

УДК 546.28

Анализ и выбор оптимального метода определения концентрации межзельного кислорода из спектров пропускания применительно к задаче измерения пространственных распределений кислорода в кремнии

Ю. Р. Винецкий, А. Г. Титов, В. И. Фаицкий, П. Е. Хакуашев
ГНЦ «НПО "Орион"», Москва, Россия

В разрабатываемом методе детального картирования распределений кислорода в кремнии применение стандартных методов измерений, основанных на квазинепрерывном ряде спектральных отсчетов, приводит к нереалистичной длительности измерений. Рассмотрены альтернативные методы, основанные на ограниченном числе отсчетов, и условия, необходимые для их применения. При соблюдении последних одноволновой метод демонстрирует приемлемую воспроизводимость и точность измерений.

Одно из важных требований к кремнию для изготовления ряда приборов — обеспечение заданного содержания и равномерного распре-

ления кислорода в объеме слитка. Это связано с тем, что кислород в кремнии играет как положительную роль, связанную с внутренним геттери-

рованием, так и отрицательную, связанную с дефектообразованием, ухудшающим характеристики приборов. Реально однородное распределение примеси в объеме кремния трудно достижимо. Обычно наблюдается периодическая, слоистая неоднородность. Для регистрации распределения кислорода с фиксацией известных из литературы деталей требуется аппарат для измерения распределения кислорода по площади пластины с субмиллиметровым разрешением, а самых мелких возможных деталей — с разрешением вплоть до 30—50 мкм.

Основным методом определения концентрации кислорода $N_{\text{ок}}$ является инфракрасная (ИК) спектроскопия [1] вследствие таких его преимуществ, как относительная простота реализации и неразрушающие измерения на стандартных пластинах кремния.

Известно несколько стандартных методик определения концентрации кислорода в кремнии [1]. Анализ этих методик показывает, что они не могут быть прямо использованы для решения задачи измерения с высоким пространственным разрешением, в первую очередь из-за их низкой локальности (7 мм вместо субмиллиметровой [2]).

Непригодны стандартные методики для решения задачи непрерывных локальных измерений и по другой причине: необходим огромный объем измерений. Так, на длине образца 100 мм измеряют порядка $100:0,03 \approx 3000$ спектральных характеристик, поэтому следует свести измерения к измерению в каждой точке на одной — трех длинах волн. Проведение соответствующих исследований и явилось целью настоящей работы.

Экспериментальные результаты

Проведена экспериментальная оценка значимости возможных мешающих факторов, которыми являются:

интерференция высокого порядка в пластинах малой (порядка 0,4 мм) толщины; шероховатость обратной стороны пластины.

Была сделана оценка степени точности, которую способны обеспечить различные методы вычисления концентрации кислорода $N_{\text{ок}}$ из результатов измерений.

Спектральные характеристики пропускания пластин кремния измеряли с помощью установки на основе спектрометра типа E-14 фирмы Perkin-Elmer с установленной дифракционной решеткой 144 линии/мм, что соответствует рабочему диапазону 4—9,7 мкм. Ширина щели спектрометра соответствует разрешению 0,05 мкм, которое близко к требованиям методики F 1189 [3], использованной при проведении настоящей работы, по разрешению 4 см^{-1} . Установлено, что точность измерения установки — в среднем не хуже $\pm 0,5 \%$ и соответствует требованиям методики ASTM F 1189 [3].

Профиль шероховатости поверхности контролировали с помощью профилометра "α-step 200" фирмы Tencor Instruments, США.

Интерференция

При высоком качестве обработки поверхности средняя амплитуда шероховатости составляла в наших пластинах $\alpha \approx 0,03 \text{ мкм}$ с периодом $d \approx 0,4\text{--}1 \text{ мм}$. В таких пластинах толщиной 0,4 мм наблюдались колебания пропускания в области 9,4—9,9 мкм с периодом $\Delta\lambda_e \sim 0,1 \text{ мкм}$ (рис. 1, кривая 1). Эти колебания объясняются интерференцией m -го порядка благодаря очень высокой плоскостности и плоскопараллельности зеркально полированных пластин. В этом случае для толщины пластины t_w должно быть:

$$\Delta\lambda \approx \lambda^2 / 2t_w n, \quad m = 2t_w n / \lambda,$$

где $n = 3,14$ — показатель преломления кремния.

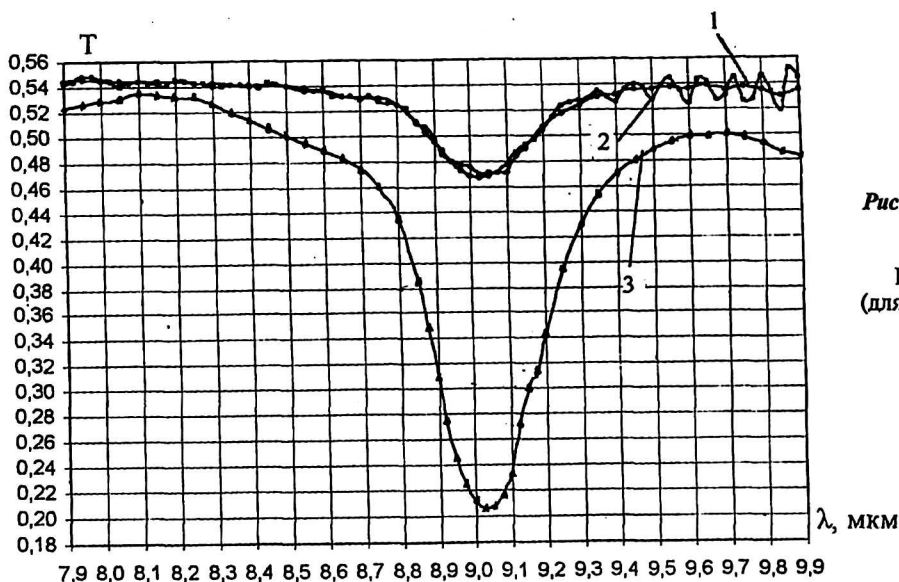


Рис. 1. Колебания пропускания в области 9,4—9,9 мкм для пластин толщиной 0,4 мм (1, 2) и толщиной 2 мм (3). Разрешение спектрофотометра 0,05 мкм (для кривых 1 и 3) и 0,025 мкм (для кривой 2)

Для $\lambda = 9,6$ мкм и $t_w = 0,4$ мм имеем $\Delta\lambda \approx 0,034$ мкм для наблюдаемой величины $\Delta\lambda_e$ и $m = 285$. Интерферируют лучи, соответствующие изменению толщины пластины $\Delta t_w = t/m \approx 1,4$ мкм. Величина Δt_w намного больше измеренной средней величины шероховатости (0,03 мкм), и шероховатость не может существенно гасить интерференцию. Однако наблюдаемая амплитуда колебаний спектральной характеристики намного меньше рассчитанной для идеального случая. Частично это объясняется тем, что использованное разрешение спектрометра (0,05 мкм) больше $\Delta\lambda_e \approx 0,034$ мкм, и происходит усреднение эффекта. Действительно, при увеличении разрешения спектрометра в два раза амплитуда колебаний спектральной характеристики существенно увеличивается (см. рис. 1, кривая 2). При увеличении толщины пластины при обычном разрешении в пять раз (до $t_w = 2$ мм) интерференции не наблюдается (см. рис. 1, кривая 3), так как должно быть $\Delta\lambda \approx 0,007$ мкм, в семь раз меньше разрешения спектрометра (0,05 мкм), и интерференция практически полностью усредняется. Наблюдаемый эффект, судя по данным [1], был известен и ранее, однако проработан недостаточно. Эффект интерференции должен быть учтен либо подавлен; нами предложены способы эффективного его подавления, основанные на

быстрой модуляции длины волны излучения лазерного источника с глубиной, согласованной с периодом интерференционных пиков.

Влияние шероховатости обратной стороны пластины

В экспериментах по изучению влияния шероховатости обратной поверхности ее (шероховатость) искусственно увеличивали путем плазменного травления в смеси кислорода и фреона-14 либо химико-динамического травления. Отличия спектра от "классической формы" наблюдались при росте шероховатости на порядок (до величины 0,3—0,4 мкм); степень отличия может зависеть, по-видимому, не только от амплитуды шероховатости, но и от ее периода (рис. 2), причем в ряде случаев утрачивалась воспроизводимость спектра (см. рис. 2, кривые 3, 4).

При дальнейшем росте шероховатости до значений порядка величины длины волны максимума поглощения кислорода (9,03 мкм), $a \approx 6$ мкм спектр утрачивает зеркальную симметрию, становится сходен со спектром, характерным для обратной рассеивающей поверхности [4], и его невоспроизводимость становится выше ошибки измерений (рис. 3).

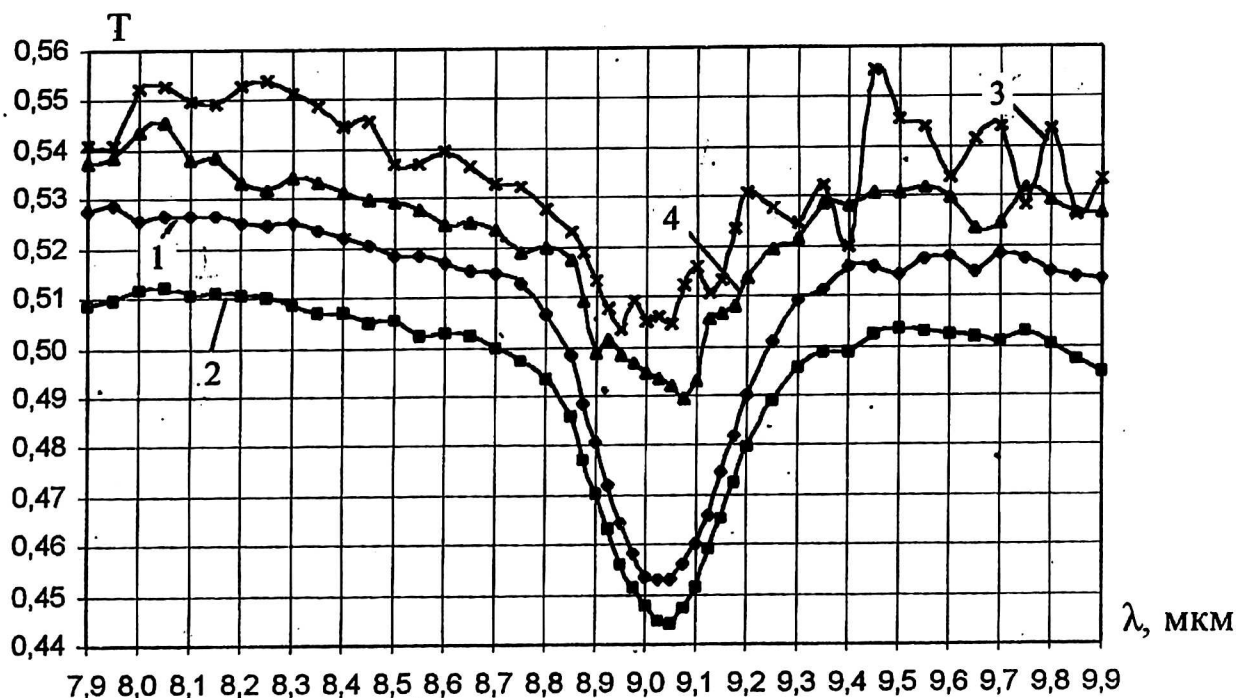


Рис. 2. Влияние амплитуды a и периода шероховатости d обратной стороны пластины на спектр пропускания:

- 1 — зеркальная поверхность, $a \approx 0,03$ мкм, $d \approx 0,4-1$ мм;
- 2 — химико-динамическое травление, $a \approx 0,3$ мкм, $d \approx 1-1,5$ мм;
- 3, 4 — плазменное травление, $a \approx 0,2-0,4$ мкм, $d \approx 0,1-4$ мм (сняты в разных замерах)

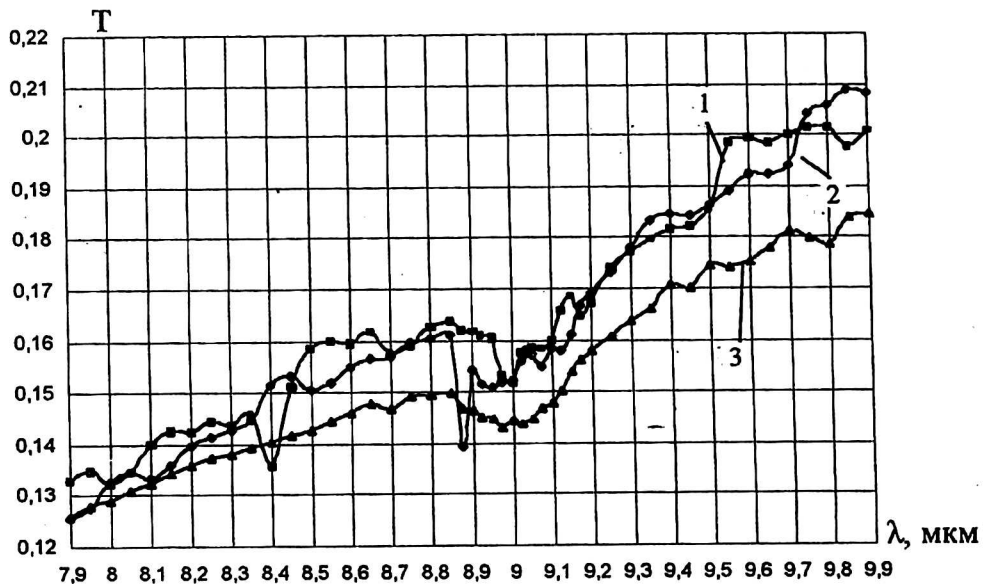


Рис. 3. Спектры пропускания образцов с обратной рассеивающей поверхностью:

1, 2 — плазменное травление обратной стороны пластины до шероховатости, сравнимой по амплитуде с длиной волны ($a \sim 6$ мкм), приводит к утрате зеркальной симметрии спектра и невоспроизводимости результатов в различных замерах; 3 — характер спектра подобен для образцов с механически шлифованной поверхностью, с $a \cong 2$ мкм

В целом поведение спектра с ростом степени шероховатости отвечает описанному в работах [1, 4, 5]. Практический вывод из наших исследований состоит в том, что для воспроизводимости результатов достаточно иметь стандартные зеркально-полированные пластины со степенью шероховатости $\cong 0,03$ мкм. Представляется понятным применимость методик F 1188 [6] и F 1189 [3] только для зеркально-полированных с обеих сторон пластин [3, 6] и исключение из употребления к настоящему времени методики F 1189 и предпочтение F 1188: применяемая в ней процедура обработки данных эксперимента менее чувствительна к искажениям формы спектра, вызванным интерференцией и шероховатостью.

Оценка точности различных методик обработки результатов измерений

Для оценки степени точности, которую способны обеспечить различные методы вычисления концентрации кислорода N_{Ox} , спектры пропускания нескольких образцов с высоким качеством поверхности подвергались обработке в

целях вычисления N_{Ox} как по методике F 1189 (которой оказано предпочтение только из-за отсутствия необходимости в эталонном образце), так и по одно- или двухволновому методам, когда из измеренного спектра пропускания для расчета выбираются значения пропускания для одной или двух строго определенных длин волн. В двух последних алгоритмах первая длина волны выбиралась очевидным образом — в пике кислородного поглощения (9,03 мкм), вторая — в двухволновом методе фиксировалась в области коротковолнового максимума спектра (на этом участке меньше интерференционная помеха, а максимум пропускания выбран как средний по всем образцам подобно методике F 1189) и равен 8,06 мкм.

За критерий качества методики обработки принималась величина статистического разброса значений N_{Ox} , определяемых по данной методике в разных измерениях одного и того же образца. Из полученных результатов (таблица) следует вывод о том, что и двухволновой, и одноволновой методы практически не уступают стандартному по воспроизводимости результатов (разбросы по каждому методу 5–10 %).

Результаты обработки спектров пропускания

№ образца	№ замера	Стандартный метод			Одноволновой метод			Двухволновой метод		
		N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$	N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$	N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$
25–12	1	7,91	7,68	5,04	8,04	8,00	3,16	8,43	8,25	4,87
	2	7,78			8,09			8,26		
	3	7,52			7,84			8,02		
	4	7,52			8,04			8,30		
25–21	1	8,31	8,38	2,91	6,84	7,26	9,27	8,28	8,69	8,61
	2	8,34			7,28			8,69		
	3	8,34			7,43			8,79		
	4	8,55			7,51			9,02		

№ образца	№ замера	Стандартный метод			Одноволновой метод			Двухволновой метод		
		N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$	N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$	N_{Ox}	$\langle N_{Ox} \rangle$	$\delta, \%$
3	1	3,81	3,88	13,34	4,26	4,22	2,12	4,75	4,57	6,13
	2	3,65			4,17			4,47		
	3	4,17			4,23			4,48		
3-2	1	4,19	4,05	25,18	4,13	3,99	16,71	4,55	4,41	13,86
	2	4,50			4,25			4,64		
	3	3,48			3,59			4,03		
10et	1	12,0	11,9	0,47	11,6	11,6	0,47	12,5	12,4	0,35
	2	11,9			11,5			12,4		
5-2	1	8,84	8,82	0,50	12,8	12,9	1,51	9,57	10,0	9,24
	2	8,80			13,0			10,5		
5	1	9,10	9,10	0,17	10,4	10,5	2,51	9,91	9,97	1,31
	2	9,09			10,7			10,0		
2	1	8,12	8,02	2,44	6,98	6,86	3,64	9,06	8,64	9,79
	2	7,92			6,73			8,21		

Примечания:
 $\langle N_{Ox} \rangle$, N_{max} , N_{min} — средняя, максимальная и минимальная величины N_{Ox} для каждого образца, соответственно, $\times 10^{17} \text{ см}^{-3}$;
 $\delta = 100 \cdot (N_{max} - N_{min}) / \langle N_{Ox} \rangle (\%)$ — величины разброса результатов измерений по образцу;
 средние по всем образцам величины разброса δ для стандартного, одноволнового и двухволнового методов равны 6,3; 4,9 и 6,8 %, соответственно.

Закключение

При разработке установки для измерения концентрации кислорода использованы следующие основные результаты представленной работы:

- для получения воспроизводимых результатов достаточно иметь стандартные зеркально-полированные с обеих сторон пластины со степенью шероховатости $\approx 0,03 \text{ мкм}$;
- можно рекомендовать одноволновой метод ввиду несравненно большей простоты его аппаратной реализации при сравнимой с другими методами точности;
- при разработке установки необходимо решить проблемы, связанные с колебаниями пропускания вследствие интерференции; подходы к решению этой проблемы нами разрабатываются и являются предметом отдельной работы.

Авторы благодарны Т. В. Киселевой за измерения профилей шероховатости поверхности и контролируемое изменение шероховатости поверхности с помощью плазменного травления.

Литература

1. Bullis W. M. Oxygen Concentration Measurement// In: Semiconductors and Semimetals/ Academic Press. 1994. V. 42: Oxygen in Silicon. P. 95—152.
2. ASTM Standard F951-96. Standard Test Method for Variation of Determination of Radial Interstitial Oxygen Variation in Silicon Wafers.
3. ASTM Standard F1189-88. Standard Test Method for Using Computer-Assisted Infrared Spectrometry to Measure the Interstitial Oxygen Content of Silicon Slices Polishes on Both Sides.
4. Schomann F., Graff K. Correction Factors for the Determination of Oxygen in Silicon by IR Spectrometry// J. Electrochem. Soc. 1989. V. 136. № 7. P. 2025—2031.
5. Bullis W. M., Coates L. B. Measurement of Oxygen in Silicon// Solid State Technology, 1987. № 3. P. 69—72.
6. ASTM Standard F 1188-93a. Standard Test Method for Interstitial Atomic Oxygen Content of Silicon by Infrared Absorption.

Comparative study and optimal choice of method of calculations of interstitial oxygen-in-silicon concentration from transmission spectrum data

Yu. R. Vinetski, A. G. Titov, V. I. Famitski, P. E. Khakuashev
 State Scientific Center "Orion", Moscow, Russia

While developing methods of O-in-Si "mapping" with high spatial resolution, if one try to use standard measuring methods based on quasi-continual sequence of spectral samples, this leads to unrealistic time of measuring procedure. To solve the problem, alternate methods using restricted numbers of spectral samples, along with the conditions necessary for its application, are discussed. The above conditions were satisfied, the single-wave measuring method was proven to be sufficiently reproducible and accurate one.

* * *