УДК 621.315.592

Н. В. Францкевич, старший преподаватель (БНТУ); **А. В. Францкевич**, старший научный сотрудник (БНТУ);

А. К. Федотов, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой (БГУ); А. В. Мазаник, кандидат физико-математических наук, доцент (БГУ)

ИССЛЕДОВАНИЕ КОНИЧЕСКИХ СТРУКТУР, СФОРМИРОВАННЫХ НА ПОВЕРХНОСТИ ПЛАСТИН МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ, МЕТОДАМИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ И СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Проведены исследования методами комбинационного рассеяния и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) конусообразных структур, массив которых образуется на поверхности пластин кремния в результате обработки в плазме кислорода или водорода. Показано, что плотность распределения конических образований по поверхности уменьшается с увеличеним дозы предимплантированного гелия и температуры плазменной обработки. Минимальная (0,2 мкм) и максимальная (2 мкм) высота и диаметр получаемых структур от условий плазменной обработки и дозы предимплантированного гелия не зависят. Комбинационным рассеянием не выявлено изменений в кристаллической структуре кремния в дефектной области.

On the surface of the plates Cz-Si *n*-type cone-shaped structure formed as a result of helium implantation, annealing and processing in DC plasma of hydrogen. The structures were studied by Raman scattering and scanning electron microscope. Studies indicate that the structures formed by crystalline silicon. The absence of stress in these structures, talks about the consistency of lattices.

Введение. Мы изучали возможность создания глубинного изолирующего слоя в пластинах монокристаллического кремния в результате геттерирования азота или кислорода, вводимых в кремний из DC-плазмы, на предварительно созданный глубинный дефектный слой [1]. Проводя исследования образцов кремния, имплантированных гелием, отожженных в вакууме и обработанных в плазме кислорода, наблюдали, что помимо формирования глубинного изолирующего слоя в объеме кремниевых пластин может происходить образование нанотрубок [2, 3], а на поверхности – образование конусообразных структур [4]. Главная цель данной работы - представление экспериментальных данных, позволяющих сравнить условия образования конических структур на поверхности пластин кремния в результате обработки в плазме водорода или кислорода.

Основная часть. Стандартные пластины кремния Сz *n*-типа (4,5 Ω ·см) имплантировались ионами гелия при комнатной температуре с энергией 300 кэВ и дозой $1 \cdot 10^{15}$, $5 \cdot 10^{15}$, $1 \cdot 10^{16}$ или $2 \cdot 10^{16}$ ат./см². Рассчитанный проективный пробег R_p имплантированных ионов при комнатной температуре эквивалентен 2 мкм. После внедрения ионов гелия образцы отжигались в вакууме при температуре 800°С в течение 1 ч. После этого водород или кислород вводился в кремний из DC-плазмы при 300, 350 или 400°С. Энергия ионов во время плазменной обработки составляла 2 кэВ, длительность обработки 30 мин при плотности тока 3 мкА/см². Спектры комбинационного рассеяния снимались при комнатной

температуре на микроспектрометре с использованием Ar⁺-лазера с длинной волны 488 нм и выходной мощностью 20 мВт. Лазерное излучение фокусировалось на образце с использованием микроскопа (увеличением ×100). Рассеянный сигнал анализировался с использованием дифракционной решетки (1800 мм⁻¹) и охлаждаемой ПЗС-матрицы. Изучение поверхности проводилось при помощи сканирующего электронного микроскопа LEO 4550.

На рис. 1 представленны данные СЭМ, полученные с поверхности образца кремния, имплантированного гелием дозой $1 \cdot 10^{15}$ ат./см² и обработанного в плазме водорода при 300°С.



Рис. 1. Поверхности образца кремния, содержащего массив дефектов: *a* – конусообразные; б – комбинация конусообразные – линейные

Как видно из рис. 1, на поверхности кремниевой пластины после соответствующих обработок формируется массив дефектов: они имеют либо конусообразную форму, либо являются комбинацией линейных протяженных и конусообразных дефектов. Максимальный размер (диаметр основания / высота) наблюдаемых поверхностных дефектов правильной формы составляет 2 / 2 мкм. Минимальный размер поверхностных дефектов составляет 0,2 / 0,2 мкм. Для понимания механизма образования конических структур кремниевые пластины, имплантированные одинаковыми дозами гелия, обрабатывались в плазме водорода при различных температурах. При этом длительность, плотность тока и ускоряющий потенциал во время плазменной обработки были абсолютно идентичны. На рис. 2 приведен образец поверхности, полученный в СЭМ, пластины кремния, имплантированной гелием дозой 5 · 1015 ат./см² и обработанной в плазме водорода при температуре 300 и 400°С.



Рис. 2. Поверхности образца кремния, имплантированного ионами гелия с энергией 300 кэВ дозой 5 · 10¹⁵ ат./см², отожженного в вакууме при 800°С в течение 1 ч и обработанного в DC-плазме водорода при 300°С (*a*) и 400°С (*б*)



Рис. 3. Скол пластины кремния, имплантированого ионами гелия с энергией 300 кэВ дозой
1 · 10¹⁵ ат./см², отожженного в вакууме при 800°С в течение 1 ч и обработанного в DC-плазме водорода при 300°С: *1* – конусообразный дефект высотой 2 мкм; *2* – вертикальные дефекты (нанотрубки); *3* – горизонтальный дефектный слой. Глубина залегания слоя *3* и длина дефектов *2* составляет 2 мкм. Во время съемки угол между электронным лучом и нормалью к поверхности образца составлял около 70°

Из представленных на рис. 2 данных видно, что увеличение температуры во время плазменной обработки приводит к уменьшению плотности дефектов на поверхности. При этом изменения их геометрической формы и размеров не наблюдается. Как указывалось выше, нанотрубки и конические образования на поверхности были получены на образцах кремния, в которых проводилось формирование глубинного изолирующего слоя. Образец кремния, содержащего глубинный слой и нанотрубки в объеме, а также конические структуры на поверхности, сделанный в геометрии, позволяющей их одновременно наблюдать, представлен на рис. 3.

Как видно из представленных данных, максимальная наблюдаемая высота конусообразных структур сопоставима с глубиной залегания изолирующего слоя и длиной нанотрубок и составляет около 2 мкм. Это позволяет сделать следующее предположение: максимальная длина протяженных дефектов, образующихся в объеме кремния в результате отжига, в дальнейшем определяет максимальную высоту конусообразных структур, формирующихся на поверхности кремниевой пластины в процессе плазменной обработки.

Рассмотрим конические структуры, образовавшиеся на поверхности кремниевой пластины после обработки в плазме кислорода. Условия кислородной плазменной обработки (температура, длительность, плотность тока, ускоряющий потенциал и т. д.) абсолютно идентичны условиям водородной плазменной обработки. На рис. 4 приведены данные СЭМ, полученые с поверхности образца кремния, имплантированного гелием флюенсом 1 · 1015 ат./см² и обработанного в плазме водорода при 300°С.



Рис. 4. Конические структуры на поверхности кремния, имплантированного ионами гелия с энергией 300 кэВ дозой 1 · 10¹⁵ ат./см², отожженного в вакууме при 800°С в течение 1 ч (*a*) и обработанного в DC-плазме кислорода при 300°С (*б*)

Как видно из представленных данных, обработка в плазме кислорода приводит к образованию на поверхности пластины кремния массива структур геометрической формы, похожей на ту, что образуется после обработки в плазме водорода. Плотность распределения структур по поверхности пластины кремния и их минимальная/максимальная высота совпадают с этими параметрами, в случае образования конических структур после обработки в плазме водорода, при аналогичных условиях обработки.

Итак, кратко суммируем полученные результаты СЭМ:

на поверхности пластин кремния, предварительно имплантированных гелием, отожженных и обработанных в плазме водорода или кислорода, образуется массив поверхностных дефектов (конусообразных структур);

 – максимальное количество поверхностных дефектов наблюдается при температуре плазменной обработки 300°С. С увеличением температуры плазменной обработки количество поверхностных дефектов уменьшается;

 – количество поверхностных структур после обработки в плазме водорода и кислорода приблизительно одинаковое в случае обработки при одинаковых температурах;

 – максимальное количество поверхностных дефектов наблюдается при минимальных дозах предимплантированого гелия. С увеличением дозы имплантированого гелия количество поверхностных дефектов уменьшается.

Рамановский сдвиг основной линии кремния или изменение ее формы позволяет детектировать присутствие аморфного, поликристаллического кремния или наличие растягивающих/сжимающих напряжений [5]. Результаты комбинационного рассеяния для пластин кремния, обработанных в плазме водорода, представлены на рис. 5. При снятии спектров фокусировка излучения проводилась на бездефектные области (спектр *1*) и на области поверхности кремниевой пластины, содержащие конические образования разного диаметра (спектры *2*, *3*).



 Рис. 5. Спектры и структура поверхности кремния: *a* – спектры комбинационного рассеяния для однофононной линии кремния; *б* – структура поверхности кремния. Снятие спектров проводилось: *l* – в бездефектных областях; *2* – в областях, содержащих дефекты максимального диаметра; *3* – в областях, содержащих дефекты минимального диаметра

Сравнение спектров, полученных на областях поверхности кремниевой пластины, не содержащих дефектов и содержащих конические образования максимального диаметра, показало, что линии спектров практически совпадают (рис. 5, a, спектры 1, 2). Исследование значительного количества областей поверхности, содержащих конические образования разного диаметра (рис. 5, a, спектры 2, 3), показало, что интенсивность пиков может отличаться, но при этом изменения формы пиков и их смещения практически не наблюдается.

Для образцов кремния, обработанных в плазме кислорода, также проводилось исследование комбинационного рассеяния в спектральном регионе, соответствующем основной линии кремния. Сравнение спектров, полученных с областей поверхности, содержащих и не содержащих дефектов, не выявило в них существенных различий в форме спектров. При сравнении спектров, полученных с поверхности образцов, обработанных в плазме водорода и кислорода, различий в форме спектров тоже не наблюдалось.

Обобщим результаты СЭМ и комбинационного рассеяния (рис. 1–4). Итак, на поверхности пластины кристаллического кремния есть бездефектные области и есть поверхностные образования (конические структуры). По данным комбинационного рассеяния, эти области ничем не отличаются, что свидетельствует об отсутствии напряжений в конических структурах и областях поверхности кремния, сопряженных с ними.

В ходе исследований методом СЭМ на сколе образцов (рис. 3), нам не удалось наблюдать прохождение линии разлома по коническому образованию, что позволило бы изучить его внутреннее строение. Однако естественно предположить, что в конических структурах могут содержаться полости – продолжения нанотрубок. И в случае образцов, обработанных в плазме водорода, они могут быть заполнены газообразным водородом. Результаты комбинационного рассеяния для спектральной области, где регистрируются локальные колебательные моды, сопоставляемые с положением газообразного молекулярного водорода в решетке и дефектах кремниевой пластины, представлены на рис. 6.

Как видно из представленных результатов, на спектрах можно выделить линию 4155 см⁻¹, сопоставляемую с положением молекулярного водорода в дефектах кремния [6]. При этом воздействие лазерного излучения (лазерный отжиг) приводит к увеличению интенсивности данной линии в случае фокусировки луча на конических структурах (рис. 6, δ). Данного эффекта не наблюдается при исследовании бездефектных областей поверхности (рис. 6, *a*).



Рис. 6. Спектр комбинационного рассеяния для образца кремния, имплантированного гелием дозой 5 · 10¹⁵ ат./см², отожженного при 800°С
в течение 1 ч и обработанного в плазме водорода при 300°С: *a* – в бездефектной области; *б* – в области, содержащей коническое образование; *I* – непосредственно после фокусировки излучения на исследуемую область; *2*, *3* – после экспозиции исследуемой области под лазерным излучением длительностью 20 и 30 мин соответственно

Заключение. Представленные данные СЭМ и комбинационного рассеяния получены в ходе исследования массива конических структур. Из данных СЭМ, высота (минимальная / максимальная) получаемых структур составляет 0,2 / 2 мкм и не зависит от дозы имплантированного гелия и условий плазменной обработки. Плотность распределения конических структур уменьшается

с увеличением флюенса имплантированного гелия и температуры плазменной обработки. Результаты комбинационного рассеяния свидетельствуют об отсутствии напряжений растяжения / сжатия в полученных структурах. Для пластин кремния, обработанных в плазме водорода, при исследовании областей поверхности, не содержащих конических образований и содержащих их, регистрируется линия 4155 см⁻¹, сопоставляемая с молекулярным водородом в дефектах кремния.

Литература

1. Buried insulating layer formation in Cz-Si wafers after helium implantation, nitrogen plasma treatment and annealing / N. V. Frantskevich [et al.] // Solid State Phenomena. – 2009. – Vol. 156–158. – P. 91.

2. Study of nanopipes formed in silicon wafers using helium implantation by SEM, RBS and SIMS methods / A. V. Frantskevich [et al.] // J. Mat. Sci.: Mat. in Electronics. – 2008. – Vol. 19. – P. S239.

3. Formation of nanotubes in Cz-Si wafers using He⁺ implantation and subsequent O⁺- or N⁺-plasma treatment / A. V. Frantskevich [et al.] // Vacuum. - 2009. – Vol. 83, Supplement 1. – P. S103.

4. Formation of cone-shaped inclusions and line defects on the Cz-Si wafer surface by the helium implantation and DC nitrogen plasma treatment / N. V. Frantskevich [et al.] // Acta Physica Polonica A. -2011. - Vol. 120. - P. 105.

5. De Wolf, Ingrid. Micro-Raman spectroscopy to study local mechanical stress in silicon integrated circuits / Ingrid De Wolf // Semicond. Sci. Technol. – 1996. – Vol. 11. – P. 139.

6. Terreault, B. Hydrogen blistering of silicon: Progress in fundamental understanding / B. Terreault // Phys. Stat. Sol. (a). -2007. - Vol. 204, No. 7. - P. 2129.

Поступила 28.02.2013