петлями, изменяется от $\sim 10^4 \text{ см}^{-2}$ на краях пластины до 10^6 см^{-2} в ее центре. Очевидно, генерация дефектов произошла при отжиге, когда кристалл находился под действием температурного поля со значительным градиентом.

Эксперименты на тонких монокристаллических пластинах

Предложенная методика также может быть применена при исследовании сравнительно тонких ($\sim 0.5 \text{ мм}$ и меньше) кристаллов, в частности пластин, используемых при производстве интегральных схем. В этом случае для проведения исследований, связанных со "сканированием" внутреннего объема образца, необходимо значительно уменьшать размеры применяемых диафрагм. Это обуславливает соответствующее уменьшение интенсивностей и делает затруднительными такие эксперименты на низкочастотном реакторе. По этой причине описанные ниже измерения проводились без сканирующей диафрагмы β (рис. 1). Эксперименты, проведенные при $\lambda = 1.64 \text{ \AA}$, заключались в измерении КК при различных положениях x ограничительной диафрагмы β . Отсутствие сканирующей диафрагмы означает, что эти угловые распределения усредняются по всей толщине образца. С помощью КК определялся относительный угловой сдвиг их максимумов α как функция координаты x . При перемещении диафрагмы β нейтронный пучок смещается от центра образца по его поверхности на расстояние $y = x / \sin \theta_B$. В том случае, если пластина изогнута, с помощью $\alpha(x)$ можно найти значение радиуса кривизны, согласно очевидному соотношению

$$R = |dx/d\alpha| / \sin \theta_B. \quad (2)$$

При этом знак кривизны легко определяется из геометрии эксперимента по знаку производной $dx/d\alpha$, а из зависимости $R(x)$ путем простой замены переменных находится $R(y)$.

В качестве образцов использовались кремниевая пластина диаметром 80 мм толщиной 380 мкм с выращенным на ее поверхности эпитаксиальным слоем толщиной 5 мкм , легированным бором, и "чистая" полированная с одной стороны пластина диаметром 100 мм и толщиной 390 мкм . В экспериментах первый образец устанавливался таким образом, что эпитаксиальный слой был обращен к падающему пучку, а в случае второго образца пучок падал на полированную поверхность. На рис. 3 представлены измеренные для этих исходных образцов зависимости $\alpha(x)$. Как видно, в обоих случаях наблюдается значительное отклонение $\alpha(x)$ от линейной функции. Это указывает на то, что для этих кристаллов характерен несферический изгиб, т.е. распределение остаточных (после всех стадий обработки) напряжений существенно неоднородное. Как видно, в обоих случаях образцы были обращены к пучку вышуклой (подвергнутой при изготовлении шлифовке и полировке) стороной. На рис. 4 приведены рассчитанные из экспериментальных данных согласно формуле (2) зависимости радиусов кривизны кристаллов от линейного смещения по поверхности пластины относительно ее центра. Эти в общем типичные зависимости указывают на то, что наиболее деформированы центральные области кристаллов, для которых характерны наибольшие остаточные напряжения.

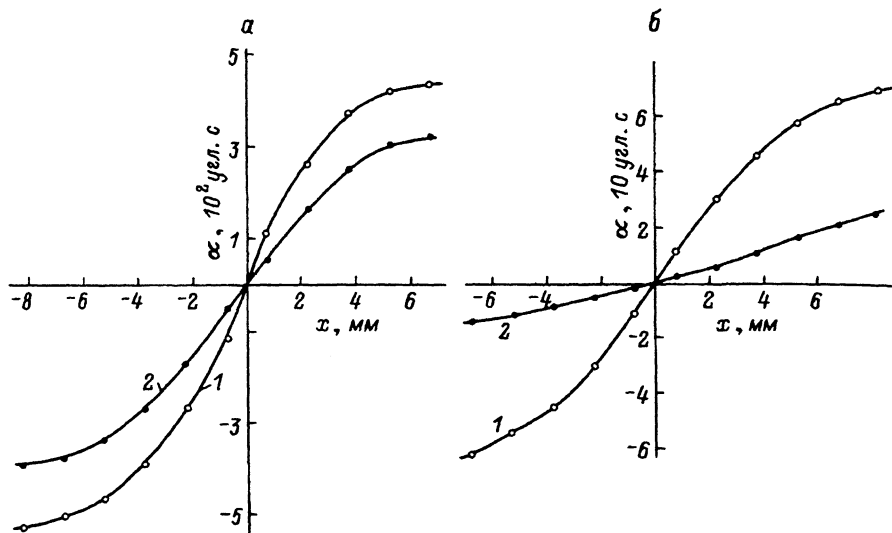


Рис. 3. Зависимости угловой сдвигки максимумов кривых качания от положения ограничительной диафрагмы (при отсутствии сканирующей диафрагмы), измеренные для различных кремниевых кристаллических подложек.

а — результаты, полученные для исходного кристалла диаметром 80 мм с выращенным эпитаксиальным слоем (1), в сравнении с зависимостью, измеренной после удаления эпитаксиального слоя (2); б — результаты экспериментов на кремниевой пластине диаметром 100 мм, полированной с одной стороны, 1 — исходный образец, 2 — после стандартной процедуры оксидирования; на всех кривых погрешности значительно меньше размера точки.

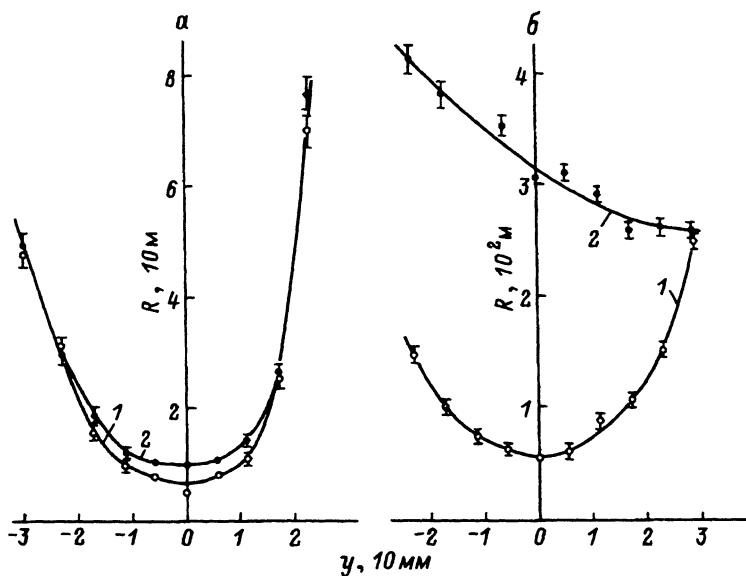


Рис. 4. Зависимости радиусов кривизны кремниевых пластин от линейного смещения по поверхности образца (координата y отсчитывается от центра кристалла).

а — результаты для кристалла диаметром 80 мм с эпитаксиальным слоем (1) и после удаления этого слоя (2); б — зависимости, полученные для пластины диаметром 100 мм до оксидирования (1) и после (2).

На рис. 3,а и рис. 4,а представлены результаты, полученные для первого образца после того, как эпитаксиальный слой был удален травлением. Как видно, если на периферии пластины кривизна практически не изменялась, то в центральной области произошло частичное снятие напряжений, проявившееся в увеличении радиуса кривизны. Кроме того, в области $|y| \leq 6$ мм для пластины с удаленным эпитаксиальным слоем характерен практически сферический изгиб. Полученные результаты дают основание считать, что при изготовлении этого кристалла большая часть напряжений возникла на предварительных стадиях обработки перед эпитаксией. На рис. 3,б и 4,б приведены результаты, полученные для пластины диаметром 100 мм после ее оксидирования. Процедура оксидирования была стандартной и состояла из трехкратного отжига образца при температуре 1100°C : сначала в течение 15 мин в атмосфере кислорода, затем полчаса в присутствии водяных паров и далее 20-минутный отжиг в атмосфере кислорода. Как видно из рисунков, несмотря на нанесение оксидной пленки, проведенная обработка привела к существенному уменьшению остаточных напряжений и "выпрямлению" пластины. Это позволяет сделать вывод о незначительности изгиба, вызванного оксидной пленкой, по сравнению с деформациями, вызванными предварительными стадиями обработки. Частичное снятие напряжений произошло благодаря отжигу кристалла. Полученные результаты совпадают с выводами работы [12], в которой исследовалось влияние различных видов механической обработки и температурного отжига на дефектность приповерхностных слоев пластин кремния. В этой работе показано, что в результате шлифовки и полировки образуется нарушенный слой с высокой концентрацией микротрещин и параметром решетки, меньшим параметра матрицы на величину порядка 10^{-5} нм. Наличие микротрещин приводит к изгибу пластин выпуклостью в сторону нарушенного слоя (эффект Тваймана). Отжиг кристалла при температуре 500°C приводит к эффективному "залечиванию" микротрещин и, как следствие, к снятию напряжений и выпрямлению пластины.

Следует отметить, что, как и в случае тостых кристаллов, с помощью анализа формы измеренных КК может быть попутно извлечена информация о распределении микроскопических деформаций по объему образца. При этом, конечно, необходим учет вклада в уширение угловых распределений, обусловленного изгибом пластины.

Заключение

Полученные результаты свидетельствуют об эффективности примененного способа при исследовании макроскопических деформаций монокристаллов, обусловленных напряжениями, возникшими при обработке пластин. При этом попутно извлекается информация о распределении микроскопических деформаций по объему кристалла, связанных с наличием дефектов кристаллической решетки. Преимуществом методики наряду с простой реализацией является высокая точность измерения радиусов кривизны монокристаллов. Действительно, из (1), (2) видно, что погрешность значений R обусловлена только ошибкой измерения угловой сдвижки α между максимумами КК для различных участков кристалла, так как перемещения диафрагм могут

контролироваться с микронной точностью. В свою очередь погрешность измерения углового положения максимума КК в основном определяется шириной этого углового распределения, т.е. совершенством кристаллической структуры образца. Это в полной мере относится к результатам, приведенным на рис. 3 и 4. В случае же высокосовершенных кристаллов погрешность определения максимума КК не превышает величину шага (0.12 угл.с) применяемого механизма угловых перемещений [5]. Метод позволяет измерять радиусы кривизны от нескольких метров (рис. 4) до десятков километров. Верхняя граница этого диапазона определяется величиной шага угловых перемещений, а также шириной монохроматического пучка нейтронов или размерами образца. Так, в [13] с помощью этой методики была получена нижняя оценка ($R \sim 50$ км) радиуса кривизны монокристаллической пластины германия.

Продолжительность экспериментов может быть значительно сокращена путем замены нейтронного счетчика на позиционно-чувствительный детектор (рис. 1). Тогда в случае толстых кристаллов отпадает необходимость в сканирующей диафрагме и при повороте образца происходит одновременное измерение КК для "дифференциальных" объемов с различными z . При исследовании же тонких пластин становится ненужной ограничительная диафрагма и посредством поворота кристалла измеряется сразу вся серия КК для различных участков образца.

Авторы благодарят Итальянцева А.Н. за помощь в обработке кристаллов, а Смирнова И.С. — за металлографические измерения и полезные обсуждения.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (93-02-14680).

Список литературы

- [1] *Периенков В.С., Попов В.Д., Шальнов А.В.* Поверхностные радиационные эффекты в ИМС. М.: Энергоатомиздат, 1988. 256 с.
- [2] *Носков А.Г., Стенин С.И., Трузанов Е.М.* // ПТЭ. 1982. № 2. С. 181-183.
- [3] *Носков А.Г., Трузанов Е.М.* // ПТЭ. 1985. № 5. С. 173-176.
- [4] *Завьялова А.Л., Ломов А.А., Маргушев З.Ч.* // Кристаллография. 1991. Т. 36. № 1. С. 20-24.
- [5] *Абов Ю.Г., Кулиджанов Ф.Г., Елютин Н.О., Низовой С.Н.* // ПТЭ. 1984. № 4. С. 52-57.
- [6] *Новик Ю.З., Озеров Р.П., Хеннинг К.* Структурная нейтронография. М.: Атомиздат, 1979. 343 с.
- [7] *Вологин В.Г., Теплоузов С.Г., Эйтлин А.О. и др.* // ПТЭ. 1994. № 2. С. 12-17.
- [8] *Пинскер Э.Г.* Рентгеновская кристаллооптика. М.: Наука, 1982. 390 с.
- [9] *Кривоглаз М.А.* Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. Киев: Наукова Думка, 1983. 407 с.
- [10] *Patel J.R. J. Appl. Cryst.* 1975. Vol. 8. P. 186-191.
- [11] *Eichhorn F., Koszmowski M., Schopf H.-G., Schulze G.E.R.* Phys. Stat. Sol. (a). 1971. N 4. P. 445-457.
- [12] *Гаврилюк Ю.Н., Гринштейн П.М., Ладочкин А.А., Мильвидский М.Г., Фомин В.Г.* // Кристаллография. 1993. Т. 38. № 5. С. 157-162.
- [13] *Абов Ю.Г., Эйтлин А.О., Денисов Д.С. и др.* // ЖЭТФ. 1993. Т. 104. Вып. 6 (12). С. 4072-4080.