

Динамические свойства дислокаций в термообработанных при низких температурах пластинах кремния

© М.В. Меженный, М.Г. Мильвидский*, В.Ф. Павлов, В.Я. Резник*

Федеральное государственное унитарное предприятие "Гиредмет",
109017 Москва, Россия

*Институт химических проблем микроэлектроники,
109017 Москва, Россия

E-mail: icpm@mail.girmet.ru

(Поступила в Редакцию 18 апреля 2000 г.)

Изучены особенности генерации и движения дислокаций в бездислокационных пластинах кремния (монокристаллы выращены методом Чохральского), подвергнутых термообработкам при 450 и 650°C. Установлено, что низкотемпературные термообработки пластин с содержанием кислорода $(7-8) \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ оказывают существенное влияние на динамические характеристики вводимых в них при четырехточечном изгибе дислокаций, вызывая увеличение стартовых напряжений начала их движения. Обнаружена характерная пространственная неоднородность в генерации и распространении дислокаций от отпечатков индентора при изгибе термообработанных пластин. Обсуждаются причины выявленных закономерностей.

В процессах формирования активных элементов интегральных схем бездислокационные пластины кремния больших диаметров подвергаются различным механическим и термическим воздействиям, в ходе которых возникает большая опасность генерации в них дислокаций. В связи с этим не теряет своей актуальности проблема механической прочности пластин и в первую очередь проблема природы источников гетерогенного зарождения в них дислокаций и факторов, определяющих динамические свойства последних (см., например, [1,2]). Механические свойства бездислокационных монокристаллов кремния, выращиваемых методом Чохральского, в частности их пластичность, в значительной степени определяются содержанием и формой нахождения в них кислорода. В реальных условиях выращивания кислород входит в кристалл в концентрациях, достаточных для образования в широком интервале температур пересыщенных твердых растворов, распад которых происходит как непосредственно в процессе посткристаллизационного охлаждения слитка (частично), так и при последующих термообработках вырезаемых из него пластин. Образующиеся при этом кислородсодержащие преципитаты в зависимости от их природы и размера могут играть роль как центров гетерогенного зарождения дислокаций, так и являться стопорами для движения дислокаций, затрудняя процессы их распространения и размножения. Природа и размеры преципитатов в кристаллической матрице определяются содержанием в ней кислорода, а также тепловыми условиями выращивания монокристаллов и режимами термообработки пластин. Цель настоящей работы — изучение влияния на динамические свойства дислокаций низкотемпературных термообработок пластин, в процессе которых в них происходит распад пересыщенного твердого раствора кислорода с образованием чрезвычайно мелких кислородных кластеров [3].

1. Образцы для исследований и методика эксперимента

Пластины для исследований вырезали из полученных методом Чохральского бездислокационных монокристаллов кремния диаметром 150 mm (удельное сопротивление $5 \Omega \cdot \text{cm}$, дырочный тип проводимости, содержание кислорода $\sim (7-8) \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$), выращенных в "вакансионном" режиме [4] в направлении [001]. Термообработку пластин проводили в режимах: 1000°C/15 min + 450°C/16 h (пластина 1) и 1000°C/15 min + 650°C h (пластина 2). Высокотемпературная стадия термообработки проводилась с целью растворения в кристаллической матрице кислородсодержащих преципитатов "ростового" происхождения. В процессе термообработки при 450°C в образцах происходит интенсивное образование кислородных кластеров, обладающих донорными свойствами (термодоноров). Термообработка при 650°C приводит к формированию в пластинах более крупных (по сравнению с термообработкой при 450°C) кислородных кластеров, основная часть из которых не проявляет электрической активности [3].

Образцы для механических испытаний вырезали из пластин в форме параллелепипедов размером $25 \times 4 \times 0.7 \text{ mm}$ с плоскостью большой грани {100}, длинная сторона образца была сориентирована вдоль направления $\langle 110 \rangle$. Образцы химически полировали в кислотной смеси $\text{HF}:\text{HNO}_3=1:6$ в течение 5 min. При этом с поверхности удалялся слой толщиной $\sim 40 \mu\text{m}$. Далее на исследованную поверхность образца наносились несколько отпечатков индентором Кнуппа (нагрузка на индентор составляла 0.25 N, время выдержки под нагрузкой 15 s). После этого исследуемый образец помещался в устройство для четырехточечного изгиба, в котором деформирование образцов осуществляли методом [5] при температурах 600 и 800°C. Сторона образца, на которой располагались отпечатки индентора,

подвергалась растяжению. В результате индентирования поверхности образца и последующего нагружения при температуре испытания в его приповерхностном слое возникают дислокационные полупетли, состоящие из двух 60° -х сегментов и фрагмента винтовой дислокации, расположенного параллельно поверхности образца. В проведенных исследованиях изучалась подвижность 60° -х сегментов дислокационных петель.

Структурные изменения в пластинах контролировали методами рентгеновской топографии и оптической микроскопии. Для сравнения исследовали также образцы, вырезанные из пластины непосредственно после выращивания (пластина 3).

2. Исследование динамики дислокаций

На рис. 1 показана зависимость скорости движения дислокаций в термообработанных образцах при 600°C от величины приложенных сдвиговых напряжений. Для сравнения на этом же рисунке приведены аналогичные зависимости для образцов, вырезанных из пластины 3 (постростовое состояние). Сопоставление полученных результатов показывает, что скорости движения дислокаций в образцах после низкотемпературных термооб-

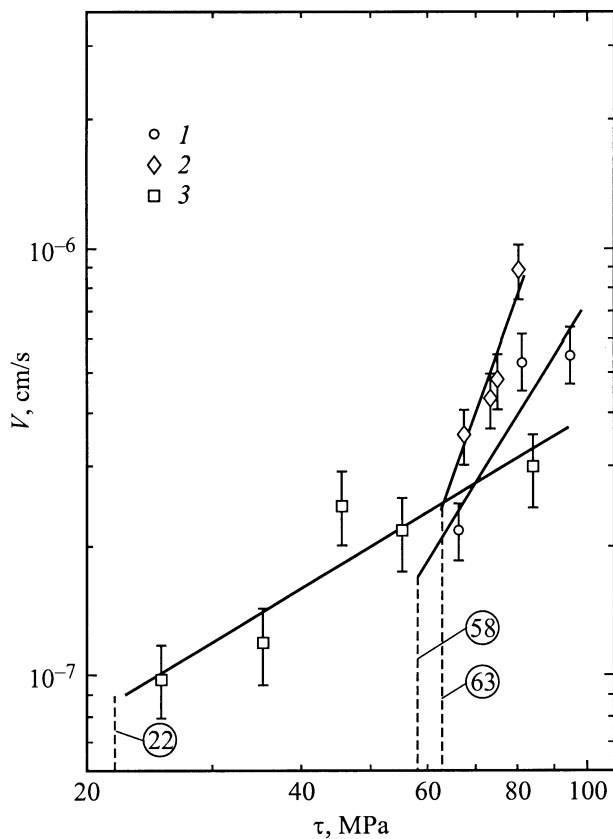


Рис. 1. Зависимость скорости движения дислокаций при 600°C в пластинах кремния от величины приложенных напряжений (вертикальные штриховые линии — стартовые напряжения начала движения дислокаций в исследуемых образцах).

работок выше, чем в образцах непосредственно после выращивания. Особо обращают на себя внимание существенно большие величины стартовых напряжений начала движения дислокаций в термообработанных образцах: в образцах из пластин 1 и 2 значения стартовых напряжений составили 58 и 63 МПа соответственно, против 22 МПа в образцах из пластины [3]. Следует отметить, что при напряжениях ~ 80 – 90 МПа во всех исследованных образцах наблюдалась массовая генерация дислокационных полос скольжения от посторонних внешних источников, приводившая к их макродеформации и затруднявшая наблюдение за дислокациями, вводимыми индентором. При температуре испытаний 800°C в образцах из пластин 1 и 2 значения стартовых напряжений составляли 25 и 43 МПа, а пластический изгиб образцов наблюдался уже при напряжениях 45 и 50 МПа соответственно. Критические напряжения начала движения дислокаций в образцах из пластины 3 при температуре 800°C составляли 12 МПа, а напряжения, приводящие к пластическому изгибу, — 25 МПа. Следует обратить внимание на то, что при изгибе образцов при температуре 800°C наблюдался большой разброс в значениях величин критических напряжений начала движения дислокаций, а также величин напряжений, при которых происходит массовая генерация дислокаций от посторонних внешних источников, приводящая к пластическому изгибу образцов. Эта неоднородность, а также узкий интервал значений напряжений, в котором удавалось наблюдать движение индивидуальных дислокаций, вводимых от индентора, не позволили корректно определить скорости движения дислокаций при температуре 800°C .

Таким образом, можно констатировать, что скорости движения дислокаций во всех исследованных образцах достаточно близки. Однако в образцах после низкотемпературных отжигов при 450 и 650°C наблюдается сильное возрастание стартовых напряжений начала движения дислокаций. Установленные закономерности обусловлены, скорее всего, тем, что образующиеся при низкотемпературных термообработках кислородные кластеры являются эффективными стопорами для начала движения дислокаций и в то же время не являются серьезными препятствиями для уже движущихся дислокаций.

3. Исследование пространственной неоднородности в генерации и движении дислокаций

Характерной особенностью образцов после низкотемпературных термообработок является четко выраженная пространственная неоднородность в генерации и распространении дислокаций от отпечатков индентора при одинаковых значениях сдвиговых напряжений. При нанесении на поверхность образцов идентичных отпечатков,

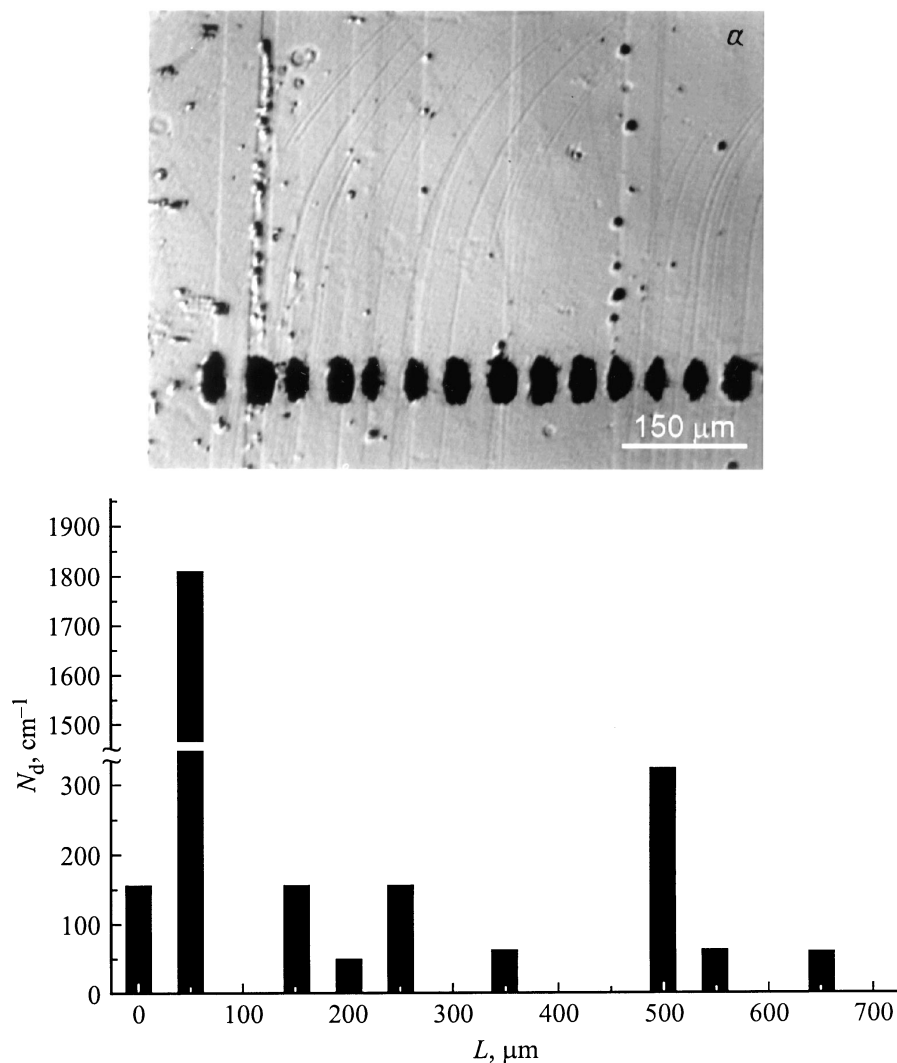


Рис. 2. Пространственная неоднородность в генерации и распространении дислокаций от отпечатков индентора. *a* — картина селективного травления образцов после их изгиба, *b* — гистограмма распределения линейной плотности дислокаций в полосах скольжения, формирующихся вокруг отдельных отпечатков индентора.

располагающихся на близких и одинаковых расстояниях друг от друга ($\sim 50 \mu\text{m}$), дислокационные полосы скольжения образуются далеко не от всех отпечатков, а протяженность полос скольжения и линейная плотность дислокаций в них даже для соседних отпечатков могут отличаться весьма существенно. Особенно отчетливо эта своеобразная неоднородность проявляется в процессе испытаний при 800°C . В качестве примера на рис. 2, *a* показаны типичные картины разбега дислокаций от расположенных рядом отпечатков индентора в процессе изгиба при 800°C . Вокруг отдельных отпечатков дислокационные полосы скольжения вообще не образуются, а там, где эти полосы формируются, линейная плотность дислокаций в них для отдельных близко расположенных отпечатков может различаться почти на 2 порядка. На рис. 2, *b* представлена гистограмма распределения линейной плотности дислокаций в полосах скольжения, образующихся от расположенных на одинаковых расстояниях

друг от друга отпечатков индентора. Прослеживается четко выраженная периодическая неоднородность в распределении линейной плотности дислокаций в полосах скольжения, формирующихся вокруг индивидуальных отпечатков.

Было проведено анодное травление термообработанных образцов (использовали электролит $\text{HF}:\text{CH}_3\text{COOH}=1:1$; плотность тока — 10 mA/cm^2 ; время травления — $\sim 5 \text{ min}$ [6]) с последующей обработкой в растворе $\text{HF}:\text{HNO}_3=1:4$ в течение 10–15 с. В результате анодного травления в образцах обнаружена характерная слоистая неоднородность (“полосы роста”), связанная, скорее всего, с соответствующим неоднородным распределением кислорода в исследуемых пластинах. Типичная картина слоистой неоднородности, выявляемой в термообработанных при 450°C образцах при анодном травлении представлена на рис. 3.

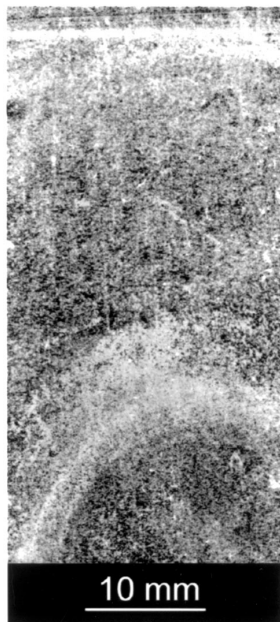


Рис. 3. Картина слоистой неоднородности, выявленная на поверхности пластины *I* путем анодного травления.

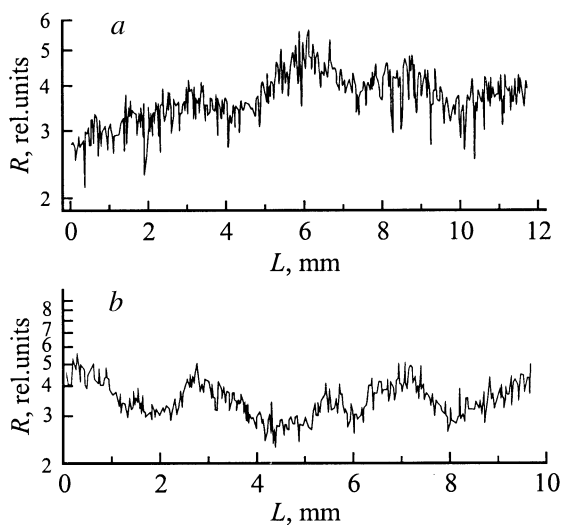


Рис. 4. Распределение сопротивления растекания вдоль радиуса пластины *I* в ее центральной (*a*) и средней (*b*) частях.

Для подтверждения того, что выявляемая слоистая неоднородность отражает характер распределения в исследуемых образцах кислорода, были проведены измерения сопротивления растекания в пластине, термообработанной при 450°C. Как мы уже отмечали выше, в процессе такой термообработки в кристаллах кремния происходит интенсивная генерация термодоноров, представляющих собой кластеры, состоящие из нескольких атомов кислорода. Концентрация термодоноров, образующихся в процессе термообработки при 450°C, очень сильно зависит от содержания кислорода в исследуемом

образце. Величина сопротивления растекания является однозначной характеристикой концентрации термодоноров (а соответственно и кислорода).

Результаты измерений сопротивления растекания в пластине после термообработки при 450°C представлены на рис. 4. Эти результаты убедительно подтверждают предположение о наличии в исследуемых образцах периодической (слоистой) неоднородности в распределении кислорода. В свете этих результатов можно с достаточным основанием считать, что основной причиной обнаруженной нами пространственной неоднородности в генерации и распределении дислокаций от отпечатков индентора в термообработанных образцах является неоднородное (слоистое) распределение в них кислорода. В процессе использованных нами низкотемпературных термообработок пластин происходит распад пересыщенного твердого раствора кислорода с образованием кислородных кластеров. Объемная плотность образующихся кластеров является весьма чувствительной функцией концентрации кислорода в кристалле. При наличии слоистой неоднородности в распределении кислорода объемные концентрации кислородных кластеров, образующихся при термообработке в соседних областях, различаются весьма существенно, что может явиться причиной возникновения модулированного неравномерным распределением кластеров поля упругих напряжений с чередованием областей, испытывающих упругую деформацию сжатия и растяжения. При этом области, обогащенные кислородом и содержащие максимальные концентрации кластеров, должны испытывать деформацию сжатия, а генерация и движение дислокаций в них должны быть затруднены. Последнее, скорее всего, обусловлено тем, что кислородные кластеры, как было показано выше, являются эффективными стопорами для начала движения дислокаций, вызывая увеличение стартовых напряжений.

Авторы выражают благодарность И.М. Юрьевой и А.В. Каргавых за измерение сопротивления растекания в исследованных образцах.

Список литературы

- [1] K. Sumino. Proc. 1st International Autumn School on Gettering and Defect Engineering in the Semiconductor Technology. Garzau / Ed. by H. Richter (1985). P. 41.
- [2] I.E. Bondarenko, V.G. Eremenko, V.I. Nikitenko, E.B. Yakimov. Phys. Stat. Sol. **A60**, 341 (1980).
- [3] V.V. Voronkov. Semicond. Sci. Technol. **8**, 2037 (1993).
- [4] R. Falster, V.V. Voronkov. J. Crystal Growth **194**, 1, 76 (1998).
- [5] Ю.А. Концевой, Ю.М. Литвинов, Э.А. Фаттахов. Пластичность и прочность полупроводниковых материалов и структур. Радио и связь. М. (1982). 240 с.
- [6] М.Г. Мильвидский, А.В. Беркова. Завод. лаб. XXVII, 5, 557 (1961).