

DOI: 10.21122/2227-1031-2016-15-4-329-334

УДК 621.382.049.774.004.58

## Измерение глубины нарушенного слоя на поверхности кремниевых пластин методом оже-спектроскопии

В. А. Солодуха<sup>1)</sup>, чл.-кор. НАН Беларуси, докт. техн. наук, проф. А. И. Белоус<sup>1)</sup>, канд. техн. наук Г. Г. Чигирь<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>ОАО «Интеграл» – управляющая компания холдинга «Интеграл» (Минск, Республика Беларусь)

© Белорусский национальный технический университет, 2016  
Belarusian National Technical University, 2016

**Реферат.** Предложен метод измерения глубины нарушенного слоя на поверхности кремниевых пластин, основанный на использовании оже-спектрометра с прецизионным распылением поверхностных слоев кремния и регистрацией интенсивности выхода оже-электронов. Для измерения глубины нарушенного слоя с помощью оже-спектроскопии снимается зависимость количества выходящих оже-электронов от времени распыления (профиль), и затем эта зависимость анализируется. Количество кремния в нарушенном слое меньше, чем в объеме. По мере углубления нарушенный слой уменьшается, что соответствует увеличению плотности атомов в одиночном слое. Сущность метода заключается в том, что нарушенный слой удаляется распылением пучком ионов, а выявление границы раздела осуществляется путем регистрации интенсивности выхода оже-электронов с распыляемой поверхности до достижения ею величины, равной интенсивности выхода оже-электронов для монокристаллического кремния. Регистрация интенсивности выхода оже-электронов с поверхности кремния при удалении поверхностных слоев кремния позволяет эффективно контролировать наличие нарушенного слоя на поверхности кремниевой пластины. Причем локальность контроля по глубине из-за особенностей метода оже-спектроскопии составляет около 1,0 нм. Интенсивность выхода оже-электронов определяется на оже-спектрометре автоматически, и по мере удаления нарушенного слоя она постепенно возрастает. Глубину нарушенного слоя определяют измерением высоты ступеньки, образованной в результате удаления нарушенного слоя с поверхности кремниевой пластины. Метод оже-спектроскопии обеспечивает эффективный контроль глубины повреждений поверхности на этапах изготовления кремниевых пластин и интегральных микросхем. Диапазон измерения глубины нарушений 0,001–1,000 мкм.

**Ключевые слова:** кремниевая пластина, нарушенный слой, оже-электроны, глубина нарушений

**Для цитирования:** Солодуха, В. А. Измерение глубины нарушенного слоя на поверхности кремниевых пластин методом оже-спектроскопии / В. А. Солодуха, А. И. Белоус, Г. Г. Чигирь // *Наука и техника*. 2016. Т. 15, № 4. С. 329–334

## Depth Measurement of Disrupted Layer on Silicon Wafer Surface using Auger Spectroscopy Method

V. A. Solodukha<sup>1)</sup>, A. I. Beloys<sup>1)</sup>, G. G. Chyhir<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup>JSC “Integral” – Holding managing company “Integral” (Minsk, Republic of Belarus)

**Abstract.** The paper proposes a method for depth measurement of a disrupted layer on silicon wafer surface which is based on application of Auger spectroscopy with the precision sputtering of surface silicon layers and registration of the Auger electron yield intensity. In order to measure the disrupted layer with the help of Auger spectroscopy it is necessary to determine dependence of the released Auger electron amount on sputtering time (profile) and then the dependence is analyzed. Silicon amount in the disrupted layer is less than in the volume. While going deeper the disruptive layer is decreasing that corresponds to an increase of atoming density in a single layer. The essence of the method lies in the fact the disruptive layer is removed by ion beam sputtering and detection of interface region is carried out with the help of registration of the Auger

### Адрес для переписки

Солодуха Виталий Александрович  
ОАО «Интеграл» – управляющая компания холдинга «Интеграл»  
ул. Казинца, 121а,  
220108, г. Минск, Республика Беларусь  
Тел.: +375 17 212-32-32  
office@integral.by

### Address for correspondence

Solodukha Vitaliy A.  
JSC “Integral” – Holding managing company “Integral”  
121a Kazinza str.,  
220108, Minsk, Republic of Belarus  
Tel.: +375 17 212-32-32  
office@integral.by

electron yield intensity from the sputtered surface up to the moment when it reaches the value which is equal to the Auger electron yield intensity for single-crystal silicon. While removing surface silicon layers the registration of the Auger electron yield intensity from silicon surface makes it possible to control efficiently a presence of the disrupted layer on the silicon wafer surface. In this case depth control locality is about 1.0 nm due to some peculiarities of Auger spectroscopy method. The Auger electron yield intensity is determined automatically while using Auger spectrometer and while removing the disrupted layer the intensity is gradually increasing. Depth of the disrupted layer is determined by measuring height of the step which has been formed as a result of removal of the disrupted layer from the silicon wafer surface. Auger spectroscopy methods ensures an efficient depth control surface disruptions at the manufacturing stages of silicon wafers and integrated circuits. The depth measurement range of disruptions constitutes 0.001–1.000  $\mu\text{m}$ .

**Keywords:** silicon wafer, disrupted layer, Auger electron, depth of disruption

**For citation:** Solodukha V. A., Belovs A. I., Chyhir G. G. (2016) Depth Measurement of Disrupted Layer on Silicon Wafer Surface using Auger Spectroscopy Method. *Science & Technique*. 15 (4), 329–334 (in Russian)

## Введение

Основная тенденция развития современной микроэлектроники – постоянное и стремительное уменьшение проектных норм. Интенсивный переход к субмикронным технологиям изготовления микросхем (МС) обуславливает повышенные требования к используемым материалам. Поэтому формирование кремниевых пластин с улучшенными свойствами в тонком приповерхностном слое становится актуальным. Глубина повреждений поверхности (глубина нарушенного слоя) кремниевых пластин – важнейший их параметр, который необходимо контролировать при производстве МС. Повреждения поверхности возникают как в результате механических воздействий на стадии изготовления пластин, так и в результате радиационных процессов, в частности при ионной имплантации легирующей примеси. Знание глубины нарушенного слоя позволяет оптимизировать процессы обработки кремния и выбрать наилучший из них, что в свою очередь повышает выход годных и уменьшает расход материалов.

Существует большое количество методов контроля и определения параметров нарушенного слоя [1–4]. Однако отсутствуют универсальные методы контроля глубины нарушенного слоя, его отдельных составных зон и дефектов кристаллической решетки кремния. Процесс исследования глубины нарушенного слоя кремниевых пластин состоит из нескольких этапов, включающих применение как методов, чувствительных к дефектам кристаллической структуры, так и методов послойного удаления этих нарушений. Большие нарушения, например, после резки слитка на пластины, где глубина нарушенного слоя составляет десятки микрон, можно измерять сравнительно простыми мето-

дами с достаточной точностью. Нарушенный слой после шлифовки составляет 1–5 мкм, и его измерения уже не так однозначны. В этих случаях следует использовать более современные методы с большим разрешением. Для контроля глубины нарушенного слоя кремниевых пластин после полировки (менее 0,5 мкм) практически не существует количественных методов его оценки. Известные современные методы весьма трудоемки и не пригодны для промышленного использования. Объектом исследования являлся нарушенный слой на поверхности кремниевых пластин, предназначенных для изготовления субмикронных микросхем. Цель работы – разработка эффективного метода контроля глубины нарушенного слоя кремниевых пластин после химико-механической полировки с применением современных аналитических средств.

## Физические основы и сущность метода

Предложен новый метод количественного контроля глубины нарушенного слоя кремниевых пластин после полировки для изготовления МС субмикронных размеров. Метод основан на использовании оже-спектроскопии с прецизионным распылением поверхностных слоев кремния и регистрацией интенсивности выхода оже-электронов с поверхности пластины [5–7]. Для измерения глубины нарушенного слоя с помощью оже-спектроскопии снимается зависимость количества выходящих оже-электронов от времени распыления (профиль), и затем эта зависимость анализируется (рис. 1). Количество кремния в нарушенном слое меньше, чем в объеме. По мере углубления нарушенный слой уменьшается, что соответствует увеличению плотности атомов в одиночном слое. На графиках рис. 1 это соответствует плавному выходу на плато.

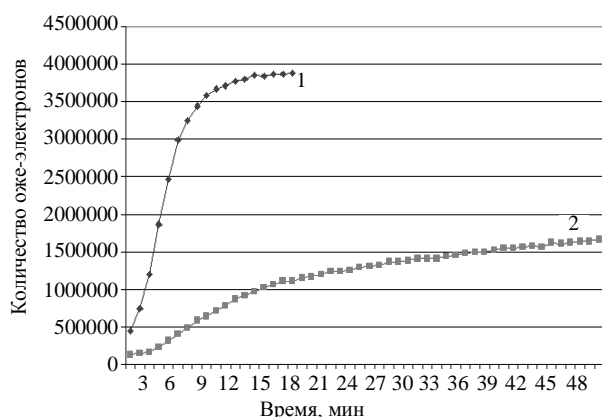


Рис. 1. Зависимость количества выходящих оже-электронов от времени распыления для пластин после полировки (1) и шлифовки (2)

Fig. 1. Dependence of released Auger electron amount on sputtering time for wafers after polishing (1) and grinding (2)

Сущность метода заключается в том, что нарушенный слой удаляется распылением пучком ионов, а выявление границы раздела осуществляется путем регистрации интенсивности выхода оже-электронов с распыляемой поверхности до достижения ею величины, равной интенсивности выхода оже-электронов для монокристаллического кремния. Глубина нарушенного слоя определяется измерением высоты ступеньки, образованной в результате удаления нарушенного слоя с поверхности кремниевой пластины [8–11].

Регистрация интенсивности выхода оже-электронов с поверхности кремния при удалении поверхностных слоев кремния позволяет эффективно контролировать наличие нарушенного слоя на поверхности кремниевой пластины. Причем локальность контроля по глубине (усреднение по глубине) из-за особенностей метода оже-спектроскопии составляет около 1,0 нм. Интенсивность выхода оже-электронов определяется на оже-спектрометре автоматически, и по мере удаления нарушенного слоя она постепенно возрастает. После удаления нарушенного слоя интенсивность выхода достигает максимальной величины, равной значению для монокристаллического кремния (кремний без нарушенного слоя) с погрешностью по глубине, не превышающей  $\pm 1,0$  нм. Дальнейшее удаление поверхностных слоев кремния прекращается. Таким образом, на поверхности образца формируется ступенька: на верхней ее части находится исходная поверх-

ность анализируемой кремниевой пластины с нарушенным слоем, а на нижней – поверхность с удаленным нарушенным слоем. Величина этой ступеньки равна глубине нарушенного слоя.

Использование метода оже-спектроскопии для определения глубины нарушенного слоя кремниевых пластин обусловлено двумя обстоятельствами:

- возможностью последовательного удаления тонких, вплоть до монокристаллического, слоев;
- выход оже-электронов зависит от количества (плотности) анализируемого материала на поверхности. Так как в нарушенном слое имеется множество дефектов, его плотность будет меньше, чем монокристаллического материала, и следовательно, будет меньше количество выходящих оже-электронов.

Глубину нарушенного слоя определяли по ступеньке на профилометре после полного удаления нарушенного слоя распылением. Выход на монокристаллический кремний определяли следующим образом. Производили контроль за интенсивностью выхода оже-электронов после каждого шага распыления. Когда выход электронов за три шага не изменялся более чем на один процент, распыление прекращали, извлекали образец из камеры спектрометра и измеряли глубину кратера на профилометре. Профилометр Talystep, который использовался в работе, имеет максимальное увеличение по вертикали 2000000 крат. При данном увеличении минимальная цена деления составляет 0,5 нм/мм. Изображение реальной ступеньки величиной 100 нм на диаграммной ленте самописца профилометра приведено на рис. 2. Данную ступеньку измеряли при увеличении 200000 крат, и ее размер на ленте профилометра составляет 20 мм. Эти данные наглядно иллюстрируют возможности профилометра.

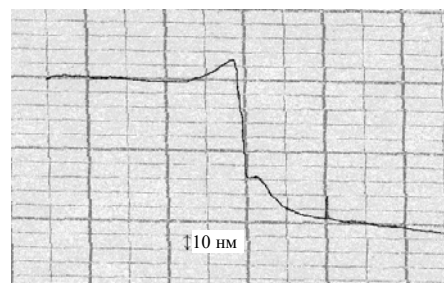


Рис. 2. Профиль ступеньки на диаграммной ленте профилометра

Fig. 2. Step profile on a profilometer chart tape

Оже-спектрометр РНІ-660 позволяет менять скорость распыления в очень широких диапазонах: от десятых долей нанометра в минуту до 100 нм/мин. Поэтому, если глубина нарушенного слоя мала, изменением скорости распыления можно обнаружить различия в способах даже химико-динамической полировки.

### Метрологические характеристики метода

Для определения случайной составляющей измерений глубины кратера провели серию измерений на одном образце с глубиной кратера примерно 50 нм. Увеличение профилометра устанавливалось 1000000 крат. Величина среднеквадратичного отклонения результатов измерений не превышала 1,00 нм. По этой причине случайная составляющая ошибки единичного измерения при доверительной вероятности 0,95 не превышала 4,00 %. При уменьшении глубины нарушенного слоя погрешность возрастает. Однако метод позволяет определять глубину нарушенного слоя начиная с величины 1,00 нм. Меньше глубина нарушенного слоя на кремниевой полированной пластине практически быть не может, так как на воздухе быстро образуется пленка естественного оксида кремния толщиной 1,00–2,00 нм, которая тоже входит в нарушенный слой.

Глубину нарушенного слоя можно определить по известной скорости распыления. Для этого необходимо предварительно выбрать оптимальные режимы распыления образца, определить скорость распыления для данного режима и в дальнейшем использовать фиксированные режимы распыления и значение величины скорости. Скорость распыления можно определить двумя способами:

- распылением слоя известной толщины. Например, толщину слоя двуокиси кремния можно достаточно точно определить методом эллипсометрии. Учитывая, что скорость распыления двуокиси кремния практически одинакова с кремнием, а граница раздела «кремний – двуокись кремния» уверенно определяется на оже-спектрометре, скорость распыления в данном случае находится достаточно точно;

- многократным распылением кремниевой пластины, измерением глубины ступенек на профилометре и расчетом скорости распыления статистической обработкой данных.

Получается, что нет необходимости постоянно использовать профилометр для измере-

ния глубины нарушенного слоя. Достаточно настроить оже-спектрометр на известную скорость распыления и, определив время выхода на монокристаллический кремний по снятому профилю, вычислить глубину нарушенного слоя.

Для определения оптимальной скорости распыления провели ряд экспериментов. В ходе испытаний варьировали параметры электронной пушки: ток ионного пучка, растр (развертка), угол наклона образца. В результате выбрали скорость распыления 2,2 нм/мин. При этом режимы распыления были следующими: растр 3×3 мм<sup>2</sup>, ускоряющее напряжение 3,5 кВ, ток ионного пучка 30 нА, угол между ионным пучком и поверхностью образца 10°.

Предложенный количественный контроль глубины нарушенного слоя имеет следующие характеристики: диапазон измерения глубины нарушенного слоя составляет 0,001–1,000 мкм, разрешение по глубине до 1,000 нм. Данный метод может использоваться в сочетании со сканирующей зондовой микроскопией.

### Экспериментальные результаты и обсуждение

Зависимости выхода оже-электронов от времени распыления для двух кремниевых пластин, изготовленных на разных заводах и имеющих различные режимы финишной обработки поверхности, приведены на рис. 3.

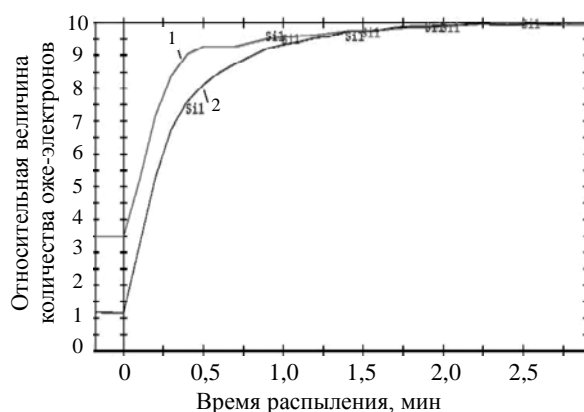


Рис. 3. Зависимость количества оже-электронов от времени распыления пластин № 1, 2 после разных режимов финишной полировки: № 1 – пластина изготовлена на зарубежном предприятии; № 2 – то же в Беларуси

Fig. 3. Dependence of Auger electrons amount on sputtering time for wafers Nos 1, 2 after different modes of final polishing: No 1 – wafer manufactured at a foreign enterprise; No 2 – wafer manufactured in the Republic of Belarus

Анализ данных рис. 3 показывает, что глубина нарушенного слоя не полностью отражает качество подготовки поверхности. Время выхода на монокристаллический кремний для пластин № 1, 2 одинаково и составляет 1,75 мин. Это означает, что глубина нарушенного слоя для двух пластин одинакова и равна 3,80 нм. Получается, что по глубине нарушенного слоя практически нет различия между пластинами. Из данных рис. 3 следует, что нарушенные слои пластин отличаются. В области нарушенного слоя для пластины № 1 интенсивность выхода оже-электронов существенно выше и, можно полагать, что она более совершенной в сравнении с пластиной № 2. По этой причине предложено дополнительно оценивать качество подготовки поверхности по площади над полученной кривой профиля распыления. Целесообразно предварительно перевести количество выходящих оже-электронов в относительную величину. Для этого надо измеренное количество оже-электронов разделить на количество оже-электронов, выходящих с монокристаллического кремния, и затем произвести расчет площади. После проведения расчетов получается, что для пластины № 1 площадь над полученной кривой профиля распыления равна  $0,191 \text{ м}^2$ , а для пластины № 2 –  $0,323 \text{ м}^2$ . Можно сделать вывод, что качество поверхности пластины № 1 лучше, чем пластины № 2. Сравнение выхода годных субмикронных микросхем показывает, что на пластинах группы № 1 выход годных выше, чем на пластинах группы № 2, что обусловлено различием в качестве подготовки поверхности пластин.

Использование оже-спектроскопии для измерения глубины нарушенного слоя кремниевых пластин после шлифовки и особенно после резки нецелесообразно по нескольким причинам: во-первых, необходимо резко увеличить скорость и время распыления; во-вторых, существуют методы для контроля глубины нарушенного слоя поверхности после резки и шлифовки, менее трудоемкие и достаточно точные [3]. Определение разброса глубины нарушенного слоя от пластины к пластине для различных производителей пластин показало, что минимальное значение глубины нарушенного слоя для полированных пластин составляет 3 нм, а максимальное не превышает 100 нм.

## ВЫВОДЫ

1. Предложен метод измерения глубины нарушенного слоя на поверхности кремниевых пластин, основанный на использовании оже-спектрометра с прецизионным ионным распылением поверхностных слоев кремния и регистрацией интенсивности выхода оже-электронов. Диапазон измерения глубины нарушений 0,001–1,000 мкм. Разрешение по глубине 1,000 нм.
2. При равных глубинах нарушенного слоя качество подготовки поверхности кремниевой пластины предложено оценивать по площади над полученной кривой профиля распыления.
3. Метод является эффективным при оптимизации процессов финишной подготовки поверхности кремниевых пластин в микроэлектронном производстве, выборе оптимальных технологических процессов, способствует снижению расхода технологических материалов.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Методы контроля нарушенных слоев при механической обработке монокристаллов / А. И. Татаренков [и др.]. М.: Энергия, 1978. 64 с.
2. Луфт, Б. Д. Физико-химические методы обработки поверхности полупроводников / Б. Д. Луфт. М.: Радио и связь, 1982. С. 16–18.
3. Test Method for Measuring the Depth of Crystal Damage of a Mechanically Worked Silicon Slice Surface by Angle Polishing and Defect Etching: Standard SEMI MF950–1106 // Annual Book of ASTM Standard. USA: American Society for Testing and Materials, 1999. Vol. 10.05: Electronics II (Electrical Insulation and Electronics). P. 315.
4. Химическая обработка в технологии ИМС / В. П. Василевич [и др.]. Полоцк: ПГУ, 2001. С. 174–185.
5. Берченко, Н. Н. Методы электронной и ионной спектроскопии для исследования поверхности и границ раздела в полупроводниковой электронике. Ч. 1 / Н. Н. Берченко, Н. Р. Аигина // Зарубежная электронная техника. 1986. № 9 (304). 86 с.
6. Берченко, Н. Н. Методы электронной и ионной спектроскопии для исследования поверхности и границ раздела в полупроводниковой электронике. Ч. 2 / Н. Н. Берченко, Н. Р. Аигина // Зарубежная электронная техника. 1986. № 10 (305). 85 с.
7. Холева, Л. Д. Методы электронной спектроскопии для анализа материалов электронной техники / Л. Д. Холева, В. С. Шкиров // Зарубежная электронная техника. 1979. № 4 (199). С. 3–33.
8. Способ измерения глубины нарушенного слоя на поверхности кремниевой полупроводниковой пластины: пат. 5907 Респ. Беларусь, МПК С1 Н 01 L 21/66 /

- Г. Г. Чигирь, Л. П. Ануфриев, В. А. Ухов, Л. П. Пеньков; дата публ. 30.03.2004.
9. Измерение глубины повреждений поверхности кремниевых пластин методом оже-спектроскопии и ионного распыления / А. С. Турцевич [и др.] // Радиационная физика твердого тела: тр. 20-го Междунар. совещания, 6–8 июля 2010 г., Севастополь, Украина. М.: НИИ ПМТ, 2010. Т. 2. С. 556–562.
  10. The Measurement of the Depth of Damaged Layer on Surface of Silicon Wafers by the Method of Auger Spectroscopy / A. Turtsevich [et al.] // New Electrical and Electronic Technologies and Their Industrial Implementation (NEET 2013): Proceedings of the 8<sup>th</sup> International conference, Zakopane, Poland, June 18–21, 2013. Warsaw: Pol. Acad. of Sciences, Inst. of Physics, 2014. P. 17.
  11. Analysis of the Disrupted Layer on the Surface of the Silicon Wafers, Based on the Ion-Sputtering and Auger-Spectroscopy / V. A. Solodukha [et al.] // New Electrical and Electronic Technologies and their Industrial Implementation: Proc. of the 9<sup>th</sup> Int. Conf. Zakopane, Poland, 23–26 June 2015. Lublin: Lublin University of Technology, 2015. P. 21.

Поступила 07.09.2015

Подписана в печать 08.11.2015

Опубликована онлайн 28.07.2016

#### REFERENCES

1. Tatarenkov A. I., Enisherlova K. L., Rusak T. F., Gridnev V. N. (1978) Methods for Control of Disarranged Layers During Mechanical Machining of Mono-Crystals. Moscow, Energia. 64 (in Russian).
2. Luft B. D. (1982) *Physical and Chemical Methods for Machining of Semiconductor Surface*. Moscow, Radio i Svyaz, 16–18 (in Russian).
3. Standard SEMI MF950–1106. Test Method for Measuring the Depth of Crystal Damage of a Mechanically Worked Silicon Slice Surface by Angle Polishing and Defect Etching. *Annual Book of ASTM Standard, 10.05. Electronics II (Electrical Insulation and Electronics)*. American Society for Testing and Materials, 1999, 315.
4. Vasilevich V. P., Kisel A. M., Medvedeva A. B., Plebanovich V. I., Rodionov Iu. A. (2001) *Chemical Treatment in IMS Technology*. Polotsk: Polotsk State University, 174–185 (in Russian).
5. Berchenko N. N., Aigina N. R. (1986) Methods for Electronic and Ionic Spectroscopy to Investigate Surface and Interfaces in Semiconductor Electronics. Part 1. *Zarubezhnaya Elektronnaya Tekhnika* [Foreign Electronic Equipment], 304 (9). 86 (in Russian).
6. Berchenko N. N., Aigina N. R. (1986) Methods for Electronic and Ionic Spectroscopy to Investigate Surface and Interfaces In Semiconductor Electronics. Part 2. *Zarubezhnaya Elektronnaya Tekhnika* [Foreign Electronic Equipment], 305 (10). 85 (in Russian).
7. Kholeva L. D., Shkirov V. S. (1979) Methods for Electronic Spectroscopy to Analyze Materials of Electronic Equipment. *Zarubezhnaya Elektronnaya Tekhnika* [Foreign Electronic Equipment], 199 (4), 3–33 (in Russian).
8. Chigir G. G., Anufriev L. P., Ukhov V. A., Penkov L. P. (2004) Method for Measuring Depth of Disarranged Layer on the Surface of Silicon Semiconductor Plate. Patent Republic of Belarus No 5907 (in Russian).
9. Turtsevich A. S., Shvedov S. V., Chigir G. G., Ukhov V. A. (2010) Measurement of Damage Depth on Silicon Plate Surface while Using Methods of Auger Spectroscopy and Ion Sputtering. *Radiatsionnaya Fizika Tverdogo Tela: tr. 20-go Mezhdunar. Soveshchaniia. T. 2* [Radiation Physics of Solid Body: Proceedings of 20<sup>th</sup> International Meeting, July 6–8, 2010, Sevastopol, Ukraine. Vol. 2]. Moscow, Research Institute of Advanced Materials and Technologies, 556–562 (in Russian).
10. Turtsevich [et al.] (2014) The Measurement of the Depth of Damaged Layer on Surface of Silicon Wafers by the Method of Auger Spectroscopy. *New Electrical and Electronic Technologies and their Industrial Implementation (NEET 2013): Proceedings of the 8<sup>th</sup> International Conference, Zakopane, Poland, June 18–21, 2013*. Warsaw: Pol. Acad. of Sciences, Inst. of Physics, 17.
11. Solodukha V. A., Shvedov S. V., Ponaryadov V. V., Pili-penko V. A., Chyhir R. R. (2015) Analysis of the Disrupted Layer on the Surface of the Silicon Wafers, Based on the Ion Sputtering and Auger Spectroscopy. *New Electrical and Electronic Technologies and their Industrial Implementation: Proc. of the 9<sup>th</sup> Int. Conf. Zakopane, Poland, 23–26 June 2015*. Lublin: Lublin University of Technology, 21.

Received: 07.09.2015

Accepted: 08.11.2015

Published online: 28.07.2016