

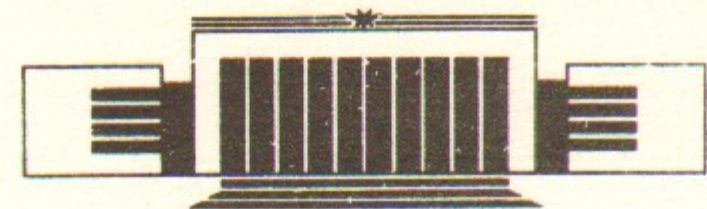


ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ СО АН СССР

Г.Ф. Кларк, В.Е. Панченко

АСИММЕТРИЧНЫЕ СЪЕМКИ КРЕМНИЯ
В ГЕОМЕТРИИ ЛАУЭ И БРЭГГА
НА ПУЧКЕ СИ SRS

ПРЕПРИНТ 86-122



НОВОСИБИРСК
1986

Г.Ф. Кларк*, В.Е. Панченко

АСИММЕТРИЧНЫЕ СЪЕМКИ КРЕМНИЯ
В ГЕОМЕТРИИ ЛАУЭ И БРЭГГА
НА ПУЧКЕ СИ SRS

* Лаборатория Дарсбери (Англия)

© Институт ядерной физики СО АН СССР

В настоящее время к совершенству кристаллического кремния—основного исходного материала для различных изделий микроэлектроники—недостаточно предъявлять требования отсутствия малоугловых границ, дефектов упаковки, отдельных дислокаций. Эти дефекты, несомненно, недопустимы. Они легко выявляются простыми методами, в том числе неразрушающими—рентгено-топографическими. Дальнейший прогресс электронных приборов—надежных, с высокой степенью интеграции (до 10^5 см⁻²) и низкой мощностью, затрачиваемой на обработку информации (до 5 мкВт/бит),—невозможен без высокосовершенного исходного материала. Речь идет о монокристаллах кремния с хотя бы минимизированной, на первом этапе, плотностью микродефектов, обязанных, в основном, растворенному в кремнии кислороду. Это, в первую очередь, трехмерные (объемные) дефекты—включения (частицы другой фазы—преципитаты с размерами в несколько микрон и меньше), по-видимому, главным образом, представляющие собой двуокись кремния. Это малые дислокационные петли с размерами около 0,5 мкм и меньше, которые, видимо, являются предельным крупномасштабным случаем кластеров—скоплений точечных дефектов (главным образом, внедрения кислорода) и также базирующиеся на двуокиси кремния. Наконец, это сами кластеры.

Непосредственное наблюдение микродефектов доступно лишь трансмиссионной электронной микроскопии, не являющейся, разумеется, неразрушающим методом (приготовление микротолщинных образцов). По этой же причине неприемлемо травление, хотя только оно на сегодняшний день позволяет измерять плотность микро-

дефектов и классифицировать их по типу ямок травления и узорам распределения плотности на поверхности среза. Неприемлемо, разумеется, и декорирование микродефектов примесями, чтобы они стали доступными для традиционной рентгеновской топографии.

Рентгеновская топография не позволяет непосредственно наблюдать микродефекты, но при определенном условии обеспечивает визуализацию создаваемых ими деформационных полей. Этим условием является схема, в которой подавлено динамическое дифрагирование рентгеновского излучения на основной—совершенной—матрице кристалла с целью получения контраста изображений деформационных полей вокруг микродефектов за счет кинематического дифрагирования.

Первую работу в этом направлении в 1969 году сделал Чикава с сотрудниками ([1]). Однако основные исследования по этому вопросу ведутся по другой двухкристальной схеме—с асимметричным отражением по Брэггу на кристалле—монохроматоре (скользящее падение), реализованной в 1975 году Реннингером ([2]) (плосковолновая топография). У нас эти работы ведутся группой Шульпиной—Крыловой в Ленинграде, за рубежом — группой Мелинга в ГДР. В совместной публикации [3] этих групп приведена соответствующая библиография. Стимулирующие эксперимент теоретические исследования по контрасту изображений деформационных полей, получаемых в плосковолновой топографии, ведут Инденбом и Каганер ([4]—[6]).

Микродефектам уделяется серьезное внимание (см., например, [7]—[9]). В [3] показано, что такую же чувствительность к микродефектам, как двухкристальная плосковолновая топография, имеет секционная топография.

На станции «Топография и дифрактометрия» бункера СИ накопителя ВЭПП-4 ([10]) уже был получен опыт выявления включений—продуктов распада твердого раствора кислорода в кремнии—после его отжига при различных температурах. Использовалось отражение по Лауэ в белом пучке СИ. Там же была начата работа по поиску оптимальных (с точки зрения обнаружения ростовых микродефектов) отражений ([11]) и по секционной топографии на СИ ([12])—приведена библиография по этому вопросу; [13]).

Малые деформационные поля широкого класса микродефектов недоступны для традиционной однокристалльной топографии ([3]). В то же время достаточно крупные включения, обязанные распаду твердого раствора кислорода в кремнии при его отжиге, наблюдае-

мы при съемках в отражении по Лауэ в белом пучке СИ (см. выше). Несомненно, представляет интерес целенаправленное получение данных, которые позволили бы установить предельные возможности однокристалльной топографии по отношению к микродефектам. Способ решения этой задачи состоит из двух компонентов: оптимальных съемок на СИ и съемок плосковолновым методом одного и того же участка одного и того же образца.

Здесь сообщается информация о съемках на СИ. Для оптимизации съемок выбрано асимметричное отражение по Брэггу и по Лауэ. Предпочтение ему было отдано из-за большой поперечной когерентности СИ, обеспечиваемой как малыми эффективными размерами источника СИ—электронного сгустка, так и большими расстояниями от него до исследуемого образца. Следует ожидать, что увеличение ширины дифрагировавшего пучка при малых моду-

лях параметра асимметрии $b = \frac{\mathbf{n} \cdot \mathbf{s}_0}{\mathbf{n} \cdot \mathbf{s}_h}$, где \mathbf{n} , \mathbf{s}_0 и \mathbf{s}_h —орты обращенной внутрь кристалла нормали к его поверхности и волновых векторов падающей и дифрагировавшей волн соответственно ([14]), влечет за собой увеличение пространственной когерентности дифрагировавшего пучка по сравнению с падающим пучком в случае отражения по Брэггу. Можно ожидать увеличения пространственной когерентности и в геометрии Лауэ при $b \ll 1$. Пространственная когерентность СИ при обычных размерах электронного сгустка поперек орбиты около 1 мм, расстояниях от него до образца в несколько десятков метров и длине волны около 1 Å составляет несколько микрон. Увеличение ее в дифрагировавшем пучке в $|b|^{-1}$ раз в геометрии скользящего падения (случай Брэгга и Лауэ) позволяет предположить, что может быть понижен предел чувствительности однокристалльной топографии к микродефектам в сравнении с симметричным отражением. Менее прозрачным является влияние полихроматичности СИ на формирование контраста деформационных полей в кристаллах. Это же относится и к высокой степени поляризации СИ.

Однокристалльные съемки выполнены на станции «Топография 3» (9.4) на пучке СИ виглера с магнитным полем 5 Т специализированного источника СИ SRS—накопителя с энергией электронов 2 ГэВ—в Лаборатории Дарсбери (Англия) ([15, 16]). Расстояние от виглера до образца, установленного на гониометре станции,—36 м. Размеры источника СИ—электронного сгустка—поперек орбиты определяются средними квадратичными отклонениями гауссовых распределений плотности сгустка $\sigma_x = 5,5$ мм

по горизонтали перпендикулярно к орбите и $\sigma_z = 0,3$ мм по вертикали. Предстоящая в ноябре 1986 года — феврале 1987 года модернизация SRS с целью создания «структуры с большой яркостью» приведет к уменьшению величины σ_x до 1,3 мм. Пока же для улучшения разрешения топограмм и увеличения поперечной когерентности СИ формируется эффективный размер источника по горизонтали $0,5 \div 13$ мм. Для этого в вакуумной камере накопителя установлена регулируемая по горизонтали вертикальная щель с «ножами» из карбида вольфрама толщиной 10 мм (от виглера до щели — около 4,5 м). Все съемки здесь были выполнены при ее ширине 0,5 мм.

Кремниевая пластина, вырезанная из полученного по методу Чохральского слитка приблизительно перпендикулярно оси роста [100] и подготовленная для наращивания эпитаксиального слоя, имела непланарную геттерную сторону и поэтому была использована только в съемке на отражение по Брэггу (планарная сторона). Съемка по Лауэ неинформативна из-за нарушений поверхностного слоя непланарной стороны. Тривиальным результатом съемки является визуализация ростовых полос. Наблюдаются маломасштабные неоднородности, разумеется, в поверхностном слое; изображения их деформационных полей — в черно-белом контрасте (упорядоченность от белого к черному — вдоль проекции вектора дифракции на фотопластинку) (рис. 1).

Сделана попытка выявления включений в кремниевой эпитаксиальной структуре (100), выращенной на подложке, полученной методом Чохральского. В отражении по Брэггу зафиксированы: сегрегационные полосы с поперечными «струями»; многочисленные мелкомасштабные включения с обращенным контрастом; ряд маломасштабных включений с черно-белым контрастом (белое-черное — вдоль проекции вектора дифракции) (рис. 2). В отражении по Лауэ наблюдаются прямые изображения (экстинкционный контраст) краевых дислокаций (в том числе с обращенным контрастом — раздвоенные ([17])) (рис. 3) и их далекодействующие поля напряжений, а также ряд маломасштабных включений с черно-белым контрастом (см. выше).

Кремниевая пластина, вырезанная из полученного методом бесстигельной зонной плавки слитка приблизительно перпендикулярно оси роста [111], шлифованная до M10 и обработанная в медленно действующем травителе, была снята на отражение по Брэггу и по Лауэ. В первом случае визуализированы: ростовые полосы (не столь, однако, контрастные, как у двух предыдущих кристаллов,

— 200 мкм



↓ [001]

$$b = -\frac{1}{31,6}$$

→ \vec{g}_{880}

$$\lambda = 0,7 \text{ \AA}$$

Рис. 1. Кремний дырочной проводимости, легированный бором с удельным сопротивлением 7,5 Ом·см (КДБ—7,5). В формировании изображения участвуют также все другие гармоники с четными $h = k = 2 \div 32$.

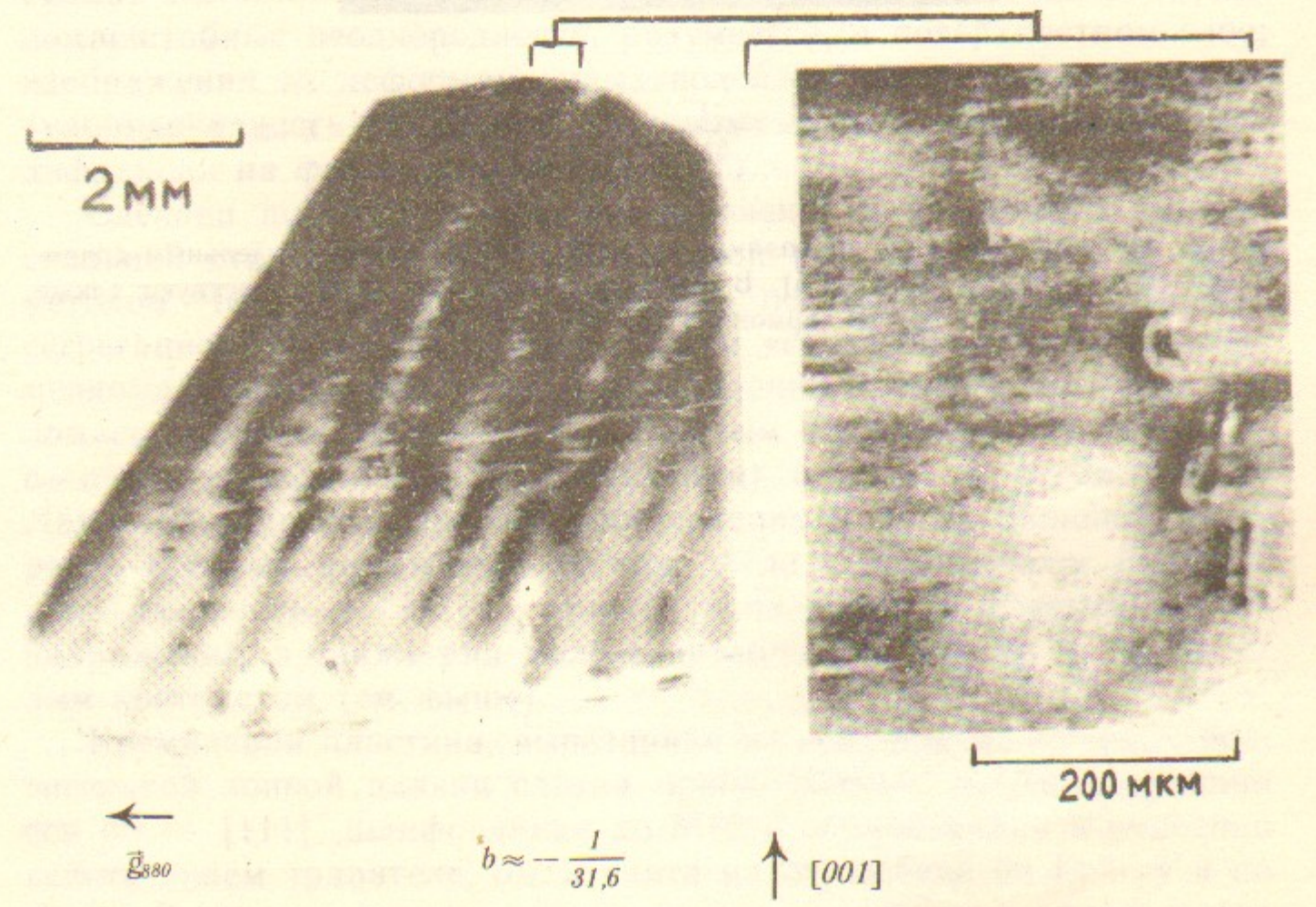
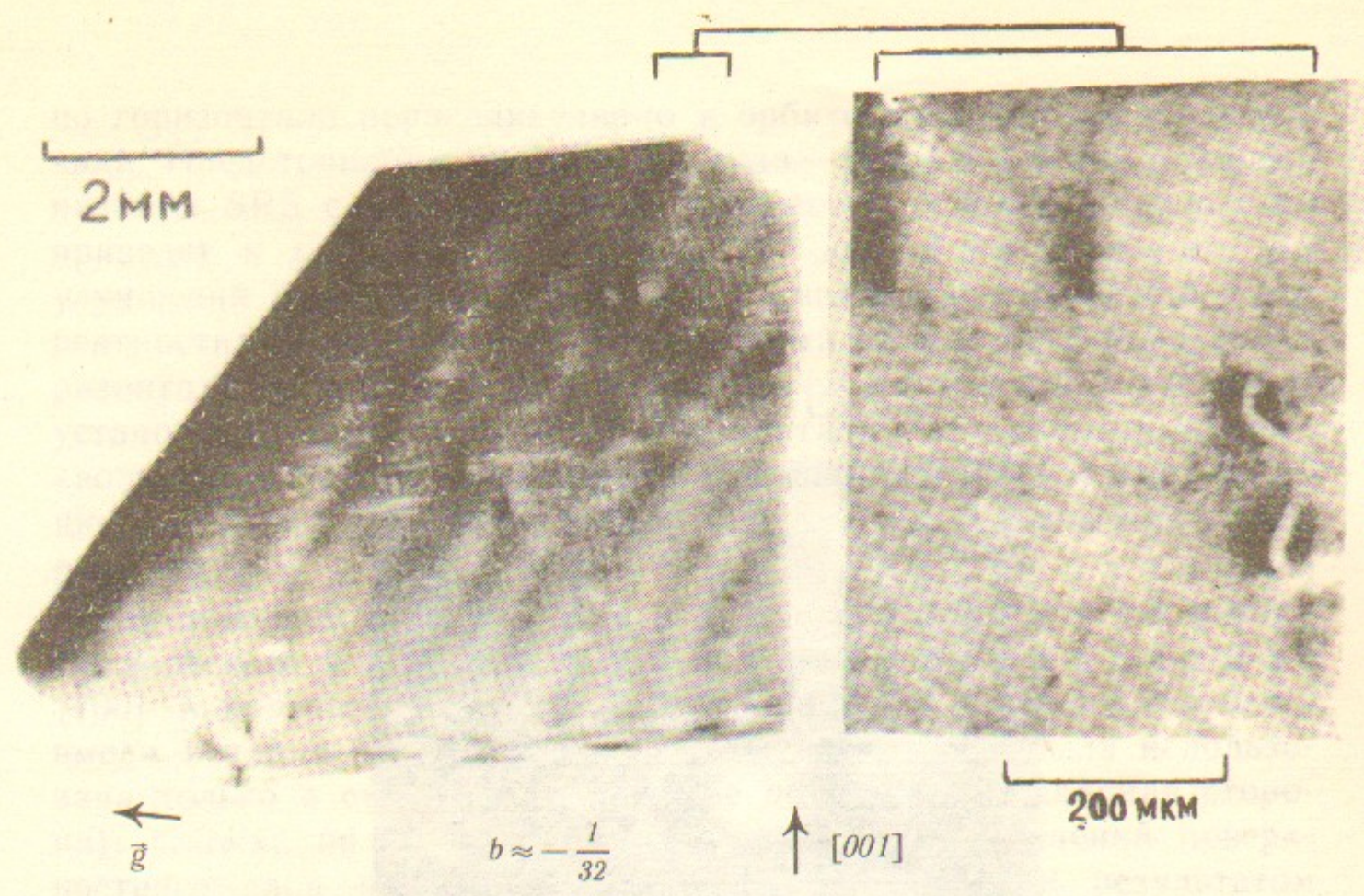
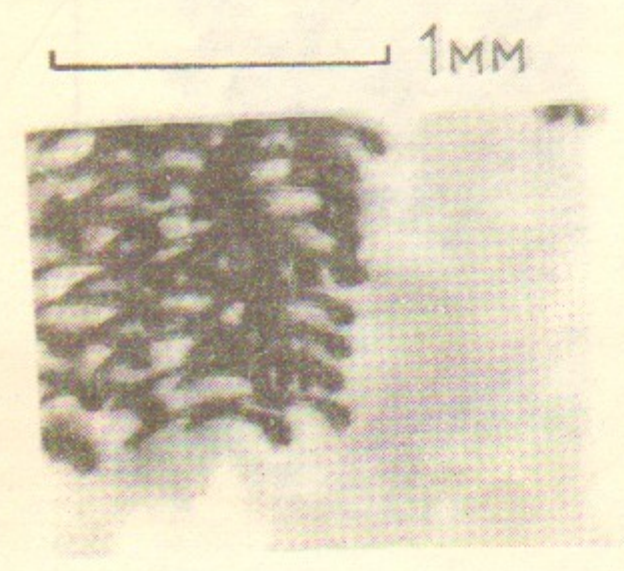


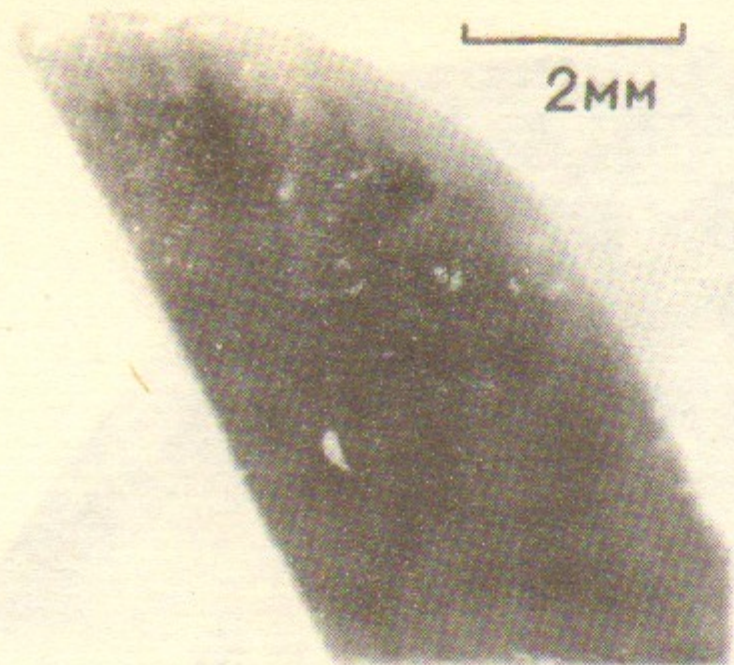
Рис. 2. $\lambda=0,7 \text{ \AA}$ (и другие гармоники). Оба рефлекса получены за одну съемку.



(и другие гармоники)

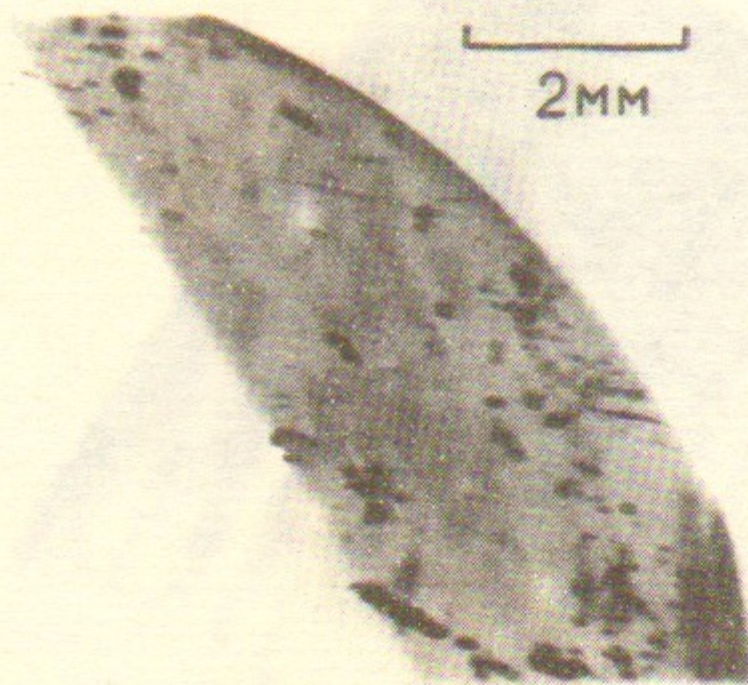
$b = \frac{1}{17,9}$

Рис. 3. Эпитаксиальный слой обращен к падающему пучку.



a

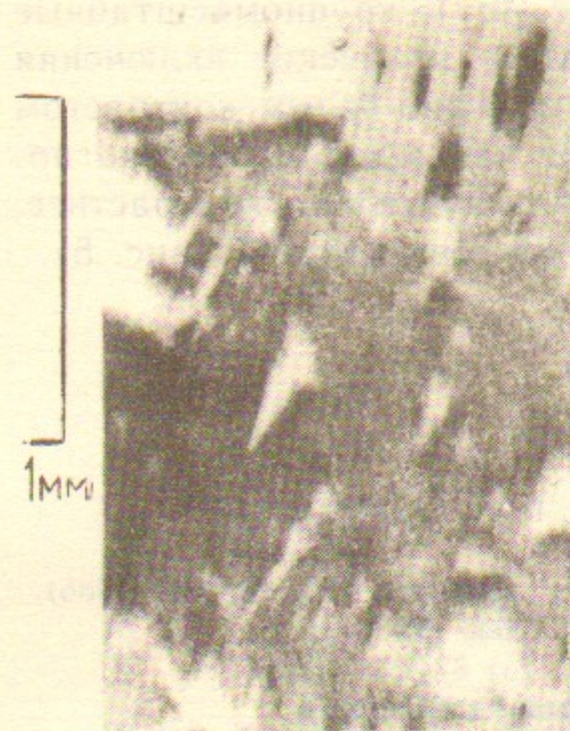
→ \bar{g}_{331}
 $\lambda = 1\text{\AA}$ (и другие гармоники)
 $\uparrow [1\bar{1}0]$ $b \approx -\frac{1}{25}$



б

→ \bar{g}
 $\lambda \sim 1\text{\AA}$ (и другие гармоники)
 $\uparrow [1\bar{1}0]$ $b \approx -\frac{1}{25}$

Рис. 4. Оба рефлекса получены за одну съемку

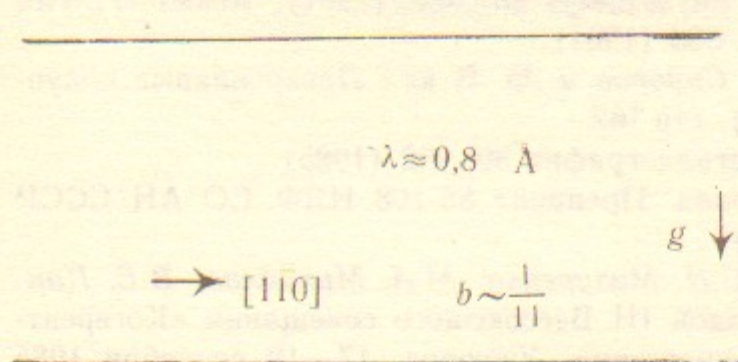


1mm

↓ \bar{g}_{331} $\lambda = 0,8 \text{\AA}$

→ $[1\bar{1}0]$ $b \approx \frac{1}{11,4}$

1mm



1mm

$\lambda \approx 0,8 \text{\AA}$

→ $[1\bar{1}0]$ $b \sim \frac{1}{11}$

g ↓



↓ \bar{g} $\lambda \approx 0,8 \text{\AA}$

→ $[1\bar{1}0]$ $b \sim \frac{1}{11}$

Рис. 5. Участвуют и другие гармоники. Первый и третий рефлексы получены в одной съемке.

полученных методом Чохральского) (рис. 4а)); крупномасштабные кинематически рассеивающие рентгеновское излучение включения (рис. 4б)); маломасштабные включения с черно-белым контрастом (см. выше). Во втором случае (Лауэ) не наблюдаются только полосы роста: два других типа дефектов — значительно контрастнее, чем в геометрии Брэгга (и, разумеется, многочисленнее) (рис. 5).

ЛИТЕРАТУРА

1. J. Snikawa, Y. Asaeda, I. Fujimoto. J. of Appl. Phys. 41, 1922 (1970).
2. M. Reppinger. J. of Appl. Cryst. 9, 178 (1976).
3. Н.О. Крылова, В. Мелинг, И.Л. Шульпина, Э.Г. Шейхет. ФТТ, 28, 440 (1986).
4. В.Л. Инденбом, В.М. Каганер. ДАН СССР, 282, 608 (1985).
5. V.L. Indenbom, V.M. Kaganer. Phys. Stat. Sol. (a) 87, 253 (1985).
6. В.М. Каганер, В.Л. Инденбом. Кристаллография 31, 29 (1986).
7. A.J.R. Kock, W.M. Wiggert. Appl. Phys. Lett. 38, 888 (1981); Rokspoer, Van Den Boom. J. of Crystal Growth 53, 563 (1981).
8. С.Н. Горин, С.И. Калюжная, Ю.А. Сидоров и др. В кн.: Легированные полупроводниковые материалы (М., 1985), стр.162.
9. А.М. Эйдензон, Н.И. Пузанов. Кристаллография 30, 992 (1985).
10. И. Куб, В.Е. Панченко, М. Полцарова. Препринт 85-108 ИЯФ СО АН СССР (Новосибирск, 1985); ЖТФ (в печ.).
11. Г.Н. Кулипанов, Ю.М. Литвинов, С.Н. Мазуренко, М.А. Михайлов, В.Е. Панченко, В.Г. Постолов. Тезисы докладов III Всесоюзного совещания «Когерентное взаимодействие излучения с веществом», Ужгород, 17—19 сентября 1985 года (Москва, 1985), стр.117.
12. А.А. Васенков, Г.Н. Кулипанов, Ю.М. Литвинов, С.Н. Мазуренко, Н.Ф. Моисеенко, В.Е. Панченко. Письма в ЖТФ 11, 1196 (1985).
13. А.А. Васенков, Г.Н. Кулипанов, Ю.М. Литвинов, С.Н. Мазуренко, М.А. Михайлов, В.Е. Панченко. Препринт 86-120 ИЯФ СО АН СССР (Новосибирск, 1986).
14. G. Materlik, V.O. Kostroun. Rev. Sci. Instrum. 51, 86 (1980).
15. D.K. Bowen. Annals of New York Academy of Sciences, «Ultra Soft X-Ray Microscopy» (1980); D.K. Bowen a.o. Nucl. Instr. and Meth. 195, 277 (1982).
16. D.K. Bowen, J.C. Bilello. From: Applications of X-Ray Topographic Methods to Materials Science Edit. by S. Weissmann, F. Balibar and J.-F. Petroff (Plenum Publishing Corporation, 1984).
17. K. Ishida, A. Ootuka, S. Takagi. Phil. Mag. A 43, 935 (1981).

Г.Ф. Кларк, В.Е. Панченко

Асимметричные съемки кремния в геометрии Лауэ и Брэгга на пучке СИ SRS

Ответственный за выпуск С.Г. Попов

Работа поступила 12 июня 1986 г.
Подписано в печать 18.08.1986 г. МН 11788
Формат бумаги 60×90 1/16 Объем 0,9 печ.л., 0,8 уч.-изд.л.
Тираж 250 экз. Бесплатно. Заказ № 122

Набрано в автоматизированной системе на базе фото-
наборного автомата ФА1000 и ЭВМ «Электроника» и
отпечатано на ротапринте Института ядерной физики
СО АН СССР,
Новосибирск, 630090, пр. академика Лаврентьева, 11.