

05;12

Неразрушающий контроль микроканального (макропористого) кремния с помощью рентгеновской топографии

© *Е.В. Астрова, А.Д. Ременюк, А.Г. Ткаченко, И.Л. Шульпина*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург

Поступило в Редакцию 9 августа 2000 г.

Показаны возможности методики рентгеновской топографии для получения изображения границы между микроканальным кремнием и подложкой, оценки ее качества, определения глубины каналов и выявления механических напряжений. Метод позволяет, не разрушая образец, контролировать структуру макропористой области с разрешающей способностью $\geq 5 \mu\text{m}$.

Технология и области применения микроканального (макропористого) кремния (МКК) активно развиваются и расширяются [1–11]. До настоящего времени качество и параметры пористого слоя определяли с помощью изображения поперечного сечения образца в оптическом или сканирующем электронном микроскопе, что приводило к нарушению его целостности. Во многих случаях это, однако, недопустимо. В настоящей работе предлагается использовать методику рентгеновской топографии для неразрушающего контроля образцов МКК.

Для изготовления МКК использовался исходный кремний, легированный фосфором. Пластины диаметром 25 mm, ориентированные в плоскости (100), полировались с обеих сторон до толщины $300 \mu\text{m}$ и подвергались термическому окислению в парах воды для получения окисной маски. При этом использовались фотошаблоны с разным рисунком (см. таблицу). Через окисную маску проводилось стандартное анизотропное травление, формировавшее рельеф поверхности с затравочными ямками в форме перевернутых пирамид на лицевой стороне образца. Фотоэлектрохимическое травление глубоких пор (каналов), впервые предложенное в [1], проводилось в ячейке, изображенной на рис. 1, а, в водном 4%-ном растворе HF с добавкой этилового спирта.

Параметры микроканального кремния

№ образца	ρ исх. Si, $\Omega \cdot \text{cm}$	№ фотошаблона	Рисунок фотошаблона	Диаметр пористой области, mm	Диаметр каналов d , μm	Расстояние между каналами, μm	Глубина каналов l , μm
907	60	АТ-1	Квадрат	20	9	30	220–250
9Н9	15	АТ-3	Треугол	14	3	12	200 ± 5

Письма в ЖТФ, 2000, том 26, вып. 24

Геометрия ячейки была такова, что диаметр области, соприкасающейся с электролитом, D_1 был больше, чем диаметр освещаемой области D_2 . Это позволяло избежать появления краевой канавки, но приводило к появлению переходной области между микроканальной и периферийной частью образца без пор (рис. 1, *b*). Устойчивый рост каналов происходил при плотности тока $j = 3 \text{ mA/cm}^2$ со скоростью $\sim 0.6 \text{ }\mu\text{m/min}$. Изображение поперечного сечения одного из образцов (9Н9) в сканирующем электронном микроскопе (SEM) показано на рис. 1, *c*. Параметры исследовавшихся образцов сведены в таблице.

Для неразрушающего контроля образцов использована методика рентгеновской дифракционной топографии, ранее разработанная для определения положения внутренних границ [12]. Схема получения топограмм в геометрии Брэгга, условно называемых секционными, показана на рис. 2, *a* на примере образца 9Н9. Топограмма получена при использовании симметричного отражения 400 от обратной поверхности образца. Условно секционными такие топограммы называются потому, что они получаются в относительно узком (коллимированном) пучке рентгеновских лучей для неподвижных образцов. Они представляют собой проекционное изображение своеобразного сечения кристалла по толщине (рис. 1, *b*). В данном случае донная часть каналов образует внутреннюю общую границу пористого слоя в кристалле. Изображение ее сечения узким рентгеновским пучком может быть получено при соответствующем подборе дифракционных условий съемки топограмм [12]. Глубина залегания границы, если отсчитывать ее с обратной стороны пластины, в общем случае определяется по формуле $\Delta = h \sin(\theta + \alpha) / \sin 2\theta$, где θ — угол Брэгга для используемого отражения, α — угол между отражающей плоскостью и поверхностью образца, а h измеряется на топограмме (рис. 2, *a*). Для данной топограммы $\alpha = 0$, $\theta = 15.5^\circ$. Топограммы приведенного типа позволяют получить полезную информацию о границе пористого слоя, а также о его структуре в целом в том случае, когда $\Delta \leq t$, где t — глубина проникновения рентгеновских лучей, дающих вклад в дифракционное изображение. В общем случае t можно рассчитать по формулам, приведенным в [12], и для кремния она составляет приблизительно $200 \text{ }\mu\text{m}$ при использовании молибденового и $50 \text{ }\mu\text{m}$ при использовании медного излучения.

Для образца 9Н9 было определено $\Delta = 102 \pm 5 \text{ }\mu\text{m}$, что хорошо согласуется с глубиной каналов $l = 200 \text{ }\mu\text{m}$, найденной из SEM изображения поперечного скола (сравните с рис. 1, *c*), $l + \Delta = 300 \text{ }\mu\text{m}$.

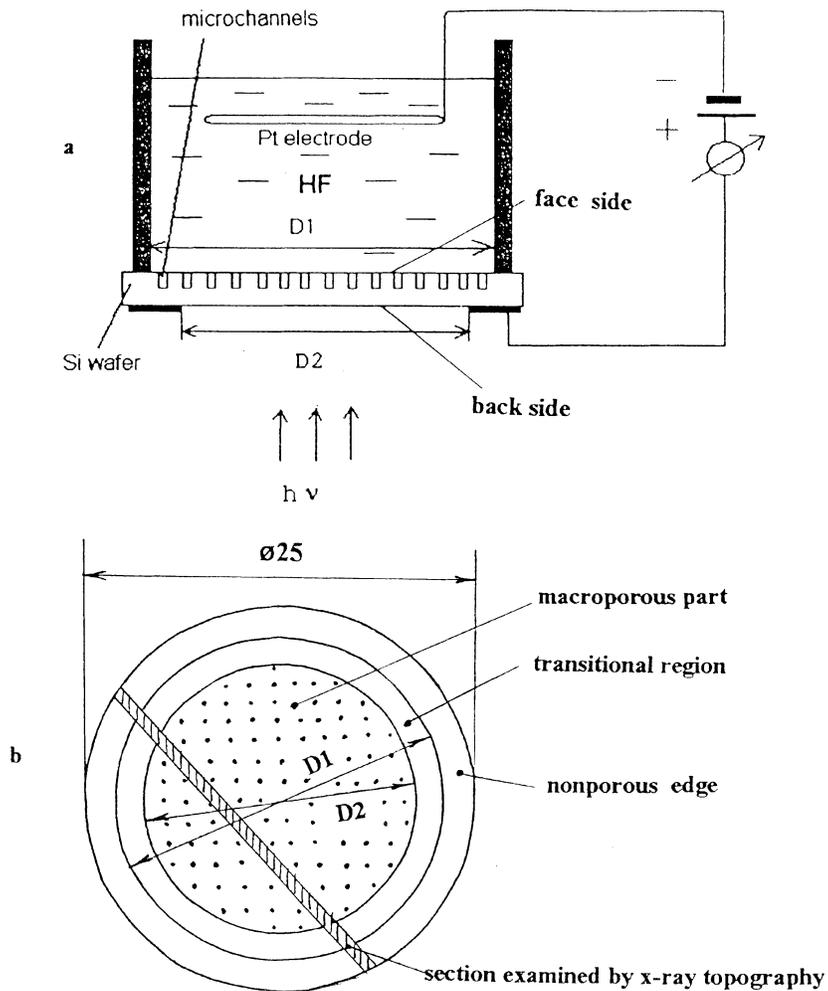


Рис. 1. Получение и структура образцов микроканального кремния: *a* — ячейка для фотоэлектрохимического травления каналов; *b* — форма и размеры образцов (штриховкой показано одно из возможных мест сечения образца рентгеновским пучком при получении топограмм); *c* — SEM-изображение каналов в образце 9Н9. Поперечное сечение.

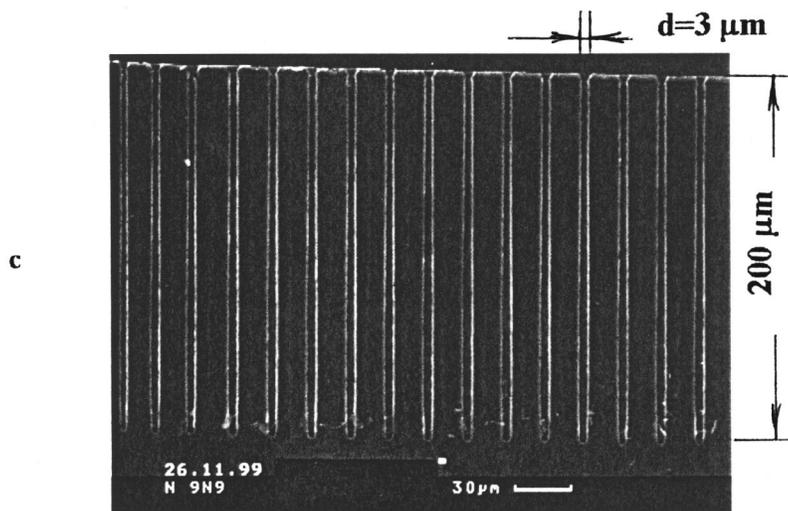


Рис. 1 (продолжение рисунка).

Качество каналов можно оценить по отклонению от линии, параллельной изображению поверхности образца (белая полоса). В данном случае (рис. 1, *a*) граница ровная. В пористой области образец является плоским, а его беспористый край несколько изогнут. Это видно по наличию на топограмме рис. 2, *a* интерференционных полос. Из их формы (наклон к поверхности, разная ширина у поверхности и в глубине образца) можно заключить, что изгиб связан с напряжениями на границе микроканальной области. Он возникает из-за градиента плотности, причем, если смотреть с обратной поверхности образца, то его беспористый край вогнут по отношению к области с порами. Из топограммы также видно, что область с каналами рассеивает рентгеновские лучи сильнее, чем область совершенного кристалла на краю образца, но значительно слабее, чем обратная поверхность образца с типично кинематическим характером рассеяния. Топограммы приведены в позитивном контрасте — наибольшей интенсивности рассеяния рентгеновских лучей отвечает белый контраст. Изображения отдельных каналов в пористой части образца не разрешаются, а изображение всей пористой части в целом носит диффузный характер. Возможно,

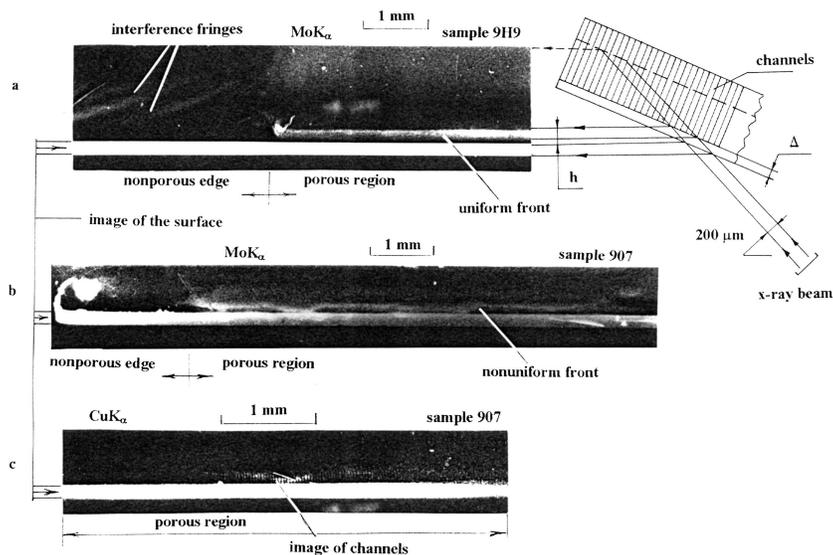


Рис. 2. Рентгеновские топограммы микроканального кремния: *a* — схема рентгеновской методики неразрушающего контроля каналов в макропористом кремнии и фрагмент секционной топограммы образца 9H9, полученного в отражении 400 ($\text{MoK}\alpha$ -излучение); *b* — фрагмент секционной топограммы образца 907 в $\text{MoK}\alpha$ -излучении; *c* — фрагмент топограммы образца 907 в двухкристальном варианте методики с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения.

диффузный характер рассеяния связан со структурой этой области, до некоторой степени схожей с периодическим рельефом поверхности кристаллов.

На рис. 2, *b* приведена аналогичная топограмма для образца 907. Видно, что граница пористого слоя в исследованном сечении неровная. Соответствующие измерения дают разброс $\Delta = 80\text{--}50\ \mu\text{m}$. Частично разрешить отдельные каналы удалось в образце 907 при использовании малодисперсионной двухкристальной схемы получения топограмм в $\text{CuK}\alpha$ -излучении [13]. Роль монохроматора и коллиматора излучения выполнял совершенный кристалл кремния в асимметричном брэгговском отражении 331, для образца по-прежнему использовалось симметричное отражение 400 от его обратной поверхности. Фрагмент

соответствующей топограммы представлен на рис. 2, с. Видно, что изображение каналов формируется главным образом их боковой поверхностью, т. е. стенками. Топограмма демонстрирует слабые неоднородные напряжения кристаллической решетки пористой области, связанные, возможно, с неровностью фронта каналов. Сама эта граница в условиях большого поглощения рентгеновских лучей и геометрии дифракции в CuK_α — излучении на топограмме не видна. Разрешение изображения каналов и получение контраста, связанного со слабыми напряжениями кристаллической решетки в пористой части образца, достигнуты за счет применения более длинноволнового излучения (CuK_α в сравнении с MoK_α) и хорошей коллимации рентгеновского пучка. Оба эти фактора повышают разрешение и чувствительность метода.

Таким образом, в работе рассмотрена применимость экспериментальной методики условно-секционных топограмм для неразрушающего контроля пор в микроканальном кремнии. Использование этой методики позволило определить глубину и расстояние между каналами, оценить качество границы между макропористой областью и монокристаллической подложкой, а также обнаружить слабые механические напряжения в образцах. Полученные результаты имеют большое практическое значение для технологии структур на основе макропористого кремния.

Работа поддержана грантами РФФИ 98-02-18309 и Миннауки 99-1107.

Список литературы

- [1] *Lehmann V., Foll H.* // J. Electrochem. Soc. 1990. V. 137. P. 653.
- [2] *Grunig U., Lehmann V., Ottow S.* et al. // Thin Solid Films. 1996. V. 276. P. 151.
- [3] *Grunig U., Lehmann V., Engelhardt C.M.* // Appl. Phys. Lett. 1995. V. 66. P. 3254.
- [4] *Kleinman P., Linros J., Peterson S.* // Materials Science & Engineering B. 2000. V. 69-70. P. 29.
- [5] *Birner A., Gruning U., Ottow S.* et al. Phys. Stat. Solidi A, 165, 111, (1998).
- [6] *Bush K., John Sajeev* // Phys. Rev. Lett. 1999. V. 83(5). P. 967.
- [7] *Grunig U., Lehmann V., Ottow S.* et al. // Appl. Phys. Lett. 1996. V. 68. P. 747.
- [8] *Foresi J.S., Villeneuve P.L., Ferrara J.* et al. Nature. 1997. V. 390. P. 143.

- [9] *Beetz S.P., Jr., Boerstler R.W., Steinbeck J.* et al. // United State Patent N 5. 997. 713 Date Dec. 7, 1999. "Silicon etching process for making microchannel plates".
- [10] *Astrova E.V., Grekhov I.V., Naschekin A.V.* et al. NATO/EC ARW, Spring School Frontiers of Nano-Optoelectronic Systems: Molecular-Scale Engineering and Processes, Abstract FNOE-1, Kyiv 2000.
- [11] *Astrova E.V., Voronkov V.B., Grekhov I.V.* et al. // Techn. Phys. Lett. 1999. V. 25. P. 958.
- [12] *Шульпина И.Л.* // Кристаллография. 1992. Т. 37. В. 2. С. 451.
- [13] *Bowen D.K., Tanner B.K.* "High resolution X-ray diffractometry and topography". London: UK, 1998. 252 p.