

Корисна модель відноситься до рентгенівських дифракційних способів визначення товщин порушених поверхневих шарів (ППШ) у монокристалах після механічної обробки (різання, шліфування і полірування поверхні), а також середнього радіуса R та концентрації с мікроефектів, хаотично розподілених в об'ємі монокристалів і може бути використана для діагностики в процесі виготовлення мікросхем для приладобудування.

У процесі виготовлення інтегральних схем необхідно контролювати зміну дефектної структури монокристала, що характеризується середнім радіусом R та концентрацією с мікроефектів, хаотично розподілених в його об'ємі (ХРД), щоб судити про ступінь досконалості монокристала в цілому. видаляти з поверхні монокристала протяжні за глибиною на десятки мікронів пластично деформовані (зруйновані) ділянки ґратки - порушений поверхневий шар (ППШ). Крім ХРД після фінішної хіміко-механічної поліровки на поверхні монокристала залишаються протягнуті за глибиною на десяті долі мікрона пластично деформовані (зруйновані) участки ґратки - порушений поверхневий шар (ППШ). Неруйнуючий, точний контроль зміни дефектної структури, здійснюваний з метою підвищення якості мікросхем, повинен супроводжуватися контролем характеристик залишкового ППШ.

Відомий спосіб не руйнуючого контролю, товщини t_n [див. Даценко Л.І. Динамічне розсіювання недосконалими кристалами рентгенівських променів з частотами, близькими до К-краю поглинання /Вісн. АН УРСР - 1975. - №3. С.19-28] шляхом виміру інтегральних інтенсивностей Лауе-дифрагованих пучків I_R для несиметричних hkl і \overline{hkl} рефлексів на двох довжинах хвиль, симетрично розташованих поблизу К-краю поглинання атомів одного з елементів, що входять до складу досліджуваного матеріалу.

Недоліком даного способу є те, що він практично не може бути застосованим для контролю слабо поглинаючих матеріалів (зокрема, кремнію), К-край поглинання яких знаходиться за межами області довжин хвиль рентгенівського спектра, крім того не дозволяє визначати характеристики ХРД.

Відомий спосіб контролю товщин ППШ, що утворюються при різанні та шліфуванні монокристалів [див. Е.Н. Кисловский, В.П. Кладько, А.В. Фомин, В.И. Хрупа - Заводская лаборатория, 1985, 51, N7, с.30-31], який полягає в тому, що монокристалічний зразок товщиною t опромінюють пучком монохроматичного рентгенівського випромінювання з довжиною хвилі λ , вибраної з умови $\mu t < 1$ (μ - лінійний коефіцієнт поглинання, t - товщина зразка), на заданій системі відбиваючих площин здійснюють Лауе-дифракцію випромінювання, визначають інтегральну відбивну здатність досліджуваного зразка $R_i(t, t_n)$, визначають інтегральну відбивну здатність для досконалого монокристала без порушеного шару тієї ж товщини $R_{ip}(t)$, за величиною різниці $R_i(t, t_n) - R_{ip}(t)$ визначають товщину ППШ t_n .

Недоліком відомого способу є те, що монокристалічні зразки без порушеного поверхневого шару і з порушеним поверхневим шаром можуть містити хаотично розподілені мікроефекти з різними характеристиками, що значно знижує точність контролю характеристик ППШ. Крім того у відомому способі випромінювання, дифрагване поверхневим шаром з товщиною, набагато меншою довжини екстинкції $t \ll \Lambda$, у геометрії Лауе, що використовується у відомому способі, піддано поглиннанню в усьому об'ємі кристала. Це виключає можливість контролю ППШ масивних зливків та сильно поглинаючих матеріалів.

Найбільш близьким до заявляемої корисної моделі є спосіб визначення товщини порушеного поверхневого шару в монокристалах після механічної обробки [див. А.П. Шпак, В.Б. Молодкін, Р.І. Барабаш, Г.І. Низкова, Д.О. Григор'єв, М.Т. Когут, А.О. Білоцька, І.В. Гинько Спосіб визначення товщини порушеного поверхневого шару в монокристалах після механічної обробки /Патент України №11259, Бюлетень «Промислова власність». - №12. - 2005. - МКП G01N23/20], який полягає в тому, що на досліджуваній монокристал спрямовують пучок монохроматичного рентгенівського випромінювання, здійснюють асиметричну Бреґ-дифракцію, попередньо визначають кути падіння рентгенівського випромінювання на поверхню зразка, яким відповідають спрямовуючі косинуси $\gamma_0 = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi + \sin\theta_B \cos\psi$, $\gamma_n = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi - \sin\theta_B \cos\psi$, де θ_B - кут Бреґа, ψ - кут між відбиваючими площинами та поверхнею монокристала, φ - азимутальний кут, вимірюють інтенсивність дифрагovanого випромінювання, визначають повні інтегральні відбивні здатності відбиттів $R_i^{експ}(\varphi)$, значення інтегральної відбивної здатності ідеального монокристала $R_{i\text{perf.cr}}$ та інтегральної відбивної здатності ідеально-мозаїчного кристала $R_{i\text{ksc}}$ визначають за формулами

$$R_{i\text{perf.cr.}} = 8/3 \times C \times |\chi_{Hr}| / \sin(2\theta_B) \times \sqrt{(\gamma_n / \gamma_0)},$$

$$R_{i\text{ksc}} = C^2 \times (Q / \gamma_0) \times t_{\text{ksi}} = C^2 \times (Q / \gamma_0) \times k\Lambda \times (a/d).$$

де χ_{Hr} - дійсна частина фур'є-компоненти поляризованості кристала, C - поляризаційний множник, a - постійна ґратки, d - міжплощинна відстань, $Q = (\pi |\chi_{Hr}|)^2 / [\lambda \sin(2\theta_B)]$ - відбивна здатність на одиницю довжини шляху, λ -

довжина хвилі випромінювання, $\Lambda = \lambda(\gamma_0 / \gamma_n)^{1/2} / (C |\chi_{Hr}|)$ - довжина екстинкції, k розраховують за формулою $k = \{R_i^{експ} \times \exp[\mu_0 t_{\text{ncp}} \times (1/\gamma_0 + 1/|\gamma_n|)] - R_{i\text{perf.cr.}}\} / \{C^2 \times (Q / \gamma_0) \times \Lambda \times (a/d)\}$, де μ_0 - нормальний коефіцієнт фотоелектричного поглинання, а товщину шару, що підлягає видаленню t_{cd} , визначають за формулою:

$$t_{\text{cd}} = \{\ln[(R_{i\text{perf.cr.}} + R_{i\text{ksc}}) / R_i^{експ}]\} / \{\mu_0 \times (1/\gamma_0 + 1/|\gamma_n|) - k \times \Lambda \times (a/d)\}.$$

Основним недоліком відомого способу є те, що відомий спосіб дає інформацію тільки про характеристики порушеного поверхневого шару і тільки в ідеально досконалих кристалах, а крім того не дозволяє у випадках кристалів з дефектами та ППШ визначати характеристики дефектів монокристала в цілому.

При цьому відомий спосіб має недостатню точність контролю k та t_{cd} , оскільки в ньому припускається відсутність в об'ємі монокристала ХРД. Це обумовлено тим, що внесок до вимірюваної інтенсивності від ППШ може послаблюватися ефективним поглинанням через ухід частини інтенсивності до дифузного фону в

результаті розсіяння на ХРД та підвищуватися в результаті внеску дифузної складової до ПІВЗ, обумовленої наявністю ХРД. Це вносить неконтрольовану похибку до величин k та t_{cd} .

В основу корисної моделі покладено завдання створення способу, що дозволяє визначати з більшою точністю та чутливістю ступінь досконалості як слабо, так і сильно поглинаючих монокристалів та товщину ППШ у монокристалічних зразках після механічної обробки поверхні, що підлягає видаленню, а також середнього радіуса R та концентрації c мікроефектів, хаотично розподілених в об'ємі монокристалів.

Поставлене завдання вирішується за рахунок того, що спосіб, який полягає в тому, що на досліджуваний монокристал спрямовують пучок монохроматичного рентгенівського випромінювання, здійснюють асиметричну Бреґг-дифракцію, попередньо визначають кути падіння рентгенівського випромінювання на поверхню зразка,

яким відповідають спрямовуючі косинуси $\gamma_0 = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi + \sin\theta_B \cos\psi$,

$\gamma_H = -\cos\theta_B \sin\psi \cos\varphi - \sin\theta_B \cos\psi$, де θ_B - кут Бреґга, ψ - кут між відбиваючими площинами та поверхнею монокристала, φ - азимутальний кут, при цьому визначають повні інтегральні відбивні здатності відбиттів $R_i^{експ}$ (φ), значення інтегральної відбивної здатності ідеального монокристала $R_{i\text{perf.cr.}}$ та інтегральної відбивної здатності ідеально-мозаїчного кристала R_{iksc} визначають за формулами

$$R_{i\text{perf.cr.}} = 8/3 \times C \times |\chi_{Hr}| / \sin(2\theta_B) \times \sqrt{(\gamma_H / \gamma_0)},$$

$$R_{iksc} = C^2 \times (Q / \gamma_0) \times t_{ksl} = C^2 \times (Q / \gamma_0) \times k\Lambda \times (a/d).$$

де χ_{Hr} - дійсна частина фур'є-компоненти поляризованості кристала, C - поляризаційний множник, a - стала

ґратки, d - міжплощинна відстань, $Q = (\pi |\chi_{Hr}|)^2 / [\lambda \sin(2\theta_B)]$ - відбивна здатність на одиницю довжини шляху, λ -

довжина хвилі випромінювання, $\Lambda = (\lambda \gamma_0 |\gamma_H|)^{1/2} / (C |\chi_{Hr}|)$ - довжина екстинкції, k розраховують за формулою

$k = \{R_i^{експ} \times \exp[\mu_0 t_{HPC} \times (1/\gamma_0 + 1/|\gamma_H|)] - R_{i\text{perf.cr.}}\} / \{C^2 \times (Q / \gamma_0) \times \Lambda \times (a/d)\}$, де μ_0 - нормальний коефіцієнт фотоелектричного поглинання, вимірюють інтенсивність дифрагованого випромінювання та визначають товщину порушеного шару, причому інтенсивність дифрагованого випромінювання вимірюють для рефлексів $h_1 k_1 l_1$ та $h_2 k_2 l_2$ від площин з однаковими значеннями модулів вектору дифракції, які нахилені до поверхні зразка під різними

кутами ψ_1 та ψ_2 , товщину шару, що підлягає видаленню t_{cd} , визначають за формулою:

$$t_{cd} = \{ \ln \left[\frac{R_i^{експ}(h_1 k_1 l_1)}{R_i^{експ}(h_2 k_2 l_2)} \cdot \frac{(1 + k\Lambda\gamma_0(h_1 k_1 l_1)/d)}{(1 + k\Lambda\gamma_0(h_2 k_2 l_2)/d)} \cdot \frac{(1 + k\Lambda\gamma_0(h_2 k_2 l_2)/d)}{(1 + k\Lambda\gamma_0(h_1 k_1 l_1)/d)} \right] / (2/\mu_0) / [1/\gamma_0(h_2 k_2 l_2) - 1/\gamma_0(h_1 k_1 l_1)] \},$$

на досліджуваний монокристал додатково спрямовують пучок монохроматичного рентгенівського випромінювання з довжиною хвилі λ_2 , та кількісну діагностику дефектів проводять з використанням формули:

$$R_i^{експ}(\lambda_2) - k \times \Lambda(\lambda_2) \times (a/d) C^2 \times Q(\lambda_2) / \gamma_0(\lambda_2) \times \exp[\mu_0(\lambda_2) t_{cd} \times (1/\gamma_0(\lambda_2) + 1/|\gamma_H(\lambda_2)|)] / R_{i\text{perf.cr.}}(\lambda_2).$$

Спосіб, що заявляється відрізняється від відомого тим, що товщини порушених шарів на вхідній поверхні монокристала визначають, вимірюючи інтегральні інтенсивності розсіяння рентгенівських променів в геометрії Бреґга при використанні випромінювання з довжиною хвилі λ , вибірно чутливої до величин t_{cd} та k , а

характеристики дефектів визначають при використанні випромінювання з довжиною хвилі λ_2 , вибірно чутливої до величин середнього радіуса R та концентрації c мікроефектів що, по-перше, дозволяє підвищити чутливість та точність визначення t_{cd} та k за рахунок урахування можливої зміни інтенсивності дифракції через наявність у монокристалі ХРД та, по-друге, дозволяє здійснювати визначення величин середнього радіуса R та концентрації c мікроефектів при наявності на поверхні монокристалів ППШ.

Спосіб, що заявляється відрізняється від існуючих тим, що розглядає монокристал, як тришарову структуру: під сильно пластично деформованим і за цією причиною тільки поглинаючим (дифракція відсутня) шаром товщиною t_{cd} знаходиться область пружно деформованого монокристала, що розсіює випромінювання кінематично, тобто таким же чином як ідеально мозаїчний кристал. Товщина пружно деформованої області $t_{k.p.}(\Lambda)$ залежить від довжини екстинкції рефлекса, що використовується, Λ . Кристалічна матриця під шарами t_{cd} та $t_{k.p.}(\Lambda)$ розсіює динамічно, але містить хаотично розподілені дефекти з середнім радіусом R та концентрацією c .

Використання у технічному рішенні, що пропонується, усієї сукупності ознак, викладених у формулі, призвело до суттєвого підвищення чутливості та точності способу визначення ступеня структурної досконалості монокристала, що містить як хаотично розподілені мікроефекти, так і ППШ.

Пропонованим способом і способом-прототипом досліджено монокристалічний зразок, який було вирізано за площиною (110) з бездислокаційного зливка Si, вирощеного за методом Чохральського у напрямку [001]. Концентрація кисню у зливку становила $8,2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, концентрація вуглецю - $< 1,0 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. З даних попереднього аналізу дефектної структури досліджуваного зразка слідує, що для нього єдиним визначальним типом хаотично розподілених в об'ємі дефектів можуть бути сферичні кластери Cu_3Si . Величини повних відбивних здатностей монокристалів виміряно на дифрактометрі ДРОН-3М у двукристалній схемі з використанням $\text{MoK}\alpha$ - та $\text{CuK}\alpha$ - випромінювань. У якості монохроматора використано високо досконалий монокристал кремнія (відбиття 110). Згідно зі способом, що пропонується, вищеописаний зразок опромінювався пучком монохроматичного

рентгенівського випромінювання з довжиною хвилі $\lambda_1 = 0,7093 \text{ \AA}$ ($\text{MoK}\alpha$ – випромінювання). На ньому було здійснено брегг-дифракцію (попередньо було визначено кути падіння рентгенівського випромінювання на поверхню зразка, яким відповідали спрямовуючі косинуси $\gamma_0(331) = 0,275$, $\gamma_H(331) = -0,275$ и $\gamma_0(133) = 0,0974$, $\gamma_H(133) = -0,0974$ та визначено інтегральні відбивні здатності $R_i(\lambda_1)$ рефлексів 331 ($\psi = 15^\circ$) та 133 ($\psi = 70^\circ$). Потім зразок опромінювався пучком монохроматичного рентгенівського випромінювання з довжиною хвилі $\lambda_2 = 1,54 \text{ \AA}$ ($\text{CuK}\alpha$ – випромінювання). На ньому було здійснено брегг-дифракцію (попередньо було визначено кут падіння рентгенівського випромінювання на поверхню зразка, якому відповідали спрямовуючі косинуси $\gamma_0(331) = 0,5972$, $\gamma_H(331) = -0,5972$ та визначено інтегральну відбивну здатність $R_i(\lambda_2)$ рефлекса 3 3 1 ($\psi = 15^\circ$).

Сумісне обрахування одержаних даних для відбиттів 331 $\text{MoK}\alpha$ – та 331 $\text{CuK}\alpha$ – у рамках способу-прототипу дозволив одержати значення параметрів ППШ:

$$t_{\text{cd}} = (12,5 \pm 0,5) \text{ мкм}, k = 1,23 \pm 0,02.$$

Сумісне обрахування одержаних даних для відбиттів 331 $\text{MoK}\alpha$ – , та 331 $\text{CuK}\alpha$ – у рамках способу, що заявляється, дозволив одержати значення параметрів ППШ та ХРД: 1)Порушений поверхневий шар - $t_{\text{cd}} = (0,46 \pm 0,23) \text{ мкм}, k = 0,28 \pm 0,02$

$$2) \text{Сферичні преципітати } \text{Cu}_3\text{Si}-R_d = 0,013 \text{ мкм}, c_{\text{cl}} = 5 \times 10^{13} \text{ см}^{-3}.$$

Для цих ХРД та ППШ розраховано значення ПІВЗ для низки Брегг відбиттів жорсткого випромінювання (симетричних відбиттів 400 $\text{MoK}\alpha$ – , 331 $\text{MoK}\alpha$ – , 224 $\text{MoK}\alpha$ – , 333 $\text{MoK}\alpha$ – , 440 $\text{MoK}\alpha$ – , 444 $\text{MoK}\alpha$ – , 555 $\text{MoK}\alpha$ – , 448 $\text{MoK}\alpha$ – та 880 $\text{MoK}\alpha$ –). Розраховані значення ПІВЗ у всіх розглянутих випадках дифракції співпали зі значеннями ПІВЗ, визначеними шляхом рентгенодифракційних вимірів, що підтверджує правильність одержаних характеристик ХРД та ППШ.

Із порівняння одержаних величин параметрів видно, що при визначенні товщин ППШ способом, що пропонується, усувається похибка, яка у способі-прототипі може перевищувати 100%. Таким чином, у способі, що пропонується, в десятки разів підвищується чутливість та точність визначення товщин ППШ, що дає можливість економії коштовних монокристалічних матеріалів, а також з достатньою точністю визначаються величини характеристик дефектів.

Спосіб, що заявляється, може бути використаний як у лабораторних умовах, так і в промислових.