

## ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОСТРАНСТВЕННОГО РАСПОЛОЖЕНИЯ ОДИНОЧНЫХ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ТОПО-ТОМОГРАФИИ

Д.А. Золотов<sup>1)</sup>, В.Е. Асадчиков<sup>1, 2)</sup>, А.В. Бузмаков<sup>1)</sup>, Д.А. Елфимов<sup>1, 2)</sup>, Ф.Н. Чуховский<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова,

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», Ленинский пр. 59, 119333 Москва, Россия

<sup>2)</sup>Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,

Ленинские горы 1, 119991 Москва, Россия, zolotovden@crys.ras.ru, asad@crys.ras.ru, buzmakov@gmail.com, elfimow.den2011@yandex.ru, f\_chukhov@yahoo.ca

В работе представлены результаты изучения пространственного расположения одиночных линейных дефектов в монокристалле Si методом рентгеновской топо-томографии с использованием лабораторных и синхротронных рентгеновских источников. Описаны методики проведения экспериментов и процедура восстановления 3D-изображения дислокационных полупетель вблизи поверхности кристалла Si. Оценены размеры наблюдаемых линейных дефектов и проведено их компьютерное моделирование на основе численного решения уравнений Такаги-Топена.

### Введение

В наши дни развитие микро- и наноэлектроники, создание новых высокоэффективных полупроводниковых и микрорезистивных устройств приводит к значительному повышению требований к качеству исходных материалов. На производственной стадии наличия дефектов в кристаллической структуре является актуальной. Дефекты структуры полупроводниковых материалов приводят к уменьшению срока службы и ухудшению качества микрорезистивных приборов и полупроводниковых микросхем. Одной из основных задач, стоящих перед производителями, является разработка новых и совершенствование уже используемых высокоразрешающих методов выявления и исследования дефектов кристаллической структуры. Для оценки структурного совершенства обычно применяются методы электронной микроскопии, либо различные рентгеновские методы. Преимущество последних состоит в том, что они позволяют получать информацию о структуре материалов в сравнительно большом их объеме, и, кроме того, являются неразрушающими.

Одним из наиболее перспективных и в то же время доступных методов исследования является метод рентгеновской топо-томографии [1-3]. Основная идея метода состоит в следующем. Исследуемый кристалл вращается вокруг нормали к отражающей плоскости, и при этом одновременно регистрируется набор дифракционных топограмм. Затем с помощью алгоритмов, применяемых в рентгеновской микротомографии, можно восстановить трехмерное расположение дефектов в кристалле. Таким образом, можно не только выявлять несовершенства кристаллической структуры, но и наглядно получать их пространственное расположение в объеме кристалла.

Целью данной работы являлось обоснование возможности исследования единичных дефектов методом рентгеновской топо-томографии в лабораторных условиях на примере кристалла Si. Ставилась задача провести сравнение получаемых нами экспериментальных данных с результатами компьютерного моделирования. Это моделирование основывается на численном решении

уравнений Такаги-Топена с применением дискретной треугольной сетки.

### Экспериментальная часть

В настоящее время методики выращивания кристаллов кремния позволяют получать полностью бездефектные образцы. Поэтому в качестве объекта исследования был выбран бездефектный монокристалл кремния с ориентацией (111) с искусственно введенными одиночными дислокациями. Для введения дислокаций применялся метод четырех-опорного изгиба [4].

Для исследования введенных дислокаций в данной работе была использована экспериментальная установка для рентгеновской топо-томографии, которая представляет собой модифицированный лабораторный рентгеновский дифрактометр (рис. 1.).

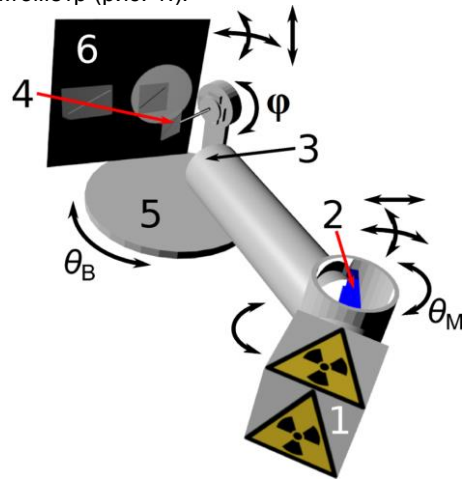


Рис. 1. Схема экспериментальной установки. 1 - рентгеновская трубка; 2 - кристалл-монокроматор; 3 - трубчатый коллиматор; 4 - кристаллический образец с дислокациями на гониометрической головке; 5 - гониометр; 6 - CCD-детектор

Источником излучения служила рентгеновская трубка с молибденовым анодом ( $MoK_{\alpha}$ ) и размером фокуса  $0.4 \times 12 \text{ мм}^2$ . Следует отметить, что в некоторых экспериментах использовалось полихроматическое излучение, при этом монокроматором являлся изучаемый образец.

Кристалл кремния крепился на гониометрической головке (рис. 1, поз. 4) таким образом, чтобы ось вращения гониометра была параллельна выбранному вектору дифракции  $h$  [2-20] путем наклона ее в горизонтальной плоскости по отношению к падающему излучению, в нашем случае равный углу Брэгга,  $\theta_B = 10.66^\circ$ . Вращение гониометра осуществлялось с помощью шагового двигателя, управляемого с компьютера, с угловым шагом в  $\varphi = 2^\circ$  в диапазоне от  $0^\circ$  до  $360^\circ$ . Получение топограмм осуществлялось с помощью CCD-детектора прямого счета размером  $1152 \times 520$  пикселей, размер одного пиксела  $9 \times 9$  мкм<sup>2</sup>. Общее время экспозиции одной топограммы составило 250 с (рис. 2).

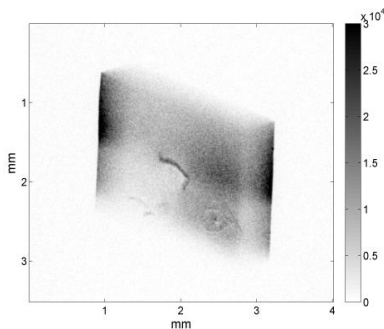


Рис. 2. Пример получаемых в ходе эксперимента проекционных топограмм области кристалла с одиночными дислокациями. Шкала интенсивности представлена в отсчетах детектора

### Результаты исследования

Реконструкции по полученным экспериментальным данным проводилась с помощью алгебраического метода SART [5]. Метод SART, часто применяющийся нами в традиционной абсорбционной томографии, основан на решении системы линейных уравнений методом последовательных приближений, вычисляемых (при восстановлении структуры объекта) проекций к полученным в эксперименте. Для применения этого метода в томотографии необходимо описать систему уравнений в геометрии, где рентгеновский пучок можно считать параллельным, а ось вращения объекта наклонена к нему под углом Брэгга (то есть реальный пучок заменяется на виртуальный, отклоненный от реального на двойной брэгговский угол). Стоит отметить, что использование алгебраического метода реконструкции позволило использовать проекции только при такой ориентации кристалла, когда поглощение  $\mu t$  ( $\mu$  – линейный коэффициент поглощения,  $t$  – толщина кристалла вдоль хода лучей) не превышает значения 3.

Таким образом, принимая во внимание последнее обстоятельство, можно использовать томографический подход для восстановления в приближении слабого поглощения. Результаты восстановления представлены на рисунке 3.

Полученный объем данных позволяет более детально изучить строение дислокаций. Проведенные оценки показывают, что глубина залегания дефекта не превышает 150 мкм. Ее общая

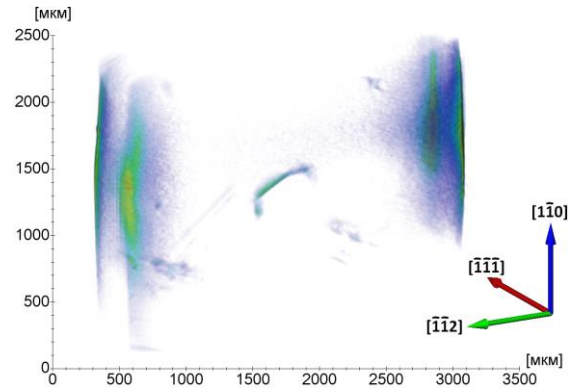


Рис. 3. Результат восстановления отражательной способности кристалла, содержащего одиночные полупетли

протяженность составляет  $\sim 700$  мкм, длина среднего участка в направлении  $\sim 350$  мкм.

Очевидно, что уточнение этих параметров требует более высокого пространственного разрешения и применения более мощных источников рентгеновского излучения. Однако для ряда практических задач, связанных с выявлением пространственного расположения дефектов и их изменений при различных воздействиях полученное разрешение на уровне 10 мкм является достаточным [6].

Принято считать, что дислокационная полупетля состоит из трех линейных участков, образуя полигональную дислокацию. В работе [4] показано, что в кристалле кремния после технологии четырех-опорного изгиба зарождаются гексагональные полупетли, векторы Бюргерса которых могут быть направлены вдоль направлений [0-11] или [-101]. Тогда они выходят на поверхность либо двумя 60-градусными, либо 60-градусными и винтовым сегментами (рис. 4).

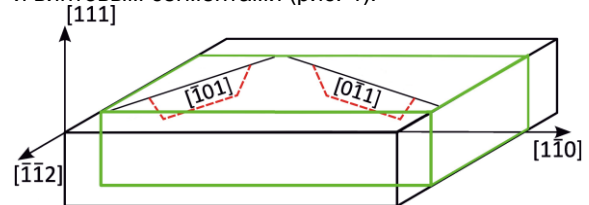


Рис. 4. Схема образования 2-х типов дислокационных полупетель в кристалле кремния

Для определения вектора Бюргерса исследуемой дислокационной полупетли на синхротронном источнике ANKA (г. Карлсруэ, Германия) с применением полихроматического пучка с энергией пучка от 6 до 40 кэВ была получена лауэграмма исследуемого кристалла (рис. 5). Съемка производилась на рентгеновскую пленку с пространственным разрешением 1 мкм. Данный подход позволяет получить одновременно несколько дифракционных изображений от кристалла, в том числе и от плоскостей, в которых расположена дислокация.

Для получения увеличенных изображений отдельных рефлексов с пленки был применен оптический микроскоп. Для идентификации полученных лауэ-пятен использовалась программа

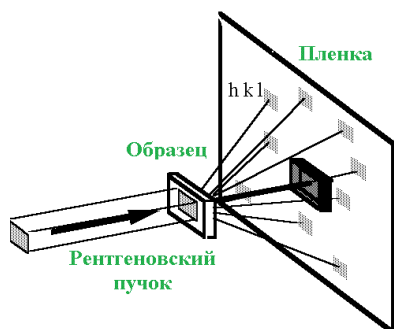


Рис. 5. Схема эксперимента для определения векторов Бюргера

LauePT [7]. Программа по заданным параметрам кристалла, спектра синхротронного пучка, размера падающего на образец пучка, размера пленки и геометрии эксперимента рассчитывает пространственное расположение возможных дифракционных отражений. Анализ полученных данных позволил установить направление вектора Бюргера линий дислокации для трех ее участков (рис. 6).

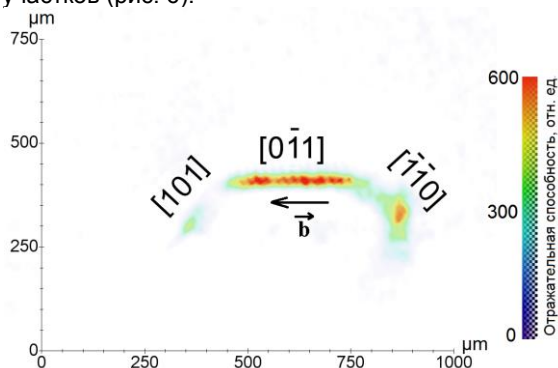


Рис. 6. Сечение плоскости скольжения (-111), в которой расположен дефект

Кроме того, удалось установить, что исследуемый дефект не является единственной дислокацией, а представляет собой пучок из близко лежащих восьми дислокаций.

В последние десятилетия для расшифровки экспериментальных изображений и получения количественных оценок полей смещений все чаще прибегают к использованию компьютерных технологий. Для интерпретации экспериментальных данных полученные двумерные изображения сравниваются с их изображениями, рассчитанными с применением компьютерного моделирования. Нами была разработана математическая модель формирования наклонных изображений, отвечающих в методе рентгеновской топомографии вращению образца вокруг вектора дифракции  $h$  на основе численного решения уравнений Такаги-Топена [8]. Принимая во внимание полученные экспериментальные данные, был проведен расчет отдельных прямолинейных участков дислокационной полупетли с пространственным разрешением 10 мкм.

### Заключение

Таким образом, нами продемонстрирована возможность применения метода топомографии в лабораторных условиях для исследования пучка близко расположенных дислокаций. А также разработан пакет программ для их моделирования на основе численного решения уравнений Такаги-Топена.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (проект RFMEFI61614X0005).

### Список литературы

1. Ludwig W., Cloetens P., Härtwig J. et al. // J. Appl. Cryst. 2001. V. 34. P. 602.
2. Hanschke D., Helfen L., Altapova V. et al. // Appl. Phys. Lett. 2012. V. 101. P. 244103.
3. Золотов Д.А., Бузмаков А.В., Асадчиков В.Е. и др. // Кристаллография. 2011. Т. 56. № 3. С. 426.
4. Ерофеев В.Н., Никитенко В.И., Половинкина В.И. и др. // Кристаллография. 1971. Т. 16. №1. С. 191
5. Andersen A.H., Kak A.C. // Ultrason. Imag. 1984. V. 6. P. 81.
6. Золотов Д.А., Бузмаков А.В., Елфимов Д.А., и др. // Кристаллография. 2017. Т. 62. № 1. С. 12.
7. Huang X. R. // J. Appl. Cryst. 2010. V. 43. P. 926.
8. Беседин И.С., Чуховский Ф.Н., Асадчиков В.Е. // Кристаллография. 2014. Т. 59. № 3. С. 365.

## THE STUDY OF SPATIAL LOCATION OF SINGLE DISLOCATIONS IN SILICON CRYSTALS BY X-RAY TOPO-TOMOGRAPHY DATA

Denis Zolotov<sup>1)</sup>, Victor Asadchikov<sup>1, 2)</sup>, Alexey Buzmakov<sup>1)</sup>, Denis Elfimov<sup>1, 2)</sup>, Felix Chukhovskiy<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>Shubnikov Institute of Crystallography of Federal Scientific Research Centre "Crystallography and Photonics" of Russian Academy of Sciences, 59 Leninsky ave., 119333 Moscow, Russia

<sup>2)</sup>Lomonosov Moscow State University, 1 Leninskie Gory, 119991 Moscow, Russia  
zolotovden@crys.ras.ru, asad@crys.ras.ru, buzmakov@gmail.com,  
elfimow.den2011@yandex.ru, f\_chukhov@yahoo.ca

The spatial arrangement of single linear defects in Si single crystal has been investigated by X-ray topo-tomography using laboratory and synchrotron X-ray sources. The experimental technique and the procedure of reconstructing a 3D image of dislocation half-loops near the Si crystal surface are described. The sizes of observed linear defects are estimated and their computer simulation based on the numerical solution of the Takagi-Taupin equations was performed.