

## ВВОДНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

В блоке каждой лабораторной работы прилагаются изображения, снятые с помощью камеры, подключенной к ПК и микроскопу.

Каждый рисунок подписан "говорящим" названием. Название указывает на:

1) расположение места снимка на слитке или пластине (центр/середина, низ, лево, право)

2) силу увеличения объектива, который использовался для фокусировки на поверхности образца (голуб., зел./зелен., син./синий). Расшифровки и комментарии приведены в прилагающемся файле типа .txt и в описании лабораторной работы рядом с фотографиями

3) на макрофотографиях показаны геометрические размеры элементов на пластине или слитке без увеличения (снимки обычным смартфоном)

4) слова "дислокации", "геттерирование", "шлиф" и т.д. в названиях фотографий указывают на номер выполняемой лабораторной работы, а дополнительные маркеры в названиях характеризуют приведенный пример снимка

ПОМНИТЕ, что при выполнении лабораторной работы в ВУЗе в лаборатории Вы видите в окуляре микроскопа КРУГЛОЕ поле (рассчитывается площадь круга), а при работе с изображениями на фотографиях и микрофотографиях из папок в ЭИОС – фотография – прямоугольник (площадь прямоугольника)!

Одно маленькое деление ОМ (окуляр-микрометра) равно 0,01 мм. С помощью фотографии ОМ можно рассчитать площадь поля зрения, если вырезать её с сохранением масштаба в любом редакторе изображений и переместить (сохраняя масштаб и не забывая, что фотография окуляр-микрометра (ОМ) с меткой, например, зелен., может использоваться только для измерений микроснимков с аналогичной меткой зелен./зел.) её поверх исследуемого изображения (как обычную линейку), при необходимости копируя несколько раз и стыкуя для расчёта полной длины/высоты/хорды/...

Ответы на «теоретические вопросы для конспектирования», размещенные после каждого блока с отчётом лабораторной работы (в работе № 3 – таких блоков

два) пишутся ВРУЧНУЮ и прикрепляются в блоки соответствующих лабораторных работ в формате .pdf в случае дистанционного обучения или демонстрируются в тетради преподавателю до начала отчёта лабораторной работы при обучении в стенах ВУЗа.

Все необходимые для изучения данного раздела МЭТ ГОСТы "спрятаны" в блоке ЭИОС с литературой.

На **объективах микроскопа**, с помощью которого проводилась съёмка электронных микрофотографий образцов, нанесены следующие маркировки:

голубая риска 25x 0.31 na

зеленая риска 8x 0.15 na

синяя риска 2.25x 0.04 na

Эти метки в расчётах не используются, по ним можно найти описание данного объектива или (например) приобрести объектив с другим увеличением, резьба которого подойдёт для данного микроскопа.

Для **первой** работы:

диаметр 1 слитка 30 мм

диаметр 2 слитка 34 мм

# ПЕРЕЧЕНЬ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ПО ДИСЦИПЛИНЕ МЭТ

Часть 2 / 5 семестр 3 курса

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

### Определение монокристалличности и отсутствия внешних дефектов на поверхности слитков кремния

// простая работа с микроскопом

// в ЭИОС – по фотографиям рабочей поверхности слитка

#### Задание на лабораторную работу

1. Провести визуальный контроль образца монокристаллического кремния на наличие макроскопических дефектов.

2. Изучить методику определения типа электропроводности образца методом термозонда.

3. Изучить методику определения типа электропроводности образца методом точечно-контактного выпрямления.

#### Теоретические сведения

##### 1. Технические требования к слиткам кремния

**Слиток** – продукция производства полупроводниковых материалов, полученная в результате процесса выращивания.

Естественная поверхность кристалла – поверхность кристалла, образовавшаяся в результате выращивания.

Механически обработанная поверхность – поверхность или участки слитка, подвергшиеся обработке алмазным инструментом.

**Торец** – сечение слитка, перпендикулярное направлению роста.

**Образец-спутник** – пластина, структура или другой объект, участвующий в технологическом процессе изготовления данной продукции, используемый для оценки какого-либо параметра.

1.1. Слитки монокристаллического кремния изготавливаются в соответствии с требованиями [1]: дырочного типа электропроводности (Д), легированные бором (Б), электронного типа электропроводности (Э), легированные фосфором (Ф) или сурьмой (С), бездислокационные (с плотностью дислокаций не более  $1 \cdot 10^1 \text{ см}^{-2}$ ).

Слитки монокристаллического кремния должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.1.

1.5. Концентрация атомов оптически активного кислорода должна быть  $(2-9) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$  в слитках кремния диаметром менее 150 мм и  $(2-10) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$  в слитках кремния диаметром 150 и 152,5 мм при градуировочном коэффициенте, равном  $2,45 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ .

1.5а. Концентрация атомов оптически активного углерода должна быть не более  $1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$  в слитках кремния диаметром 78,5 мм и более, и не более  $3 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$  в слитках кремния диаметром 62,5 мм.

1.5б. Концентрация атомов каждой из микропримесей железа, золота и меди

в слитках монокристаллического кремния должна быть не более  $1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

1.6. Слитки кремния с удельным электрическим сопротивлением более 3,0 Ом·см должны иметь время жизни неосновных носителей заряда: для электронной электропроводности не менее 7,5 мкс, для дырочной электропроводности не менее 2,5 мкс.

По требованию потребителя изготавливают слитки кремния, легированные бором или фосфором, с временем жизни неравновесных носителей заряда (н. н. з.), не менее:

$2\rho_{\text{номинал}}$  (2–30 мкс) – для слитков с удельным электрическим сопротивлением 1–15 Ом·см (индекс «е»);

$4\rho_{\text{номинал}}$  (16–60 мкс) – для слитков диаметром не менее 100 мм с удельным электрическим сопротивлением 4–15 Ом·см (индекс «р»);

$2\rho_{\text{номинал}}$  (30–160 мкс) – для слитков диаметром не менее 100 мм с удельным электрическим сопротивлением 15–80 Ом·см (индекс «е»).

Таблица 1.1

Требования к слиткам монокристаллического кремния

Марка	Группа	Под-группа	Удельное электрическое сопротивление (УЭС)			Номиналь-ный диаметра слитка	Базовая длина слитка, мм, не менее
			Интервал номинальных значений УЭС, Ом·м	Относительное отклонение средних значений УЭС торцов от номинального значения УЭС, %	Радиальное отклонение УЭС от среднего значения по торцу слитка, %		
ЭКДБ	1	а б в г д	0,005–20	35	10	62,5	100
			0,1–20			78,5	150
						102,5	250
						127,5	250
152,5	250						
	2	а б в г д	0,005–20	25	10	62,5	100
			0,1–20			78,5	100
						102,5	200
						127,5	200
152,5	250						
	3	а б в г д	0,005–20	20	10	62,5	100
			0,1–20 0,1–15			78,5	100
						102,5	150
						127,5	200
152,5	250						
	4	а б в г д	0,005–20	15	10	62,5	100
			0,1–20 0,1–15			78,5	100
						102,5	150
						127,5	150
152,5	200						
	5	а б в г д	20–40	35	15	62,5	100
						78,5	150
						102,5	200
						127,5	250
152,5	250						
	6	а б в г	20–40	25	15	62,5	100
						78,5	100
						102,5	200
						127,5	200

		д				152,5	250
	7	а б в г	20–40	20	15	62,5 78,5 102,5 127,5	100 100 150 150
	8	а б в г	20–40 20–40 20–80 20–40	20	10	62,5 78,5 102,5 127,5	100 100 150 150
ЭКЭС	11	а б в	0,01–1	35	20	62,5 78,5 102,5	100 150 200
	12	а б	0,01–1	20	15	62,5 78,5	100 100
ЭКЭФ	21	а б в г д	0,1–20	40	20	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 150 200 200 250
	22	а б в г д	0,1–20	30	15	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 100 200 200 250
	23	а б в г д	0,1–20 0,1–15	20	15	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 100 150 150 200
	24	а б в г д	0,1–20 0,1–15	20	10	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 100 150 150 200
	25	а б в г д	20–40	40	20	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 150 250 250 250
	26	а б в г д	20–40	30	15	62,5 78,5 102,5 127,5 152,5	100 100 200 200 250

### Примечания:

1. Слитки с указанной базовой длиной должны составлять не менее 75 % общего объема данной марки кремния.

2. Минимальная длина слитков монокристаллического кремния не должна быть менее диаметра слитка.

1.2. Кристаллографическая ориентация плоскости торцевого среза монокристаллического слитка кремния – (111) или (100) индекс «м» и (013) индекс «э» для слитков кремния, легированных бором и фосфором, с удельным электрическим сопротивлением 1–15 Ом·см.

1.3. Угол отклонения плоскости торцевого среза монокристаллических слитков кремния от заданной кристаллографической плоскости (h k l) не должен пре-

вышать 3 °.

1.4. Допускаемое предельное отклонение диаметра слитков кремния от номинального не должно превышать плюс 3 – минус 2 мм.

1.5. Допускается обработка боковой поверхности слитков монокристаллического кремния при их доведении до заданного диаметра. Допускаются слитки кремния с протравленными торцами.

1.6. По требованию потребителя слитки кремния могут быть изготовлены с номинальными диаметрами 60, 76, 100, 125, 150 мм с допускаемыми отклонениями  $\pm 0,5$  мм (индекс «к<sub>1</sub>»).

По согласованию изготовителя с потребителем слитки кремния могут быть изготовлены с номинальными диаметрами 60, 76, 100, 125, 150 мм с допускаемыми отклонениями  $\pm 0,1$  мм (индекс «к<sub>2</sub>»).

1.10. По требованию потребителя слитки кремния, легированного фосфором или бором, с удельным электрическим сопротивлением 0,3 Ом·см и более должны быть изготовлены без свирлевых дефектов (индекс «с<sub>1</sub>») – для слитков с ориентацией (100) и (013) и (индекс «с<sub>2</sub>») – для слитков с ориентацией (111).

Плотность микродефектов, выявляемых травлением, не должна быть более  $2 \cdot 10^5$  см<sup>-2</sup> для слитков с ориентацией (100) и (013) индекс «с<sub>1</sub>» и не более  $3 \cdot 10^5$  см<sup>-2</sup> – для слитков с ориентацией (111) (индекс «с<sub>2</sub>»).

1.11. Кристаллографическая ориентация плоскости торцевого среза, угол отклонения плоскости торцевого среза от заданной кристаллографической плоскости, отсутствие внешних дефектов, концентрация оптически активных атомов кислорода и углерода, концентрация атомов микропримесей железа, золота и меди, плотность дислокаций, время жизни неравновесных носителей заряда (для слитков без индексов «е» и «р») и отсутствие свирлевых дефектов для слитков с индексами «с<sub>1</sub> и с<sub>2</sub>» обеспечивается технологией изготовления.

Условное обозначение слитков монокристаллического кремния должно содержать: марку кремния, номинальное значение удельного электрического сопротивления, группу, подгруппу по диаметру слитка, кристаллографическую ориентацию плоскости торцевого среза монокристаллического слитка, индексы и обозначение настоящего стандарта. Отсутствие индекса «м» или «э» означает кристаллографическую ориентацию плоскости торцевого среза слитка (111).

#### **Примеры условного обозначения:**

Кремний марки ЭКДБ с номинальным значением электрического сопротивления 2 Ом·см, группы 1, подгруппы а, калиброванные с допуском 0,5 мм, с кристаллографической ориентацией плоскости торцевого среза монокристаллического слитка (111)

ЭКДБ-2-1 ак<sub>1</sub> ГОСТ 19658-81

Кремний марки ЭКЭФ с номинальным значением удельного электрического сопротивления 10 Ом·см, группы б, подгруппы б, калиброванный с допуском 0,1 мм с кристаллографической ориентацией плоскости торцевого среза монокристаллического слитка (100), без свирлевых дефектов

ЭКЭФ-20-6 бк<sub>2</sub> мс<sub>1</sub> ГОСТ 19658-81.

## **2. Правила приемки**

2.1. Каждый слиток кремния подвергают контролю, определяя тип электропроводности, удельное электрическое сопротивление, диаметр, длину и массу.

Контроль обеспечиваемых технологией изготовления параметров должен проводиться периодически, не реже одного раза в шесть месяцев на одном слитке кремния.

2.2. Каждый слиток монокристаллического кремния сопровождают документом о качестве, в котором указывают:

- товарный знак или наименование и товарный знак предприятия-изготовителя;
- наименование продукции и ее марку;
- номер слитка;
- тип электропроводности;
- среднее значение удельного электрического сопротивления на каждом торце;
- величину относительного отклонения средних значений удельного электрического сопротивления торцов слитка от номинального значения;
- величину радиального относительного отклонения удельного электрического сопротивления от среднего значения по торцу слитка;
- время жизни неравновесных носителей заряда (для слитков с индексами «е» и «р»);
- длину и диаметр слитка, мм;
- массу нетто, г;
- дату изготовления;
- штамп технического контроля;
- обозначение настоящего стандарта.

## **3. Методы контроля**

3.1. Проверку слитков кремния на монокристалличность и отсутствие внешних дефектов на поверхности проводят по методике, приведенной в приложении 1.

3.2. Тип электропроводности определяют по методике, приведенной в приложении 2 ГОСТа на кремний монокристаллический. Тип электропроводности слитков диаметром 152,5 мм определяют аналогично на прилегающих к каждому из торцов слитка отоженных шайбах (толщиной 4–30 мм).

3.3. Удельное электрическое сопротивление измеряют на обоих торцах слитков монокристаллического кремния либо на прилегающих к каждому из торцов в отоженных шайбах в шести фиксированных точках в двух взаимно перпендикулярных направлениях по диаметру слитка по методике, приведенной в приложении 3.

3.4. Плотность дислокаций определяют на нижнем торце слитка или на прилегающей к нему шайбе по методике, приведенной в приложении 4; для слитков диаметром 150 мм и более используется только неотоженная шайба.

3.5. Диаметр слитков измеряют в произвольно выбранных по окружности точках в любом месте по длине слитка с погрешностью не более 0,1 мм, а длину –

с погрешностью не более 1 мм. Измерения проводят стандартным мерительным инструментом, обеспечивающим заданную точность измерения.

3.6. Массу слитка определяют взвешиванием:

до 2 кг – на весах, имеющих погрешность не более  $\pm 2$  г;

до 10 кг – на весах, имеющих погрешность не более  $\pm 5$  г;

до 30 кг – на весах, имеющих погрешность не более  $\pm 50$  г

Допускается определение массы слитка расчетным путем, исходя из его объема и плотности кремния, равной  $2,33 \text{ г}\cdot\text{см}^{-3}$ . При возникновении разногласий в определении массы слитка ее определяют взвешиванием.

3.7. Угол отклонения плоскости торцевого среза монокристаллического слитка кремния измеряют по методикам, приведенным в приложениях 5 и 6.

Идентификацию кристаллографической ориентации плоскости торцевого среза монокристаллического слитка кремния с заданной кристаллографической плоскостью проводят по методике, приведенной в приложении 5.

3.8. Концентрацию атомов оптически активного кислорода в слитках монокристаллического кремния определяют по методике, приведенной в приложении 7. При расчете концентрации атомов оптически активного кислорода допускается использовать градуировочный коэффициент, равный  $2,45 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ .

3.8а. Концентрацию атомов оптически активного углерода в слитках монокристаллического кремния определяют на нижнем торце слитка по методике, приведенной в приложении 8а.

3.8б. Концентрацию атомов микропримесей железа, золота и меди определяют на нижнем торце слитка по ГОСТ 26239.1.

3.9. Время жизни неравновесных носителей заряда в слитках кремния измеряют на обоих торцах слитка в трех точках, одна из которых расположена в центре, а две другие – по диаметру на расстоянии 0,7 радиуса от центра, по методике, приведенной в приложении 8.

3.10. Отсутствие свирлевых дефектов определяют по плотности микродефектов непосредственно на верхнем и нижнем торцах слитка или на прилегающих к каждому из торцов контрольных шайбах по методике, приведенной в приложении 9; для слитков диаметром 150 мм и более используются только неотожженные шайбы.

3.11. Допускается контролировать электрофизические параметры слитков монокристаллического кремния диаметром 100; 102,5; 125; 127,5; 150 и 152,5 мм на шайбах, прилегающих к верхнему и нижнему торцам слитков. Для измерения удельного электрического сопротивления и типа проводимости шайбу предварительно подвергают термообработке.

3.12. Отжиг шайб проводится при  $t = 600\text{--}700 \text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 20–60 мин с последующим охлаждением на воздухе.

3.13. По требованию потребителя шайбы, на которых проводились измерения, поставляются вместе со слитком. Масса шайб входит в массу товарной продукции.

## **Методические указания к выполнению работы**

Методика предназначена для качественного контроля визуальным осмотром



всей поверхности слитков кремния электронного и дырочного типов электропроводности с различным удельным электрическим сопротивлением с кристаллографической ориентацией (111), (100) и (013).

Методика позволяет контролировать наличие макроскопических дефектов структуры, нарушающих монокристалличность слитка (границ зерен и двойникования, двойниковых ламелей), а также внешних дефектов (макроскопических раковин, сколов и трещин).

Методика основана на визуальном осмотре всей поверхности слитка, в результате которого выявляют наличие макроскопических дефектов структуры и внешних дефектов.

Контроль перечисленных дефектов осуществляют при стандартном несфокусированном освещении.

Всю естественную или механически обработанную поверхность слитков обследуют визуально непосредственно после их выращивания или после химического травления. Травление проводят в смеси фтористоводородной кислоты (HF) и водного раствора хромового ангидрида ( $\text{CrO}_3$  250–500 г/дм<sup>3</sup>), взятых в отношении 1:(2–4) объемных частей.

Для контроля наличия раковин, сколов и трещин специального травления не проводят.

#### **Оборудование и материалы**

Стол с лампой накаливания мощностью не менее 40 Вт.

Линейка металлическая по ГОСТ 427.

Кислота фтористоводородная ос. ч. по ТУ 6–09–4015, х. ч.; ч; ч. д. а. по ГОСТ 10484.

Ангидрид хромовый ч. д. а. по научно-технической документации, технический по ГОСТ 2548.

### **1. Порядок проведения визуального контроля**

1.1. Контроль на наличие макроскопических раковин, сколов, трещин, границ зерен, границ двойникования и двойниковых ламелей проводят визуально.

1.2. Слиток кремния является монокристаллическим при отсутствии в нем границ зерен, границ двойникования и двойниковых ламелей.

1.3. Наличие **границ зерен** на боковой поверхности, а также на торцах после механической обработки слитков выявляют по изменению света, отражаемого контролируемой поверхностью при смещении ее положения относительно источника света.

После химического травления границы зерен выявляются в виде четко различимых произвольно ориентированных полос травления (рис. 1.1).

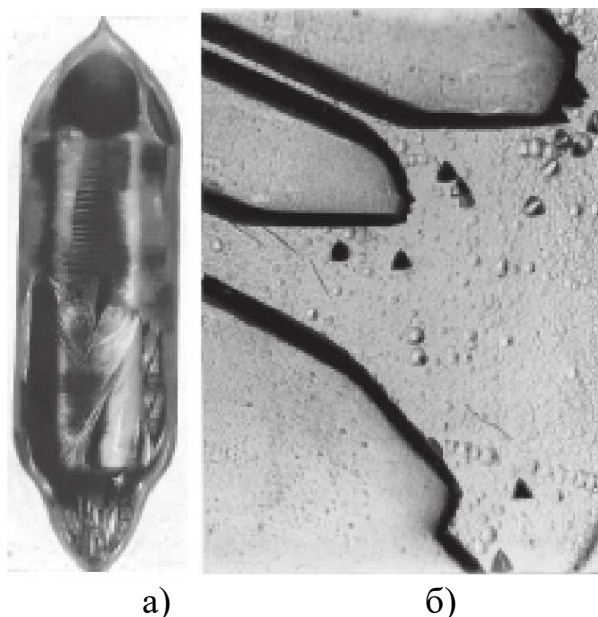


Рис. 1.1 Границы зерен в слитках кремния после химического травления: а) на боковой поверхности; б) на торцевой поверхности

1.4. Наличие **границ двойникования** на боковой поверхности слитка и на его торцах (рис. 1.2) определяют по изменению отражения света областями, разделенными границами двойникования; на поверхностях после химического травления – по наличию четко различимой полосы травления, которая обычно выходит на боковую поверхность, либо заканчивается на другом дефекте.

1.5. Наличие **двойниковых ламелей** в слитке определяют после его химического травления по наличию четко различимой полосы травления, аналогичной границе двойникования (рис. 1.3).

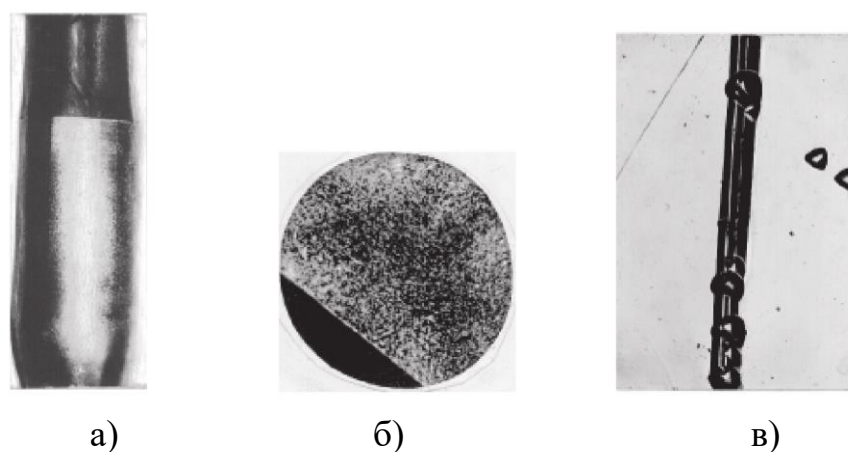


Рис. 1.2. Границы двойникования в монокристаллических слитках кремния: а) на боковой поверхности (без травления); б) на торцевой поверхности после химического травления; в) микрокартина границ двойникования после химического травления



Рис. 1.3. Двойниковые ламели на торце монокристаллического слитка, обнаруживаемые после химического травления

### **Определение типа электропроводности**

Методика предназначена для определения типа электропроводности легированных монокристаллических слитков кремния.

Определение типа электропроводности монокристаллических слитков кремния может проводиться:

- методом термозонда (термоэлектродвижущей силы);
- методом точечно-контактного выпрямления.

Метод термозонда рекомендуется для слитков кремния с удельным электрическим сопротивлением менее  $100 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ ; точечного контактного выпрямления – для слитков кремния с удельным электрическим сопротивлением более  $10 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ .

## **2. Определение типа электропроводности методом термозонда**

### **2.1. Сущность метода**

Метод заключается в определении полярности термоЭДС, возникающей между нагретой и более холодной областями полупроводника, с помощью чувствительного нуль-индикатора.

Градиент температуры создается локальным нагревом образца в результате прижима нагретого зонда.

Принципиальная схема для определения типа электропроводности методом горячего зонда показана на рис. 1.4.

### **2.2. Требования к применяемым средствам измерения**

2.2.1. Зонд изготавливают из любого токопроводящего материала. Рекомендуется использование материалов, не подверженных коррозии при нагревании (например, никеля). Вторым контактом служит металлическая пластина из меди или свинца.

2.2.2. Нагрев зонда до температуры не ниже  $60^\circ\text{C}$  может осуществляться любым нагревательным устройством. Индикация температуры осуществляется визуально по расплавлению гранулы сплава Вуда, приведенной в тепловой контакт с зондом.

При определении типа электропроводности измерительный зонд должен быть очищен от следов сплава Вуда.

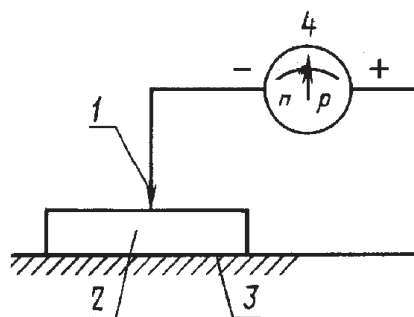


Рис. 1.4. Схема для определения типа электропроводности методом горячего зонда: 1 – зонд; 2 – образец; 3 – металлическая пластина; 4 – нуль-индикатор

2.2.3. В качестве индикатора используют гальванометры с чувствительностью не ниже  $4 \cdot 10^{-9}$  А/дел (например, типа М-195/2 или М-195/3). Допускается применять установки типов ТП-101, ТП-201 или другие индикаторы с параметрами, по точности не уступающими указанным.

### 2.3. Подготовка слитков

Поверхность слитков не должна иметь видимых невооруженным глазом следов окисления или цветов побежалости. Допускается изменение на поверхности, полученной после резки алмазным инструментом или обработки абразивными материалами.

### 2.4. Определение типа электропроводности

2.4.1. Определение типа электропроводности проводят при температуре  $(23 \pm 2)$  °С.

2.4.2. Прижимая нагретый зонд к поверхности образца, включенного в измерительную схему (рис. 1.4), добиваются отклонения стрелки нуль-индикатора.

2.4.3. По отклонению стрелки нуль-индикатора определяют тип электропроводности. Отклонение стрелки нуль-индикатора должно превышать полную шкалу прибора на 30 %. Для выполнения указанного требования допускается увеличение разности температур между зондом и слитком.

## 3. Определение типа электропроводности методом точно-контактного выпрямления

### 3.1. Сущность метода

Выпрямляющие свойства контакта металл-полупроводник определяются типом носителей заряда в полупроводнике. Метод основан на качественном сравнении сопротивлений точечного контакта металл-полупроводник при различных полярностях приложенного напряжения. Тип электропроводности определяют по отклонению стрелки чувствительного к току нуль-индикатора или по виду вольтамперной характеристики, получаемой на экране осциллографа.

Принципиальная схема для определения типа электропроводности методом точно-контактного выпрямления с применением нуль-индикатора *а* и осциллографа *б* приведена на рис. 1.5.

В зависимости от удельного сопротивления образца и чувствительности ос-

циллографа величина сопротивления может быть различной, но должна обеспечивать полную развертку осциллографа по вертикальной оси.

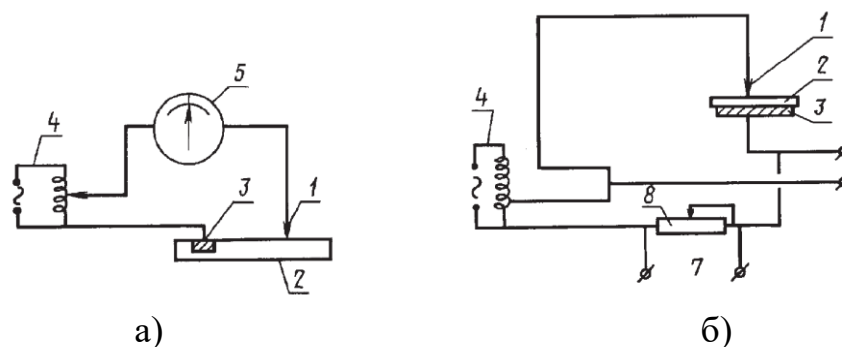


Рис. 1.5. Принципиальная схема для определения типа электропроводности методом точечно-контактного выпрямления: 1 – точечный контакт (зонд); 2 – слиток; 3 – омический контакт; 4 – автотрансформатор; 5 – нуль-индикатор; 6 – отвод к горизонтальным пластинам осциллографа; 7 – отвод к вертикальным пластинам осциллографа; 8 – регулировочное сопротивление

### 3.2. Требования к применяемым средствам измерения

3.2.1. Зонд изготавливают из вольфрамовой или стальной проволоки. Вторым контактом служит металлическая пластина из меди или свинца. Омический контакт получают нанесением на поверхность образца контактного сплава (например, при помощи алюмогаллиевого карандаша или индий-галлиевой пасты).

3.2.2. В качестве индикатора используют гальванометры с чувствительностью не ниже  $4 \cdot 10^{-9}$  А/дел (например, типа М-195/2 или М-195/3); для наблюдения вольтамперных характеристик используют осциллографы типа С1–5, С1–19, С1–48 или аналогичные им. Допускается применять установки типов ТП-101, ТП-201.

### 3.3. Подготовка слитков

Поверхность слитков не должна иметь видимых невооруженным глазом следов окисления или цветов побежалости. Измерение допускается на поверхности, полученной в результате резки алмазным инструментом или обработки абразивными материалами. На слитки с удельным электрическим сопротивлением более 200 Ом·см наносят омический контакт.

### 3.4. Определение типа электропроводности

3.4.1. Определение типа электропроводности проводят при температуре  $(23 \pm 2)$  °С.

3.4.2. При измерениях слиток включают в измерительную схему (рис. 1.5).

3.4.3. Прижимом зонда к поверхности слитка добиваются отклонения стрелки нуль-индикатора или появления на экране осциллографа вольтамперной характеристики вида, показанного на рис. 1.6, свидетельствующей о наличии в цепи выпрямляющего контакта.

Тип электропроводности устанавливают в соответствии с рис. 1.5, 1.6.

Отклонение стрелки нуль-индикатора должно быть более 30 % полной шкалы прибора.

Метод не вводит количественных характеристик.

Характерный изгиб кривых (рис. 1.6) не должен рассматриваться с количественной точки зрения.

3.4.4. При использовании метода точечно-контактного выпрямления с применением осциллографа нельзя определять тип электропроводности по изображению характеристики выпрямления, если характеристика не имеет изгиба либо изогнута дважды.

Подобные эффекты могут возникать из-за наличия р-n-переходов в материале.

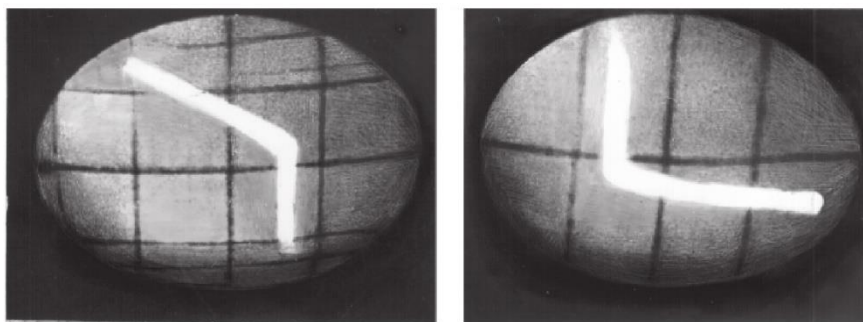


Рис. 1.6. Вольтамперная характеристика образца, свидетельствующая о наличии выпрямляющего контакта

#### 4. Оформление отчёта

4.1. Сделать вывод о том, является ли рассматриваемый слиток монокристаллическим. Провести измерения геометрических параметров слитка с учётом их варьирования. Указать расположение «рабочей» стороны слитка.

4.2. При наличии в слитке дефектов сфотографировать участок кристалла, содержащий дефект. В отчете привести фотографии по количеству различных дефектов.

4.3. При отсутствии дефектов сфотографировать и привести в отчете любой участок кристалла.

4.4. Исследовать подготовленную поверхность слитка кремния с помощью микроскопа. Привести фотографию одного из полей зрения / или схематическую зарисовку присутствующих дефектов. Определить наличие механических дефектов поверхности и посчитать их количество в 5 точках поверхности. Рассчитать среднее количество дефектов по этим пяти точкам.

4.5. На основе методов термозонда и точечно-контактного выпрямления сделать вывод об основном типе носителей заряда в монокристалле (опциональный пункт задания – выполняется по решению преподавателя).

4.6. Отчёт может быть оформлен как в печатном, так и в рукописном виде с вклейкой фотографий, иллюстрирующих присутствующие дефекты.

В случае выполнения лабораторной работы в дистанционном формате основными данными являются микрофотографии и фотографии, расположенные в папках «ОМ» и «Лр1 слиток» в системе ЭИОС.

## 5. Теоретические вопросы для конспектирования.

- 1 Слиток, естественная поверхность кристалла, механически обработанная поверхность кристалла.
- 2 Торец слитка. Образец-спутник.
- 3 Буквенная маркировка слитков монокристаллического кремния.
- 4 Предельное значение концентрации кислорода в слитках кремния.
- 5 Ограничения по примесям железа, меди и золота.
- 6 Соотношение плотности материала и времени жизни носителей заряда для полупроводников (кремний).
- 7 Допускаемые отклонения диаметра слитка по ГОСТ.
- 8 Требования по наличию свирлевых дефектов.
- 9 Какие параметры по ГОСТ обеспечиваются технологией изготовления слитков кремния.
- 10 ЭКДБ-5-1-ДК2.
- 11 ЭКЭФ-15-22 ак1 мс1.
- 12 Какие величины входят в условное обозначение слитков кремния.
- 13 Какие параметры контролируются при приемке слитка кремния.
- 14 Сопроводительные документы для слитка кремния.
- 15 Как проводят проверку слитков на монокристалличность.
- 16 Как определить тип электропроводности слитка.
- 17 Измерение удельного сопротивления слитка.
- 18 Измерение плотности дислокаций в слитке.
- 19 Измерение диаметра слитка.
- 20 Измерение массы слитка.
- 21 Измерение угла отклонения плоскости торцевого среза слитка.
- 22 Определение концентрации атомов оптически активного кислорода.
- 23 Определение концентрации атомов углерода.
- 24 Определение концентрации атомов микропримесей железа, меди и золота.
- 25 Определение времени жизни неравновесных носителей заряда.
- 26 Что понимают под шайбами в кремниевой технологии. Какие параметры контролируют на шайбах. Как подготавливают шайбу к измерениям.
- 27 Как определить наличие границ зерен на боковой поверхности слитка.
- 28 Как определить наличие границ двойникования на боковой поверхности слитка.
- 29 Двойниковые ламели и методика их определения.
- 30 Метод термозонда для измерения электропроводности.
- 31 Метод точечного контактного выпрямления для измерения электропроводности.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### Определение плотности дислокаций в монокристаллических слитках кремния

// использование при работе с микроскопом микромеханических винтов для определения диаметра поля зрения

// в ЭИОС – по фотографиям рабочей поверхности пластины и снимкам объект-микрометра, размещенного в поле зрения микроскопа при соответствующем увеличении (синий, зеленый, голубой – метки в именах файлов)

#### **Задание на лабораторную работу**

1. Изучить методику проведения селективного травления кремниевой пластины заданной ориентации.
2. Определить плотность дислокаций на исследуемой пластине.

#### **Теоретические сведения**

Термины по ГОСТ:

**Дислокация** – линейный структурный дефект, ограничивающий зону сдвига, либо область дефекта упаковки внутри кристалла.

**Ямка травления дислокационная** – углубление, получаемое в результате избирательного травления, образующееся в местах выхода дислокаций на поверхности кристалла, форма и огранка которого зависит от симметрии поверхности (рис. 2.3).

**Избирательное травление** – химическое или электрохимическое травление, при котором удаление материала кристалла в области дефекта и бездефектной матрицы происходит различным образом.

**Поверхностная плотность дислокаций** – число дислокаций, пересекающих единичную площадь поверхности сечения кристалла, определяемое подсчетом дислокационных ямок травления.

Одним из наиболее важных для полупроводников типов структурных дефектов являются дислокации – одномерные (линейные) несовершенства кристаллической решетки.

Дислокации – дефекты кристалла, представляющие собой линии, вдоль и вблизи которых нарушено характерное для кристалла расположение атомных плоскостей. Эти линии не обязательно являются прямыми, но они образуют в кристалле границу определенной области, которая сдвинута по отношению к остальным частям кристалла.

Можно дать и такое определение дислокации – это особого рода искажения кристаллической структуры, возникающие вследствие сдвигов отдельных областей кристалла в процессе роста или при пластической деформации.

Элементарной дислокацией является краевая дислокация, которая может возникать вследствие сдвига одной области кристалла относительно другой, при этом число атомных плоскостей в области сдвига различается на единицу (рис. 2.1).



Краевую дислокацию можно представить как линейный дефект, созданный введением (или удалением) дополнительной вертикальной атомной полуплоскости ABCD (рис. 2.1). Нижний край дополнительной полуплоскости образует линию дислокации AD, простирающуюся вдоль всего кристалла перпендикулярно плоскости чертежа. Краевая дислокация всегда возникает в плоскости, перпендикулярной вектору сдвига. Обычно краевую дислокацию обозначают символом  $\perp$ , где вертикальная черта соответствует добавочной полуплоскости, а горизонтальная — направлению скольжения, или плоскости скольжения, дислокации.

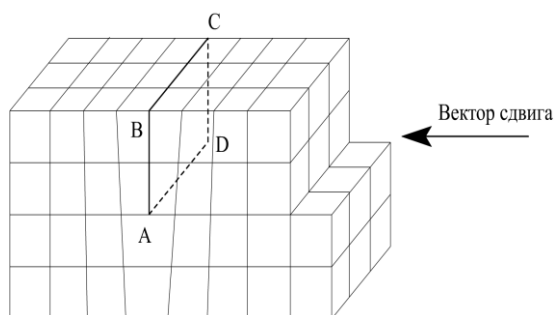


Рис. 2.1. Схема образования краевой дислокации в кристалле

Если лишняя полуплоскость находится в верхней части кристалла, то дислокацию называют положительной и обозначают  $\perp$ , если в нижней части, то отрицательной и обозначают  $\Gamma$ .

Важнейшей характеристикой дислокаций является вектор Бюргерса  $\vec{b}$ , определяющий меру сдвига, вызываемого движением дислокации, и величину связанной с ней упругой энергии. В реальном кристалле (рис. 2.2, б) проведем по правилу правого винта контур, который был бы замкнутым в идеальном исходном кристалле (рис. 2.2, а). Замыкающий вектор АВ представляет собой вектор Бюргерса. Поскольку дислокация является границей области пластического сдвига в кристалле, вектор Бюргерса есть не что иное, как вектор сдвига.

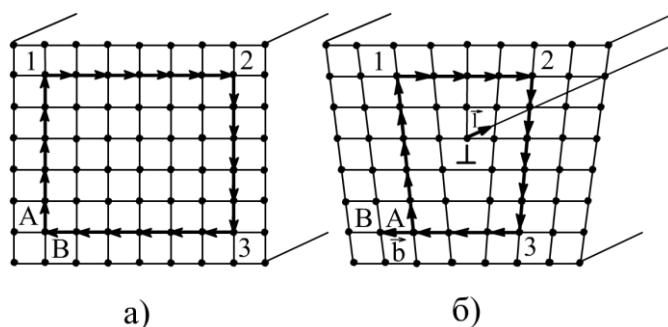


Рис. 2.2. Контур и вектор Бюргерса краевой дислокации

Как видно, в случае краевой дислокации ее вектор Бюргерса  $\vec{b}$  перпендикулярен оси дислокации. Величина вектора Бюргерса дискретна, она равна межатомному расстоянию или кратна ему. Символ вектора Бюргерса показывает его направление и абсолютную величину. Общее обозначение дислокации в решетке алмаза  $a/n\langle hkl \rangle$ , где  $\langle hkl \rangle$  обозначает направление вектора Бюргерса, а  $a/n\sqrt{h^2k^2l^2}$

– его абсолютную величину. Упругая энергия дислокации пропорциональна  $|\vec{b}|^2$ . Вектор Бюргерса не изменяет ни величины, ни направления на протяжении всей линии дислокации.

В решетке типа алмаза простыми дислокациями являются дислокации с направлениями  $\langle 110 \rangle$ . Это краевая, винтовая и так называемая  $60^\circ$ -ная. В краевой дислокации ось дислокации совпадает с направлением  $[1\bar{1}0]$ , а вектор Бюргерса с  $[110]$ , т.е. перпендикулярен оси, плоскость ее скольжения (001). Винтовая дислокация возникает в плоскости кристалла, параллельной вектору сдвига, и дислокацию можно представить себе как результат смещения части кристалла относительно другой на постоянную решетку (рис. 2.3).

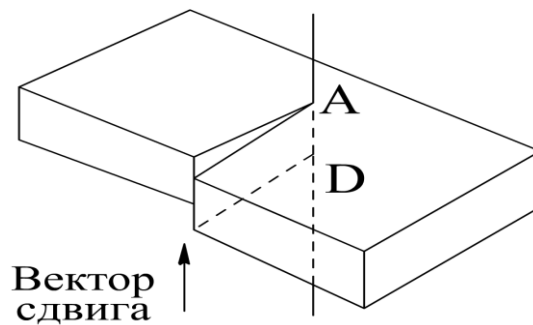


Рис. 2.3. Схема образования винтовой дислокации в кристалле

Сдвиг параллелен оси дислокации. Искажение решетки в данном случае проявляется в том, что вблизи оси винтовой дислокации  $AD$  ряды атомов изгибаются и подравниваются к нижнему ряду атомов, то есть располагаются по спирали или винтообразно. Винт может быть правым и левым.  $60^\circ$ -ная дислокация имеет плоскость скольжения (111). Ось дислокации и вектор Бюргерса  $a/2\langle 110 \rangle$  расположены по разным направлениям системы  $\langle 110 \rangle$  под углом  $60^\circ$  друг к другу.

Особенностью этой дислокации является то, что атомы, образующие край полуплоскости, имеют ненасыщенные (оборванные) связи. Это существенно влияет на взаимодействие с электрически активными центрами в кристалле.

В краевой дислокации край полуплоскости может иметь по две оборванные связи на каждый атом или совсем не иметь их.

Дислокации могут оказывать либо прямое, либо косвенное влияние на электрофизические параметры полупроводникового материала: прямое – из-за присутствия в запрещенной зоне электронных состояний, связанных с дислокацией, косвенное – из-за наличия примесных атмосфер, выделения примеси и ускоренной диффузии вдоль линии дислокации.

Изменение электрических свойств полупроводников, происходящее вследствие прямого влияния дислокации, обусловлено появлением новых энергетических уровней, соответствующих электронным состояниям, возникающим на дислокациях из-за наличия ненасыщенных связей. Действительно, атомы, которыми заканчивается лишняя полуплоскость, образующая краевую дислокацию, имеют по одной ненасыщенной валентной связи. Поэтому краевая дислокация имеет характер акцептора. Следовательно, дислокации должны обеспечивать дополни-

тельную проводимость, увеличивать обратные токи, влиять на время жизни, пробой.

С влиянием примесей связаны косвенные эффекты. Дислокации взаимодействуют с точечными дефектами вследствие стремления к уменьшению свободной энергии системы. В результате взаимодействия атомы примеси распределяются в решетке неравномерно, группируясь, как правило, вблизи дислокации и образуя примесные атмосферы. Количество примесных атомов, скопившихся у дислокаций, зависит от температуры: при высокой – атмосферы рассасываются, при более низкой – образуются вновь.

Образование облаков атмосфер точечных дефектов вокруг дислокаций может существенным образом влиять на проявление их электрических свойств, меняя иногда сам механизм воздействия дислокаций на электрофизические свойства материала и созданного на его основе прибора.

Для выявления дислокаций используют следующие два важных их свойства:

- в окрестности линии дислокации кристаллическая решетка сильно деформирована и обладает большей энергией, чем в остальных частях кристалла;
- краевая дислокация может быть как истоком, так и стоком внедренных атомов и вакансий.

Существует много косвенных и прямых методов выявления и подсчета дислокаций: металлографический, метод декорирования, рентгеновский, метод фотоупругости, методы электронной микроскопии, метод бомбардировки и другие.

Каждый метод имеет свою чувствительность и область применения, характеризуется своими достоинствами и недостатками. Наиболее широкое применение получили металлографический и рентгеновский методы.

### **Рентгеновские методы**

Рентгеновские методы (в частности, рентгеновская дифракционная топография) дают возможность получить дифракционные изображения строения кристаллических тел в натуральную величину или близких к ней размеров и позволяют непосредственно наблюдать индивидуальные дислокации, процессы их взаимодействия и т.д. Наиболее распространенными методами являются методы Ланга и Бормана, в которых наряду с геометрией съемки, дающей хорошее разрешение, используются эффекты, позволяющие выявлять несовершенства кристаллической решетки. Такими физическими явлениями являются: в методе Ланга – явление первичной экстинкции, т.е. ослабление интенсивности рентгеновских лучей по мере прохождения пучка через кристалл.

Принципиальная схема **метода Ланга** приведена на рис. 2.4.

Интенсивность лучей, отраженных от искаженных областей решетки, возрастает вследствие уменьшения явления первичной экстинкции. Поэтому на рентгенограмме эти области наблюдаются в виде темных участков на более светлом фоне.

**Метод Бормана** основан на эффекте аномального поглощения рентгеновских лучей. Динамическая теория рассеяния рентгеновских лучей в поглощаемом кристалле дает, что вследствие интерференции падающих и отраженных волн в кристалле образуется система стоячих волн, из которых наибольшую интенсивность имеют две волны. Одна из этих волн может полностью поглощаться в кри-

сталле из-за сильного взаимодействия с атомами (волна В), а другая проходит через кристалл, не поглощаясь (волна А). Схема модели волнового поля приведена на рис. 2.5.

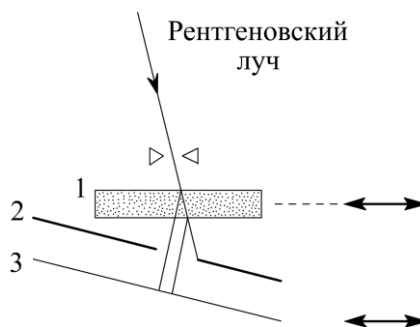


Рис. 2.4. Схема метода Ланга: 1 – кристалл; 2 – экран; 3 – пленка (стрелки показывают одновременное перемещение пленки и образца параллельно их собственным поверхностям)

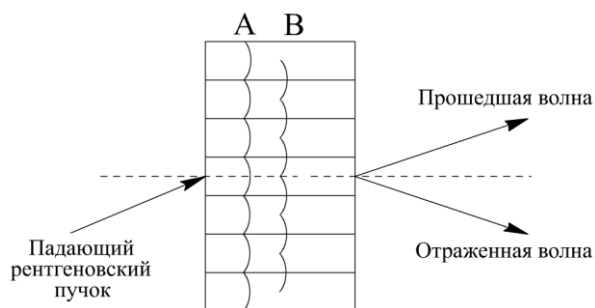


Рис. 2.5. Упрощенная модель волнового поля

На рис. 2.6 показана схема съемки по методу Бормана.

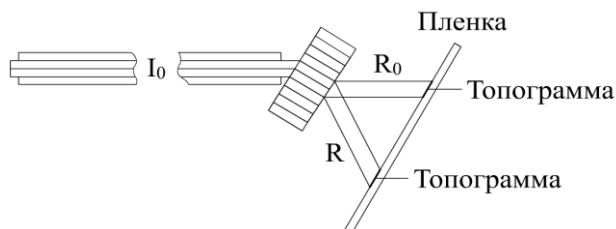


Рис. 2.6. Схема съемки по методу Бормана

Интенсивность выходящего пучка зависит от степени совершенства кристалла. Любые нарушения уменьшают эффект аномального поглощения, поэтому области искаженной решетки имеют на рентгенограмме пониженную интенсивность и наблюдаются в виде светлых линий на более темном фоне.

Предел чувствительности обоих методов – до плотности дислокаций  $10^5 - 10^6 \text{ см}^{-2}$ .

### Металлографический метод – метод избирательного травления

Это метод выявления выходов дислокаций на поверхность кристалла путем химического травления специально подобранными травителями. Поверхность образца, на котором можно выявить дислокации методом травления, обязательно должна быть определенным образом кристаллографически ориентирована.

Образец вырезают из монокристалла так, чтобы его исследуемая поверхность лежала в плоскости (111) или (100).

Опыт показал, что дислокационные ямки травления появляются на поверхности образца только в случае, если она расположена под углом, не превышающим  $7 - 10^\circ$  по отношению к плоскости (111) или (100), вне зависимости от того, как направлена дислокация в исследуемом образце.

Связь дислокаций с дислокационными ямками травления может быть объяснена, например, следующим образом: известно, что нарушение решетки приводит к увеличению энергетических уровней, лежащих в запрещенной зоне. Эти уровни будут заполняться носителями тока, что приведет к возникновению пространственного заряда в одних участках, увеличению носителей тока в других (соседних) участках в области дислокаций. Число носителей тока в области пространственного заряда будет мало.

Таким образом, наличие дислокации обуславливает присутствие участков с разной концентрацией носителей тока.

Если имеется травитель, химическая активность которого зависит от концентрации носителей, то участки области дислокации (выхода дислокации на поверхность) при травлении будут подвергаться воздействию травителя в иной степени, чем другие участки поверхности, поэтому в местах выхода дислокации будут возникать характерные ямки травления. Дислокационной ямкой травления считается углубление, получаемое в результате избирательного травления, образующееся в местах выхода дислокации на поверхность кристалла. Вид этих ямок травления для плоскости (111) – равносторонний или равнобедренный треугольник, для плоскости (100) – квадрат с вершиной пирамиды в центре.

Для того, чтобы определить плотность дислокаций в слитке Ge или Si методом избирательного травления, поступают следующим образом:

- торец слитка (образец кристалла) шлифуется суспензией микропорошка М-14, М-10 до получения однородной матовой поверхности без рисков. После шлифовки слиток тщательно промывается водой и просушивается легким прикосновением фильтровальной бумаги;

- после промывки образец подвергается химической полировке и травлению для выявления ямок дислокаций.

### Германий

Химическая полировка образцов производится в растворе состава:  $\text{CH}_3\text{COOH}$  - 15 см<sup>3</sup>;  $\text{HF}$  - 10 см<sup>3</sup>;  $\text{HNO}_3$  - 15 см<sup>3</sup>;  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  - 0,5 см<sup>3</sup> (однопроцентный водный раствор). Время полировки 3 – 5 мин. Затем промывка деионизованной водой и сушка.

Для выявления дислокационных ямок проводится травление в феррицианидном травителе состава:  $\text{KOH}$  - 12 г; железосинеродистый калий  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  - 8 г;  $\text{H}_2\text{O}$  - 100 г. Время травления в кипящем растворе травителя составляет 3 мин. Затем производится промывка слитка горячей водой и сушка фильтровальной бумагой.

## Кремний

Химическая полировка проводится в растворе: 2 части  $\text{HNO}_3$  и 1 часть  $\text{HF}$  до появления бурых паров, затем тщательная промывка деионизованной водой и сушка.

Избирательное травление для выявления дислокационных ямок осуществляется: для плоскостей  $\{111\}$  в травителе Сиртла, для плоскостей  $\{100\}$  – Секко.

Соста травителя Сиртла: 100 г  $\text{CrO}_3$ , 200 г  $\text{H}_2\text{O}$  и 200 г  $\text{HF}$ . Для травления берется 1 часть раствора хромовой кислоты  $\text{H}_2\text{CrO}_4$  и 2 части  $\text{HF}$ . Время травления составляет 10 мин, затем промывка деионизованной водой и сушка.

Состав травителя Секко: 44 г бихромата калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  на 1 л  $\text{H}_2\text{O}$  и  $\text{HF}$ . Для травления берется 1 часть раствора и 2 части  $\text{HF}$ . Время травления 10 мин, затем промывка и сушка.

Подсчет ямок травления производится на металлографическом микроскопе МИМ-7 при увеличении  $200\times$ .

Подсчитав число ямок травления, можно приблизительно определить плотность дислокаций (т.е. количество выходов дислокаций на  $1 \text{ см}^2$  травленной поверхности образца).

Расчет средней плотности дислокационных ямок травления  $N_{\text{дисл}}$  производится по формуле

$$N_{\text{дисл}} = \frac{n_{\text{ср}}}{S},$$

где  $n_{\text{ср}}$  – среднее количество дислокационных ямок в поле зрения микроскопа;  $S$  – площадь поля зрения,  $\text{см}^2$ .

### Методические указания к выполнению работы

Методика предназначена для определения плотности дислокаций в монокристаллических слитках кремния электронного и дырочного типов электропроводности с удельным электрическим сопротивлением более  $0,005 \text{ Ом}\cdot\text{см}$  для ориентации (100) и (013), с удельным электрическим сопротивлением более  $0,0008 \text{ Ом}\cdot\text{см}$  для ориентации (111).

Методика применима для слитков кремния с плотностью дислокаций от 0 до  $1 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ . Кремний бездислокационный при  $N_{\text{д}}$  не более  $10^1 \text{ см}^{-2}$ .

#### 1. Сущность метода

Количество дислокаций является характеристикой совершенства кристалла.

Методика выявления дислокаций основана на различии в скорости травления областей слитка с дислокациями и без них. В месте пересечения дислокаций и исследуемой поверхности скорость травления слитка выше, вследствие чего дислокации выявляются в виде ямки травления. Определение плотности дислокаций проводят на поверхности слитков, подвергнутых избирательному химическому травлению после выращивания или механической обработки.

#### 2. Реактивы, материалы и аппаратура

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 2567, ГОСТ 10484.

Кислота азотная по ГОСТ 11125, ГОСТ 4461, ГОСТ 701.

Ангидрид хромовый по ГОСТ 3776, ГОСТ 2548.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220.

Порошки алмазные по ГОСТ 9206.

Алмазные инструменты с применением алмазных порошков по ГОСТ 9206.

Крупность основной фракции применяемых абразивных материалов должна быть не более 100 мкм.

Бумага промокательная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бязь отбеленная по ГОСТ 29298.

Весы ВЛТК или ВНЦ-2 по ГОСТ 29329.

Стаканы химические, мензурки, щипцы.

Ванны кислотоустойчивые.

Станок шлифовальный типа ЖК 7809 или аналогичный.

Микроскоп металлографический типа МИМ-7 или аналогичный.

### **3. Подготовка образцов к измерениям**

Контроль плотности дислокаций осуществляется на поверхности торцов монокристаллических слитков или же на прилегающих к ним пластинах.

#### **3.1. Механическая обработка**

3.1.1. Измеряемые поверхности торцов монокристаллических слитков или пластин обрабатывают с помощью специального алмазного инструмента. Шероховатость плоскости  $R_a$  должна быть не более 2,5 мкм по ГОСТ 2789.

3.1.2. Обработанные поверхности промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой.

#### **3.2. Химическая полировка**

Перед избирательным травлением химической полировке подвергают поверхности торцов слитков или пластин. Естественную поверхность слитка перед избирательным травлением химической полировке не подвергают.

3.2.1. Для химической полировки используют раствор состава: кислота фтористоводородная – 1 объемная часть, кислота азотная – 2–4 объемные части.

3.2.2. Монокристаллические слитки или пластины погружают в ванну с полирующим раствором при комнатной температуре.

3.2.3. Объем полирующего раствора составляет 8–10 мл на 1 г обрабатываемого материала. При этом вся подлежащая измерению поверхность должна быть покрыта полирующим раствором.

3.2.4. При полировке проводят постоянное перемешивание раствора и вращение образца.

3.2.5. Продолжительность химической полировки составляет 2–10 мин.

3.2.6. По окончании полировки монокристаллические слитки или пластины быстро выгружают из полирующего раствора, промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой.

3.2.7. Допускается многократное использование полирующего раствора. Полирующий раствор непригоден, если при травлении в нем в течение 10 мин не происходит полировки.

### 3.3. Селективное травление

#### 3.3.1. Монокристаллические слитки и пластины с ориентацией (111)

3.3.1.1. Для выявления дислокаций на торцах монокристаллических слитков или на прилегающих к ним пластинах используют селективный травитель, состав которого, в зависимости от исходной концентрации фтористоводородной кислоты, определяется по табл. 2.1.

Таблица 2.1

Фтористоводородная кислота		Объемное содержание компонентов		
Концентрация, %	Плотность, г/см <sup>3</sup>	HF	Водный раствор CrO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O
30	1,102	1,5	1	1,5
35	1,116	1,3	1	1,7
40	1,128	1,1	1	1,9
45	1,142	1,0	1	2,0
50	1,155	0,9	1	2,1
55	1,169	0,8	1	2,2
60	1,183	0,75	1	2,25

3.3.1.2. Водный раствор хромового ангидрида готовят растворением 250 г хромового ангидрида в 1 л воды.

3.3.1.3. Монокристаллические слитки или пластины погружают в ванну с травильным раствором при комнатной температуре. Объем раствора составляет 2–4 мл на 1 г обрабатываемого материала. При этом вся подлежащая измерению поверхность должна быть покрыта травящим раствором.

Одновременно в ванну помещают образец-спутник. Образец-спутник подвергают механической обработке и химической полировке перед каждым травлением для выявления дислокации. В качестве образца-спутника можно использовать любой образец кремния с дислокациями, выявленными в свежеприготовленном растворе.

3.3.1.4. Продолжительность травления составляет 10–40 мин.

3.3.1.5. Слитки или пластины вместе с образцом-спутником выгружают из травильного раствора, промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой.

3.3.1.6. Качество травления измеряемых поверхностей определяют по четкости выявления дислокаций на образце-спутнике.

3.3.1.7. Допускается многократное использование травильного раствора. Травильный раствор не пригоден для дальнейшего использования, если в нем при травлении в течение 40 мин на образце-спутнике не выявляется дислокационная картина травления.

3.3.1.8. Допускается проводить выявление дислокаций на монокристаллических слитках или пластинах (III) в растворе:

– кислота фтористоводородная,



– водный раствор двуххромовокислого калия в соотношении (1:1).

3.3.1.9. Водный раствор двуххромовокислого калия готовят растворением 100–150 г двуххромовокислого калия в 1 л воды (70–90 °С).

3.3.2. Монокристаллические слитки и пластины с ориентацией (100).

3.3.2.1. Подготовка монокристаллических слитков и пластин с ориентацией (100) для выявления дислокаций осуществляется в соответствии с пп. 3.1–3.2.

3.3.2.2. Выявление дислокаций осуществляется в селективном травителе, состав которого, в зависимости от исходной концентрации фтористоводородной кислоты, определяется по табл. 2.2.

Таблица 2.2

Фтористоводородная кислота		Объемное содержание компонентов		
Концентрация, %	Плотность, г/см <sup>3</sup>	HF	Водный раствор CrO <sub>3</sub>	H <sub>2</sub> O
35	1,116	8	1	1
40	1,128	7	1	2
45	1,142	6	1	3
50	1,155	5,5	1	3,5
55	1,169	5	1	4
60	1,183	4,5	1	4,5

3.3.2.3. Водный раствор хромового ангидрида готовят растворением 250–300 г CrO<sub>3</sub> в 1 л воды.

#### 4. Проведение измерения

Подсчет плотности дислокаций проводят с помощью металлографического микроскопа.

Рекомендуемое увеличение микроскопа в зависимости от плотности дислокаций определяется по табл. 2.3.

Таблица 2.3

Плотность дислокаций, см <sup>2</sup>	Увеличение	Плотность дислокаций, см <sup>2</sup>	Увеличение
0–5·10 <sup>2</sup>	40-60	5·10 <sup>3</sup> –1·10 <sup>4</sup>	120-170
5·10 <sup>2</sup> –1·10 <sup>3</sup>	60-80	1·10 <sup>4</sup> –5·10 <sup>4</sup>	170-350
1·10 <sup>3</sup> –5·10 <sup>3</sup>	80-120	5·10 <sup>4</sup> –1·10 <sup>5</sup>	350-600

На измеряемой поверхности просматривают в двух взаимно перпендикулярных направлениях девять полей зрения и определяют количество дислокационных ямок травления в каждом из них. Расположение полей зрения для определения

плотности дислокаций на торцах слитков или на пластинах приведено в табл. 2.4. Схема выбора полей зрения для определения плотности дислокаций показана на рис. 2.7.

Таблица 2.4

Диаметр образца, мм	Расстояние точек измерения от края образ- ца, мм				
	1 и 6	2 и 7	3	4 и 8	5 и 9
60	4,9	13,5	30	46,5	55,1
70	5,5	15,6	35	54,5	64,5
100	7,3	21,9	50	78,1	92,7

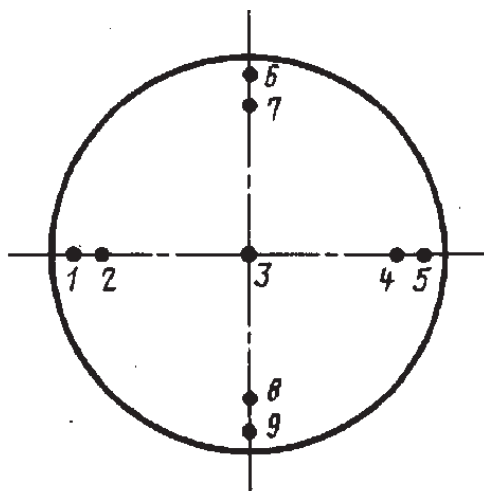


Рис. 2.7. Схема выбора полей зрения

## 5. Обработка результатов

5.1. По результатам измерений вычисляют среднее значение количества ямок травления в поле зрения.

Расчет средней плотности дислокационных ямок травления  $N_{дисл}$  производится по формуле

$$N_{дисл} = \frac{n_{ср}}{S},$$

где  $n_{ср}$  — среднее количество дислокационных ямок в поле зрения микроскопа;  $S$  — площадь поля зрения, см<sup>2</sup>. Расчет проводится для девяти полей зрения, показанных на рис. 2.7 согласно табл. 2.4. Параметр  $n_{ср}$  определяется как среднее число по девяти измерениям.

5.2 Далее требуется оценить плотность дислокаций на квадратном сантиметре поверхности пластины и на всей рабочей поверхности пластины. Для этого используется классическая пропорция.

## 6. Оформление отчёта

6.1. Результатом измерения плотности дислокаций является величина, вычисленная по формуле.

6.2. Погрешность результатов измерений составляет  $\pm 50\%$  при доверитель-

ной вероятности  $P = 0,95$ .

6.3. Результат измерений представляют двумя значащими цифрами, умноженными на порядок определяемого значения плотности дислокаций (например,  $2,2 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ ).

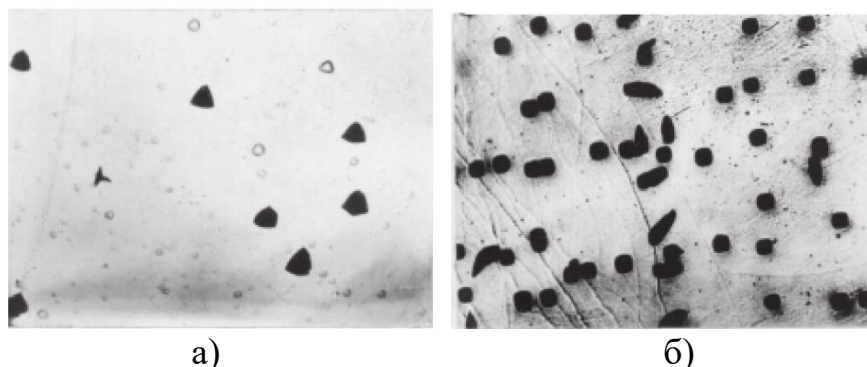


Рис. 2.2. Дислокационные ямки травления; увеличение 225:  
а – плоскость (111); б – плоскость (100)

В случае выполнения лабораторной работы в дистанционном формате основными данными являются микрофотографии и фотографии, расположенные в папках «ОМ» и «Лр2 дислокации на пластине» в системе ЭИОС.

#### **Теоретические вопросы для конспектирования.**

- 32 Дислокация.
- 33 Краевая дислокация.
- 34 Положительная и отрицательная краевая дислокация.
- 35 Вектор Бюргерса.
- 36 Общее обозначение дислокации в решетке алмаза.
- 37 Три простых дислокации в решетке алмаза.
- 38 Винтовая дислокация.
- 39 Прямые и косвенные воздействия дислокаций на электрофизические параметры полупроводников.
- 40 Облако точечных дефектов.
- 41 Свойства дислокаций, используемые для их выявления.
- 42 Прямые и косвенные методы выявления и подсчета дислокаций.
- 43 Рентгеновский метод выявления дислокаций.
- 44 Метод Ланга для подсчета дислокаций.
- 45 Метод Бормана для подсчета дислокаций.
- 46 Метод избирательного травления для подсчета дислокаций.
- 47 Связь дислокаций с дислокационными ямками травления.
- 48 Дислокационная ямка травления. Вид.
- 49 Этапы определения плотности дислокаций в германии и кремнии методами избирательного травления.
- 50 Химическая полировка германия.
- 51 Выявление дислокаций в германии.
- 52 Химическая полировка кремния.

- 53 Избирательное травление кремния для  $\{111\}$ .
- 54 Избирательное травление кремния для  $\{100\}$ .
- 55 Как подсчитать ямки травления.
- 56 Расчет средней плотности дислокаций.

### ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

// работа разделена на два блока, в каждом из которых изучаются определенные параметры пластин и методики их расчёта

// в ЭИОС – по фотографиям рабочей поверхности пластины с дефектами и без дефектов и снимкам объект-микрометра, размещенного в поле зрения микроскопа при соответствующем увеличении (синий, зеленый, голубой – метки в именах файлов)

(а)

#### **Контроль наличия свирлевых дефектов в бездислокационных слитках монокристаллического кремния**

// использование на микроскопе микромеханических винтов для определения площади поля зрения

#### **Задание на лабораторную работу**

1. Изучить порядок подготовки образцов монокристаллического кремния к проведению контроля дефектов.

2. При помощи определенного преподавателем микроскопа провести оценку плотности микродефектов в образце кремния.

#### **Теоретические сведения**

Свирлевый дефект (свирлевая картина) – спиралеобразное распределение микродефектов относительно оси роста, обнаруживаемое после избирательного травления на торце монокристаллического слитка (рис. 3.1) с плотностью микродефектов более  $2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$ .

Микродефект – локальная область слитка, отличающаяся по свойствам от окружающей матрицы, ограниченная размером  $10^{-2} - 10^2 \text{ мкм}$ .

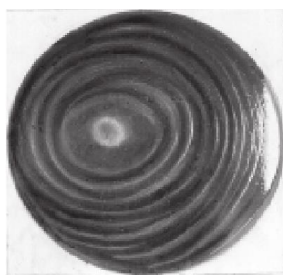


Рис. 3.1. Свирлевая картина на торце монокристаллического кремния

#### **Методические указания к выполнению работы**

Методика предназначена для выявления и контроля наличия свирлевых дефектов в бездислокационных слитках монокристаллического кремния электронного и дырочного типов электропроводности с удельным электрическим сопротивлением более  $0,3 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  с ориентацией (111), (100), (013). Методика применима для слитков в кремнии с плотностью микродефектов от  $1 \cdot 10^2$  до  $1 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ .

## 1. Сущность метода

Методика выявления свирлевых дефектов (свирлевой картины) основана на различии скорости травления областей монокристаллического слитка, содержащего микродефекты, по сравнению с кристаллографически совершенными областями. В местах расположения микродефектов скорость травления изменяется, благодаря чему область микродефекта выявляется в виде плоскодонной ямки, геометрия которой определяется ориентацией исследуемой плоскости и типом микродефекта (рис. 3.2).

Контроль наличия свирлевых дефектов (свирлевой картины) проводят путем визуального просмотра контролируемой поверхности и подсчета числа микродефектов в поле зрения микроскопа.

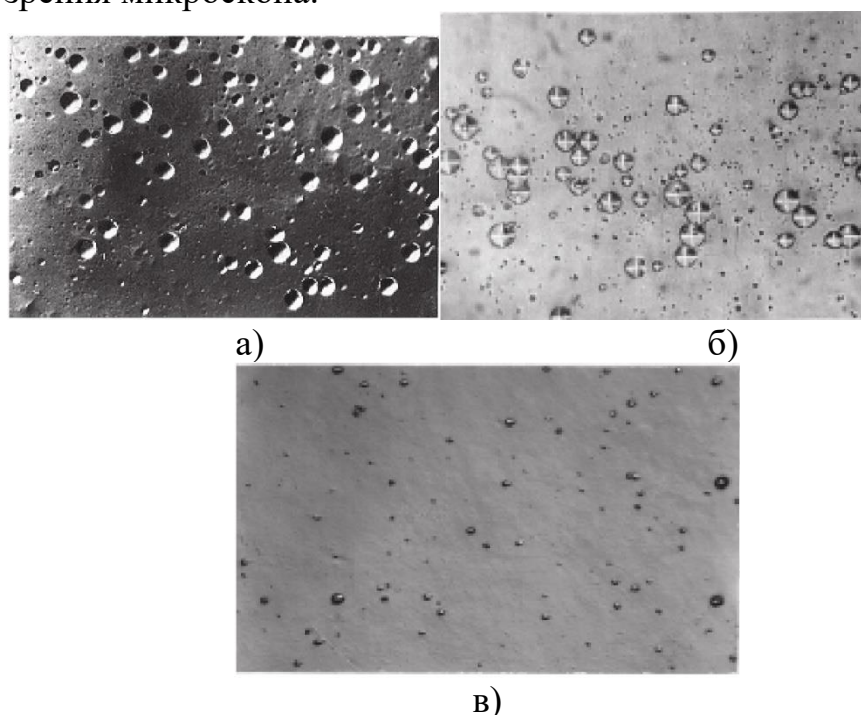


Рис. 3.2. Ямки травления, образующие свирлевую картину (увеличение 100):  
а – на плоскости (111); б – на плоскости (100); в – на плоскости (013)

## 2. Аппаратура, материалы, реактивы

Микроскоп металлографический ММР-4.

Люминесцентная лампа мощностью не менее 15 Вт.

Весы ВЛТК или ВНЦ-2 по ГОСТ 29329.

Ванны из винипласта.

Колба мерная по ГОСТ 1770.

Инструменты с применением алмазных порошков по ГОСТ 9206 с зернистостью не более 100/80 мкм.

Ткани хлопчатобумажные бязевой и миткалевой группы по ГОСТ 29298.

Бумага промокательная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Кислота фтористоводородная ос. ч. по ТУ 6–09–3401 и ТУ 6–09–4015, техническая по ГОСТ 2567, х. ч., ч. ч. д. а. по ГОСТ 10484.

Кислота азотная ос. ч. по ГОСТ 11125, ч. ч. д. а., х. ч. по ГОСТ 4461, кон-

центрированная техническая по ГОСТ 701.

Кислота уксусная ос. ч. по ГОСТ 18270, ч., х. ч., ч. д. а. по ГОСТ 61.

Ангидрид хромовый ч. д. а. по ГОСТ 3776, технический по ГОСТ 2548.

Вода питьевая по ГОСТ Р 51232–98.

Допускается использование оснастки средств измерения и материалов, аналогичных по назначению и не уступающих по показателям качества.

### **3. Подготовка образцов**

3.1. Контроль наличия свирлевых дефектов осуществляют на торцах монокристаллических слитков либо на пластинах, непосредственно примыкающих к торцам слитка.

3.2. Контролируемые поверхности обрабатывают с помощью инструмента (резка или шлифовка), указанного в разд. 2. На контролируемой поверхности не должно быть сколов, выступов, трещин.

3.3. Обрабатываемые поверхности промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой или другим обтирочным материалом, указанным в п. 3.

3.4. Химическая полировка.

3.4.1. Используют полирующий раствор состава: кислота фтористоводородная – кислота азотная в соотношении 1:(2–4).

3.4.2. Монокристаллические слитки или пластины погружают в ванну с полирующим раствором. В процессе травления раствор разогревается.

Объем полирующего раствора составляет 5–10 см<sup>3</sup> на 1 г обрабатываемого материала или 5–10 см<sup>3</sup> на 1 см<sup>2</sup> поверхности. При этом вся подлежащая контролю поверхность должна быть покрыта полирующим раствором.

При полировке необходимо постоянное перемешивание раствора.

3.4.3. Продолжительность химической полировки составляет 2–10 мин.

3.4.4. По окончании полировки слитки или пластины быстро выгружаются из раствора, промывают в проточной воде и сушат фильтровальной бумагой или другим обтирочным материалом.

3.4.5. Допускается многократно использовать полирующий раствор. Полирующий раствор становится непригодным, если при травлении в нем в течение 10 мин полировка не происходит.

3.4.6. Допускается для химической полировки использовать раствор состава: кислота фтористоводородная – кислота азотная – кислота уксусная в соотношении (3:6:2).

3.5. Выявление свирлевых дефектов.

3.5.1. Плоскость (111).

3.5.1.1. Используют раствор состава: кислота фтористоводородная – водный раствор хромового ангидрида

(250–300 г/л) в соотношении (3:4).

3.5.1.2. Объем травителя составляет 1,0–1,5 см<sup>3</sup> на 1 г обрабатываемого материала или 1,8–2,2 см<sup>3</sup> на 1 см<sup>2</sup> поверхности.

При травлении ванну с раствором закрывают крышкой.

3.5.1.3. Продолжительность травления составляет 20–30 мин.

3.5.1.4. Способ загрузки проводят как указано в п. 3.4.2. Выгрузку образцов

проводят после разбавления водного раствора хромового ангидрида большим количеством воды до полного обесцвечивания раствора.

3.5.1.5. Рекомендуются однократное использование раствора для всех контролируемых плоскостей (см. пп. 3.5.1–3.5.3).

3.5.2. Плоскость (100).

3.5.2.1 Используют раствор состава: кислота фтористоводородная — водный раствор хромового ангидрида (1200 г/л) в соотношении (1:4).

3.5.2.2. Объем травления составляет 1,6–2,2 см<sup>3</sup> на 1 г обрабатываемого материала или 5,5–5,7 см<sup>3</sup> и более на 1 см<sup>2</sup> поверхности.

3.5.2.3. Продолжительность травления составляет 30–40 мин.

3.5.3. Плоскость (013).

3.5.3.1. Используют раствор состава: кислота фтористоводородная – водный раствор хромового ангидрида

(300 г/л) – вода в соотношении (3:2:3).

3.5.3.2. Объем травителя составляет 0,8–1,3 см<sup>3</sup> на 1 г обрабатываемого материала или 1,6–1,9 см<sup>3</sup> на 1 см<sup>2</sup> поверхности.

3.5.3.3. Продолжительность травления составляет 25–30 мин.

#### 4. Проведение исследований и оформление отчёта по первой части работы

4.1. При контроле свирлевых дефектов осматривают контролируемую поверхность невооруженным глазом, изменяя ее положение относительно источника света. Отмечают место на витке свирлевых дефектов с предположительно наиболее высокой плотностью микродефектов. При этом периферийная область шириной 5 мм не учитывается.

4.2. Плотность микродефектов определяют на металлографическом микроскопе/выбранном преподавателем микроскопе. Рекомендуются иметь в поле зрения не более 200 ямок травления. При работе с микроскопом ММР-4 рекомендуемые увеличения приведены в таблице 3.1.

Таблица 3.1

Соответствие увеличения микроскопа и плотности дефектов

Плотность микродефектов, см <sup>-3</sup>	Увеличение
До $5 \cdot 10^3$	100
От $5 \cdot 10^3$ до $2 \cdot 10^5$	100–200
От $2 \cdot 10^5$ до $1 \cdot 10^7$	200–300

Допускается плотность ямок травления подсчитать по части поля зрения.

Число микродефектов подсчитывают в пяти полях зрения, расположенных вдоль витка свирлевых дефектов с максимальной плотностью микродефектов, пропуская после каждого замера два поля зрения.

Плотность микродефектов в поле зрения (N) вычисляют по формуле

$$N = \frac{\sum_{i=1}^5 n_i}{5},$$



где  $n$  – число микродефектов в поле зрения.

Далее определяется плотность свирлевых дефектов на кв. см и на всей рабочей поверхности пластины. Делается вывод о качестве пластины.

При плотности микродефектов не более  $2 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$  для слитков ориентацией (100) и (013) и не более  $3 \cdot 10^5 \text{ см}^{-2}$  для слитков ориентацией (111) слитки считаются не содержащими свирлевых дефектов.

4.3. При подсчете плотности микродефектов на исследуемой поверхности под микроскопом следует отличать ямки травления, связанные с ростовыми микродефектами, от фигур травления, возникающих в результате окисления или механических нарушений поверхности (рис. 3.3, 3.4).

Плотности микродефектов подсчитывают в витке свирлевых дефектов, свободном от указанных выше фигур травления.

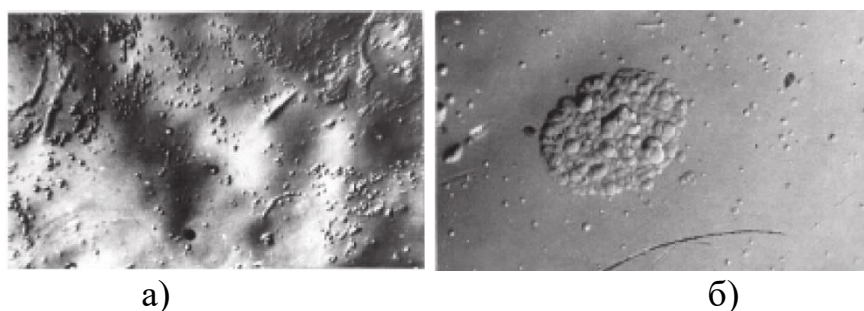


Рис. 3.3. Ямки травления, возникающие вследствие окисления поверхности образца. Увеличение 225

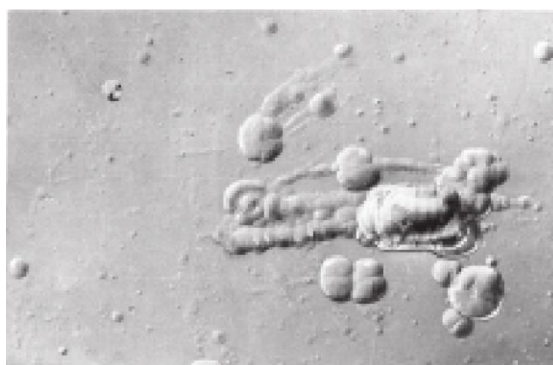


Рис. 3.4. Ямки травления, возникающие вследствие механических нарушений поверхности образцов. Увеличение 225

Окисная пленка выглядит в виде мазков, островков или сплошного матового фона. Когда окисная пленка затрудняет наблюдение свирлевых дефектов, контролируемая поверхность подлежит повторной механической и химической обработке.

При визуальном осмотре может быть обнаружен рельеф травления, связанный с примесной неоднородностью. Этот рельеф под микроскопом выглядит как система канавок.

Для приготовления полирующего раствора используют кислоты любой чистоты, для селективного раствора (выявления свирлевых дефектов) используют

только кислоты особой чистоты.

Погрешность измерения, рассчитанная по формуле, не превышает 30 % с доверительной вероятностью  $P = 0,95$ .

### **Теоретические вопросы для конспектирования.**

- 57 Где используется методика выявления свирлевых дефектов.
- 58 На чем основана методика выявления свирлевых дефектов.
- 59 Как выглядит область микродефекта.
- 60 Как подготовить образец к измерению свирлевых дефектов.
- 61 Полирующий состав для выявления свирлевых дефектов.
- 62 Критерий пригодности полирующего состава для выявления свирлевых дефектов.
- 63 Выявление свирлевых дефектов на (111).
- 64 Выявление свирлевых дефектов на (100).
- 65 Выявление свирлевых дефектов на (013).
- 66 Принцип контроля свирлевых дефектов.
- 67 Формула для определения плотности свирлевых дефектов. Критерий годности слитка/пластины.
- 68 Отличие ростовых микродефектов от фигур травления, возникающих при окислении или механическом нарушении поверхности.
- 69 Влияние окисной пленки на определение/образование свирлевых дефектов.
- 70 Чистота материала при травлении и полировке.
- 71 Погрешности измерения (виды).
- 72 Требования по безопасности при работе на полупроводниковом производстве (операция контроля свирлевых дефектов).
- 73 Свирлевый дефект.
- 74 Микродефект.
- 75 Полосы и линии скольжения в кремнии/германии невооруженным глазом и под микроскопом.
- 76 Какая плоскость поверхности исследуемой пластины.
- 77 Есть ли на исследуемой пластине ямки травления из-за окисления поверхности.
- 78 Есть ли на исследуемой пластине ямки травления из-за механических нарушений поверхности.

### **(б)**

### **Структурные дефекты в эпитаксиальных пленках кремния и определение толщины эпитаксиального слоя методом шарового шлифа и по дефектам упаковки**

// использование на микроскопе объект-микрометра для определения площади поля зрения

**Цель работы:** изучение металлографическим методом структурных дефек-

тов эпитаксиальных пленок Si, выращенных на подложках различной ориентации, измерение толщины пленок по дефектам упаковки и методом шарового шлифа: сравнение результатов измерений толщины эпитаксиальных пленок разными методами.

## 1. СТРУКТУРНЫЕ ДЕФЕКТЫ В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНКАХ

Эпитаксиальные композиции полупроводниковых материалов широко используются в современной полупроводниковой электронике. Возможности получения тонких и сверхтонких однослойных и многослойных структур разнообразной геометрии с широкой вариацией состава и электрофизических свойств по толщине и поверхности наращиваемого слоя обуславливают интенсивное внедрение эпитаксиальных методов выращивания в микроэлектронику и интегральную оптику.

В большинстве современных приборов наращиваемый эпитаксиальный слой играет роль активной области будущего полупроводникового устройства. Часто не менее активные функции выполняет и граница раздела между слоями различного состава или между подложкой и наращиваемым слоем, особенно в случае использования стероструктур. В связи с этим к качеству эпитаксиальных композиций предъявляются очень высокие требования.

Анализ показывает, что основными структурными дефектами монокристаллических эпитаксиальных пленок полупроводников являются дефекты упаковки, дислокации и дефекты роста.

### 1.1. Дефекты упаковки

Дефекты упаковки (ДУ) обычно возникают на небольших участках поверхности раздела подложка – эпитаксиальный слой, характеризующихся наличием структурного несоответствия по отношению к подложке. Зародившись, ДУ растут вдоль наклонных плоскостей  $\{111\}$  и пересекают ростовую поверхность по направлениям  $\langle 110 \rangle$ , приводя к появлению характерных геометрических фигур при избирательном травлении поверхности пленки. Различают ДУ типа вычитания и типа внедрения. Используя представления о характере упаковки атомов в гранецентрированной кубической решетке, первые можно представить как результат удаления слоя атомов (АВСВАСВ), в то время как ДУ типа внедрения – как результат введения дополнительного атома слоя (АВСАСВАСВ). Использование модельных представлений, характерных для гранецентрированной решетки, является вполне оправданным в применении к ДУ эпитаксиальных пленок кремния, имеющего решетку типа алмаза.

Рост ДУ вдоль наклонных плоскостей  $\{111\}$  приводит к появлению структуры типа перевернутого полиэдра, схематически показанного на рис. 2.1.

Геометрия полиэдра и образующихся при избирательном травлении фигур травления определяется ориентацией подложки. При ориентациях (111), (110), (221), (334) ДУ при травлении выявляются и в виде равносторонних треугольников, при ориентации (112) – равнобедренных треугольников, при ориентации (100) – квадратов и ориентации (114) – трапеций.

Из рис. 3.5 следует, что если ДУ образуются на поверхности раздела под-

ложка пленка, то размер выявляемых при травлении фигур находится в прямой геометрической связи с толщиной пленки: по мере стравливания пленки размер фигур травления уменьшается, и они полностью исчезают после полного удаления пленки. Если при травлении выявляются фигуры разных размеров, то это свидетельствует о том, что ДУ образуются не только на поверхности растущей пленки в процессе эпитаксии.

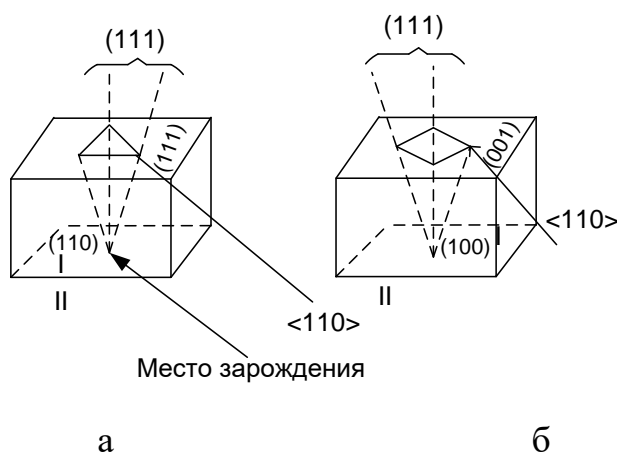


Рис. 3.5. Геометрия дефектов упаковки в эпитаксиальном слое кремния: а – ориентация подложки (111); б – ориентация подложки (100)

Кроме замкнутого полиэдра, показанного на рис. 5, возможно образование фигур других типов. Достаточно часто ДУ выявляются при травлении в виде незамкнутых («частичных») геометрических фигур. Это происходит в тех случаях, когда ДУ не распространяются по всем плоскостям  $\{111\}$ . результатом чего является образование линейных ДУ и связанных с ними частичных дислокаций Шоули и частичных «вершинных» дислокаций. При достаточно большой плотности ДУ и (или) при больших толщинах пленок отдельные ДУ могут перекрываться, что приводит к дополнительному усложнению выявляемых при травлении фигур.

Основные источники ДУ следующие: загрязнения, вносимые в эпитаксиальный слой из реактора; загрязнения и механические повреждения на поверхности подложки и различные дефекты, присутствующие в подложке в непосредственной близости от ее рабочей поверхности.

Дефекты упаковки можно изучать методами электронной микроскопии, рентгеновской дифракции, металлографии и дифракции медленных электронов.

Наиболее простой метод наблюдения ДУ основан на большей травимости дефектно уложенных плоскостей. Лучшими травителями для кремния являются:

- травитель Сиргла состава: 1 часть 33 %-ного водного раствора  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  + 2 части HF (49 %);
- травитель Дэша состава: 3 части  $\text{HNO}_3$  (70 %) + 12 частей  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (ледяная) + 1 часть HF (49 %);
- травитель Секко состава: 1 часть водного раствора  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (44 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  на

1 л  $\text{H}_2\text{O}$ ) + 2 части HF (49 %).

## 1.2. Дислокации

При получении гомоэпитаксиальных композиций температурные коэффициенты линейного расширения подложки и пленки практически одинаковы, а величины несоответствий периодов решетки, обусловленные разным уровнем их легирования, обычно не превышают  $10^{-4} - 10^{-5}$ . В этих условиях важную роль в дефектообразовании наряду с дефектами, генерируемыми в пленке в процессе ее наращивания, играют дефекты, наследуемые из подложки, а также термомеханические напряжения.

Используемая для эпитаксиального наращивания пластина обычно помещается на графитовый подложкодержатель, который нагревается с помощью индуктора. Температура эпитаксии составляет, как правило, 1473 К. Неоднородный нагрев подложки или недостаточно хороший контакт между подложкодержателем и пластиной часто приводит к неоднородному нагреву пластины. Возникающие в результате этого температурные градиенты могут быть настолько велики, чтобы обусловленные ими термомеханические напряжения превысили напряжения сдвига, требуемые для пластического течения, и обусловили образование дислокаций. Возникающие при этом дислокации имеют распределение, зависящее от кристаллографической ориентации. В пластинах, ориентированных по  $\{111\}$ , оно имеет тройную симметрию, а в пластинах, ориентированных по  $\{100\}$ , четверную. Этот механизм зарождения дислокаций действует на протяжении всего процесса осаждения пленки, так как термомеханические напряжения при этом сохраняются.

При малых несоответствиях периодов решетки наклонные к границе раздела дислокации, содержащиеся в подложке, наследуются наращиваемым эпитаксиальным слоем. При этом плотность дислокаций в пленке, как правило, равна или ниже плотности дислокаций в подложке.

Известно, что в малодислокационных монокристаллах полупроводников в значительных концентрациях присутствуют микродефекты, в первую очередь дислокационные микропетли, образование которых обусловлено скоплением собственных или примесных точечных дефектов. При выходе на поверхность подложки такие дислокационные петли являются источником дислокационных диполей, распространяющихся в эпитаксиальный слой. При высокой плотности дислокационных микропетель в подложке они являются основным источником дислокаций в наращиваемом слое.

В тех случаях, когда период решетки подложки отличается от периода решетки наращиваемой пленки, на границе между подложкой и пленкой появляются напряжения, обусловленные несоответствием решеток. В кристаллическом поле подложки структура нарастающей фазы упруго деформируется, между подложкой и нарастающей пленкой образуется промежуточный (переходный) слой, который и обеспечивает эпитаксиальное наращивание. При этом возникает изгибающий момент, который приводит к изгибу всей композиции. Продольное напряжение, возникающее в пленке, дается выражением

$$\sigma = \frac{E}{b(1-\nu)} \cdot \frac{h_s^2}{h_f R},$$

где  $E$  – модуль Юнга;  $b$  – вектор Бюргерса;  $\nu$  – коэффициент Пуассона;  $h_s$  и  $h_f$  – толщина подложки и пленки соответственно;  $R$  – радиус кривизны структуры.

Если такое напряжение превысит предел текучести материала, происходит зарождение дислокаций несоответствия. Эти дислокации располагаются на определенном расстоянии друг от друга, которое зависит от степени несоответствия параметров, характера связей, упругих констант материала. Схема образования дислокаций несоответствия представлена на рис. 3.6.

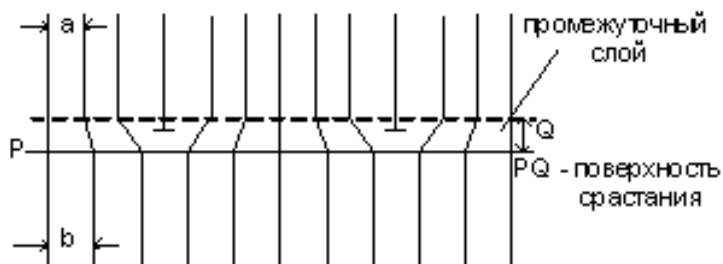


Рис.3.6. Схема образования дислокаций несоответствия

### 1.3. Дефекты двойниковой природы

В эпитаксиальных пленках наблюдаются два типа дефектов двойниковой природы: трипирамидальные дефекты и микродвойниковые ламели. Эти дефекты наиболее характерны для эпитаксиальных пленок кремния и часто сопутствуют друг другу. Трипирамидальные дефекты наблюдаются только в пленках, выращенных на подложках (111), и выявляются в виде бугорков, в идеале имеющих форму правильной трехлучевой звезды. В реальных пленках бугорки представляют собой менее правильные фигуры: часто лучи звезды выявляются в виде сегментов, иногда один из лучей вообще отсутствует. Трипирамиды обычно зарождаются на поверхности раздела пленки с подложкой, и размер их увеличивается по мере наращивания пленки. В центре такого рода дефектов, как правило, присутствует треугольная площадка сечением несколько сотен нанометров, имеющая структурное несоответствие относительно подложки.

Линейные дефекты, связанные с трипирамидами, по внешнему виду аналогичны ДУ. Они возникают на поверхности раздела подложка – пленка, растут вдоль наклонных плоскостей  $\{111\}$  и пересекают поверхность вдоль направлений  $\langle 110 \rangle$ . Эти дефекты представляют микродвойниковую ламель с однократным двойникованием относительно одной из наклонных плоскостей  $\{111\}$  матрицы.

Основная причина образования дефектов двойниковой природы поверхностные загрязнения углеродом в виде фазы  $\beta$ -SiC. Кремниевые центры роста, зарождающиеся на карбидных включениях, могут быть разориентированы относительно других центров роста, зарождающихся на поверхности кремниевой подложки. Этот разориентированный центр роста образует треугольную «сердцевину» дефекта. После того, как он достигает определенных размеров, происходит по-

вторное двойникование относительно наклонных плоскостей {111}, в результате чего образуются индивидуальные пирамидальные сегменты. Это последующее двойникование может происходить либо спонтанно, либо на ступенях роста подложки.

Так же, как и в случае ДУ, основными мерами борьбы с дефектами двойниковой природы являются устранение поверхностных загрязнений подложки и проведение процессов эпитаксиального наращивания в условиях, исключающих дополнительное загрязнение ростовой поверхности.

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Основными параметрами, определяющими пригодность эпитаксиального слоя для использования при изготовлении полупроводниковых приборов и интегральных микросхем, являются концентрация носителей заряда, плотность дефектов и толщина слоя. Таким образом, толщина эпитаксиального слоя представляет собой важный физический параметр, требующий контроля.

Рассмотрим наиболее распространенные методы измерения толщины эпитаксиальных пленок – метод окрашивания шлифов и по дефектам упаковки.

### 2.1. Метод окрашивания шлифов

Данный метод основан на изготовлении косых или сферических шлифов с последующим их окрашиванием путем электрохимического нанесения меди, химического травления или анодного окисления.

#### 2.1.1. Метод косого шлифа

Схема метода косого шлифа показана на рис. 3.7.

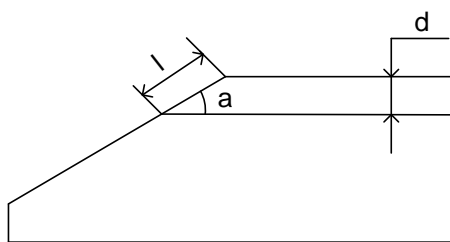


Рис. 3.7. Схема метода косого шлифа

Для проведения измерений со стороны эпитаксиального слоя изготавливается косой шлиф под некоторым углом  $\alpha$ . поверхность которого химически окрашивается для выявления и наблюдения границы эпитаксиального слоя с подложкой. Затем под микроскопом определяется расстояние  $l$  от края шлифа до границы пленка – подложка. Зная угол  $\alpha$ , определяют толщину пленки ( $d$ ) по формуле

$$d = l \cdot \sin \alpha .$$

Если угол неизвестен, то для определения  $d$  можно использовать интерференционный метод. В этом случае  $d$  измеряется по числу интерференционных полос, укладывающихся на поверхности шлифа от края до выявленной границы с под-

ложкой. Так как расстояние между двумя соседними полосами интерференции равно половине  $\lambda/2$  монохроматического света интерференционного микроскопа, то

$$d = m \frac{\lambda}{2},$$

где  $m$  – число полос.

Для окрашивания шлифа применяется несколько химических составов в зависимости от типа эпитаксиальной структуры.

Для кремниевых структур  $np$ - и  $pn$ - типов – травитель состава: 50 мл HF + 8 капель  $\text{HNO}_3$ ; для  $nn^+$  и  $pp^+$  – 30 мл HF + 15 мл  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

Для измерения толщины очень тонких (порядка 0,1 мкм) кремниевых эпитаксиальных слоев со структурой  $p$ - $n$  используется метод анодного окисления. Образец с косым шлифом служит анодом электролитической ванны с электролитом (раствор  $\text{KNO}_3$ ). золотая пластина – катодом. Время окисления 1 мин при плотности тока 50 мА/см<sup>2</sup>. На поверхности косого шлифа возникает ярко окрашенная окисная пленка с резким изменением цвета на границе  $p$ - $n$ -перехода.

### 2.1.2. Метод сферического шлифа

Если надо получить информацию об однородности толщины пленки по площади эпитаксиальной структуры, то необходимо использовать метод сферического шлифа. Данный метод заключается в том, что при изготовлении шлифа используется шар большого диаметра (25 – 150 мм), на который нанесена эмульсия алмазного порошка. Средний размер абразива составляет 1 мкм, причем следует тщательно контролировать состав фракции, так как зерна большего диаметра оставляют на поверхности шлифа грубые риски и точность измерения падает.

Вышлифованную на поверхности кремниевой пластины с эпитаксиальным слоем круглую лунку также химически окрашивают. С помощью металлографического микроскопа измеряют хорду между двумя окружностями, внешняя из которых образована пересечением лунки с поверхностью пластины, а внутренняя является выявленной границей эпитаксиальный слой – подложка (рис. 3.8).

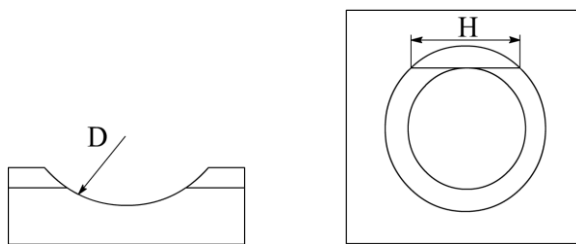


Рис. 3.8. Схема метода сферического шлифа

Толщина эпитаксиального слоя определяется по формуле

$$d = \frac{H^2}{4D},$$

где  $H$  – длина хорды контура сферического шлифа, касательной к контуру границы эпитаксиальный слой – подложка;  $D$  – диаметр сферической поверхности.



Метод сферического шлифа применим для измерения толщины эпитаксиальных слоев в структурах  $np$ -,  $pn$ -,  $nn$ +,  $pp$ +-типов, если удельное сопротивление эпитаксиального слоя отличается от аналогичного параметра подложки по крайней мере на порядок.

Погрешность измерений зависит от толщины слоя. При увеличении толщины пленки от 3 до 25 мкм погрешность уменьшается с 6 до 2 %. Основными источниками погрешности являются несферичность лунки шлифа, возникающая в результате биения шлифующего шара, качество поверхности шлифа и химический состав травителя, от выбора которого зависит четкость выявляемой границы раздела эпитаксиальный слой – подложка.

### **2.1.3. Измерение толщины эпитаксиальных пленок по дефектам упаковки**

Дефекты упаковки зарождаются преимущественно на поверхности подложки на начальной стадии роста эпитаксиального слоя, поэтому размер ДУ, выявляемых селективным травлением, связан с толщиной слоя. Из геометрии ДУ следует, что толщина эпитаксиального слоя  $d$  связана с длиной  $L$  любой из сторон фигуры травления ДУ соотношениями:  $d = 0,816L$  для ориентации (111) и  $d = 0,707L$  для ориентации (100).

Дефекты упаковки могут зарождаться не только в начальный момент эпитаксиального роста, но и на более поздних стадиях процесса наращивания пленки. В этой связи для определения толщины эпитаксиального слоя необходимо выбирать фигуры травления наибольших размеров.

## **2.2. Проведение исследований и оформление отчёта по второй части работы**

1. Ознакомиться с устройством и работой металлографического микроскопа.
2. Определить цену деления окуляра микроскопа (при работе на кафедре).

Для этого на предметный столик микроскопа установить объект-микрометр; получить изображение штрихов объект-микрометра (параллельно делениям окуляра); определить цену деления окуляра по формуле

$$E = \frac{T \cdot Z}{A},$$

где  $E$  – цена деления окуляра;  $T$  – число делений объект-микрометра;  $Z$  – цена деления объект-микрометра, равная 0,01 мм;  $A$  – число делений окуляра.

3. Поместить на предметный столик микроскопа образец с выявленными структурными дефектами в эпитаксиальных слоях. Определить с помощью микроскопа ориентацию пластин и вид дефектов. Зарисовать характерные дефекты.

4. Изучить установку для создания шаровых шлифов. Провести измерения (три подхода и более) шара шлифовальной головки. На выданных образцах частей пластины попытаться создать ямку сошлифованного материала (на кафедре).

Измерить толщину эпитаксиального слоя методом шарового шлифа, для чего измерить длину хорды  $H$  не менее трех раз. Результаты занести в табл. 3.2. Вычислить среднее значение толщины эпитаксиальной пленки, вычислить погрешности

измерений. Погрешности измерений – см. первую (?) лабораторную работу по физике на 1 курсе.

Таблица 3.2

Ориентация образцов	Результаты измерений и вычислений								
	$H_1$	$d_1$	$H_2$	$d_2$	$H_3$	$d_3$	$d_{cp}$	$\Delta d_{cp}$	$\frac{\Delta d_{cp}}{d_{cp}} \cdot 100 \%$
(111)									
(100)									

5. Сделать вывод о толщине эпитаксиального слоя.

В случае выполнения лабораторной работы в дистанционном формате основными данными являются микрофотографии и фотографии, расположенные в папках «ОМ» и «Лр3 свирлевые дефекты и шлифы» в системе ЭИОС.

### Теоретические вопросы для конспектирования.

- 79 Эпитаксиальная пленка.
- 80 Области применения эпитаксиальных пленок.
- 81 Основные дефекты монокристаллических эпитаксиальных пленок.
- 82 Дефекты упаковки.
- 83 Направление роста ДУ.
- 84 Виды ДУ.
- 85 Чем определяется геометрия полиэдра.
- 86 Травление ДУ при ориентации (111), (110), (221).
- 87 Травление ДУ при ориентации (112).
- 88 Травление ДУ при ориентации (100).
- 89 Травление ДУ при ориентации (114).
- 90 Почему при травлении эпитаксиальных пленок выявляют фигуры разных размеров.
- 91 ДУ в виде незамкнутых геометрических фигур. Причины возникновения и т.д.
- 92 Источники ДУ.
- 93 Методы изучения ДУ.
- 94 Травитель Сиртла + плоскость.
- 95 Травитель Дэша + плоскость.
- 96 Травитель Секко + плоскость.
- 97 ТКЛР подложки и пленки при гомоэпитаксии.
- 98 Чем обусловлено несоответствие периодов решетки эпитаксиальной пленки и подложки.
- 99 Технология эпитаксиального наращивания.
- 100 Механизм зарождения дислокаций при эпитаксии.
- 101 Поведение дислокационных микропетель при эпитаксии.
- 102 Плотность дислокаций при малых несоответствиях периодов решетки эпитаксиальной пленки и подложки.

- 103 Что происходит при эпитаксии, если период решетки пленки и подложки различается.
- 104 Продольное напряжение в пленке.
- 105 Дислокации несоответствия + схема.
- 106 Виды дефектов двойниковой природы в эпитаксиальных пленках.
- 107 Дефекты на пленках на подложке (111).
- 108 Причины возникновения дефектов двойниковой природы.
- 109 Метод косого шлифа.
- 110 Метод шарового шлифа.
- 111 Измерение толщины эпитаксиальных пленок по ДУ.
- 112 Как выглядит р-п переход на шаровом шлифе.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

### Изучение геттерирования точечных дефектов в малодислокационном кремнии

// использование при работе с микроскопом микромеханических винтов для определения диаметра поля зрения и/или объект-микрометра (на усмотрение преподавателя)

// в ЭИОС – по фотографиям рабочей поверхности пластины и снимкам объект-микрометра, размещенного в поле зрения микроскопа при соответствующем увеличении (синий, зеленый, голубой – метки в именах файлов)

#### **Задание на лабораторную работу**

1. Изучить металлографическим методом влияние геттерирования на плотность структурных дефектов в малодислокационном кремнии.

#### **Теоретические сведения**

##### **1. Точечные дефекты**

Одной из важнейших задач полупроводниковой электроники является обеспечение высокой степени чистоты и совершенства кристаллической структуры полупроводниковых материалов, используемых для производства приборов и интегральных микросхем.

Современная технология обеспечивает получение бездислокационных монокристаллов полупроводников. Однако опыт использования таких материалов показал, что при этом резко возрастает роль точечных дефектов. Наличие таких дефектов приводит к ухудшению характеристик полупроводникового материала и деградации параметров приборов.

##### **1.1. Типы точечных дефектов**

Точечные дефекты – нарушения периодичности в изолированных друг от друга точках кристаллической решётки. К ним относятся вакансии (дефекты по Шоттки), дефекты типа «атом в междоузлии» (дефекты по Френкелю), примесные атомы (внедрения и замещения), радиационные дефекты и термодфекты (акцепторного и донорного типов). Все виды точечных дефектов принадлежат к равновесным дефектам, так как они находятся в тепловом равновесии с решёткой кристалла.

Вакансии – это пустые узлы решётки. Вакансии в кремнии имеют акцепторный характер. Тесно связаны с вакансиями другие точечные дефекты – междоузельные атомы, которые являются донорными центрами. Как вакансии, так и атомы в междоузлии обладают довольно высокой подвижностью в монокристаллическом кремнии. В результате этого становится возможным их аннигиляция за счёт миграции к дислокациям и поверхностям, которые играют роль стоков для точечных дефектов; реализуется возможность образования комплексов вакансии – примесь, а также более крупных скоплений точечных дефектов – кластеров.

##### **1.2. Кластеры точечных дефектов**

При росте кристаллов кремния с очень низкой плотностью дислокаций возникает новый тип дефектов, которые, вероятно, характерны исключительно для полупроводниковых кристаллов и в настоящее время интенсивно исследуются.

Эти дефекты можно наблюдать, например, с помощью избирательного травления; из-за малого размера их называют микродефектами. Картина распределения микродефектов в поперечном сечении кристалла обычно имеет вид спирали, поэтому её обычно называют свирл-картиной. Спиралевидное распределение микродефектов наблюдается на продольных и поперечных сечениях кристаллов, полученных как методом Чохральского, так и методом зонной плавки.

Впервые такие дефекты наблюдались при избирательном травлении пластин бездислокационного кремния. В них обнаружены дефекты, отличающиеся от дислокаций, дефектов упаковки, двойников, преципитатов и межзёренных границ; в результате травления выявлялись «некристаллографические ямки травления». Ямки не имеют определенной ориентации относительно кристалла или друг друга. Плоское дно ямок указывает на вытравливание локализованных, приблизительно сферических дефектов.

Идентифицированы два типа микродефектов, отличающихся по размеру и концентрации. Микродефекты большого размера, названные А-дефектами, располагаются главным образом в областях, удалённых от поверхности кристалла и от краёв пластин. Микродефекты меньшего размера (В-дефекты) наблюдаются во всём объёме кристалла вплоть до его боковой поверхности.

Экспериментально (методами электронной микроскопии) установлено, что большинство кристаллографических дефектов в кремнии относится к дефектам типа внедрения, или междоузельного типа. В частности, А-дефекты представляют собой дислокационные петли междоузельного типа размером 1 – 3 мкм. Эти петли имеют различную, часто сложную форму. «Чистые» дефекты В-типа не удаётся наблюдать в просвечивающем электронном микроскопе, хотя декорированные примесями В-дефекты представляют собой очень маленькие петли размером 60 – 80 нм.

Межузельная природа дислокационных петель показывает, что формирование микродефектов связано с наличием избыточных собственных межузельных атомов кремния, или примесных атомов, а не вакансий. Избыточные собственные межузельные атомы могут объединяться в кластеры, образуя «элементарные» дефекты (В-дефекты), представляющие собой рыхлые трёхмерные группировки из межузельных атомов кремния и характеризующиеся очень маленьким полем напряжений.

Установлено, что распределение В-дефектов аналогично распределению примесей с малым коэффициентом сегрегации. В кремнии основными примесями, которые имеют коэффициент распределения меньше единицы и присутствуют в достаточно высокой концентрации, являются кислород и углерод. Таким образом, гетерогенное объединение собственных межузельных атомов кремния происходит с участием углерода и кислорода. А-дефекты, которые больше В-дефектов и являются, как установлено прямым наблюдением в электронном микроскопе, дислокационными петлями, образуются при более низких температурах, чем В-дефекты, и рассматриваются как продукт превращения В-дефектов. Это превращение может происходить в результате увеличения размера В-дефекта в процессе охлаждения кристалла до температуры 1050 °С, при которой самые большие В-дефекты становятся нестабильными, и происходит их перестройка. В результате этого составля-

ющие В-дефекты собственные межузельные атомы кремния располагаются между соседними плотноупакованными плоскостями в виде диска таким образом, что дают дефекты упаковки типа внедрения.

Механизм, который объясняет различные явления, связанные с микродефектами, основывается на допущении, что при высоких температурах в кремнии основными дефектами являются собственные межузельные атомы и что условия захвата точечных дефектов на фронте кристаллизации являются равновесными. В этом случае концентрация собственных межузельных атомов должна быть одинаковой при всех скоростях роста. По мере охлаждения кристалла от температуры плавления в отсутствие гетерогенных центров зарождения, таких как углерод, концентрация собственных межузельных атомов будет принимать равновесное значение при всех температурах. Однако, наличие примесей может способствовать локальному объединению собственных межузельных атомов и примесей. Такое объединение может происходить в результате формирования капель жидкого кремния в затвердевающем кристалле у фронта кристаллизации за счёт того, что углерод или примеси некоторых переходных металлов, неоднородно распределяясь в затвердевающем кристалле, приводят к локальному увеличению поглощения инфракрасного излучения печи. Капли будут образовывать свирл-картину в соответствии с распределением примеси.

Вероятный механизм образования нарушенных областей при затвердевании капель заключается в следующем. В области, занимаемой каплей, будет содержаться порядка 10% избыточных (межузельных) атомов кремния вследствие более высокой (примерно на 10 %) плотности жидкого кремния по сравнению с кристаллическим. Эти избыточные межузельные атомы либо конденсируются, образуя В-дефекты, либо при достаточном размере капли могут превратиться в дислокационную петлю (А-дефект). Если в окрестности капли имеется примесь, она будет при этом диффундировать к жидкой капле и растворится в ней вследствие более высокой растворимости в жидкой фазе по сравнению с твёрдой. После застывания капли образуются ограниченная область с повышенной концентрацией собственных межузельных и примесных атомов.

При высоких скоростях охлаждения указанное распределение замораживается, при низких – возникшее напряжение частично снимается путём образования дислокационных петель. Последние легко обнаруживаются в электронном микроскопе как А-дефекты. В случае капель малого размера возникающие вокруг них напряжения оказываются недостаточными для создания заметной диффузии межузельных атомов кремния к центру капли. Поэтому после её застывания образуется лишь небольшая область с повышенной концентрацией примесных атомов, которая не обнаруживается в электронном микроскопе без декорирования. Образованные таким образом микропреципитаты примеси (например, углерода) являются В-дефектами. Генерация микродефектов при очень низких скоростях охлаждения начинает подавляться за счёт аннигиляции межузельных атомов и вакансий.

### **1.3. Перестройка точечных дефектов**

Если в растущем кристалле концентрация собственных точечных дефектов превышает равновесную, то при охлаждении слитка избыточные точечные дефек-

ты будут объединяться, образуя кластеры. Когда это энергетически выгодно, происходит перестройка с образованием дислокационных петель, которые могут расти или уменьшаться в зависимости от концентрации точечных дефектов в кристалле, размеров первоначальной петли, температуры, скорости охлаждения слитка и наличия других стоков для точечных дефектов.

В процессе окисления кремния в нем часто образуются двумерные дефекты – дефекты упаковки. Дефекты упаковки в кремнии лежат в плоскостях  $\{111\}$  и пересекают поверхность пластины вдоль направлений  $\langle 110 \rangle$ .

Дефекты упаковки в кремнии имеют межузельную природу, то есть представляют собой кусок «лишней» атомной плоскости, ограниченной частичными дислокациями.

Образование дефектов упаковки на поверхности пластины происходит по двум различным причинам. Первая причина – это механические повреждения поверхности пластин при резке или шлифовке образцов. Вторая причина образования окислительных дефектов упаковки (в отсутствие механических повреждений на поверхности) связана с наличием в пластинах свирл-дефектов. Обнаружено, что комплексы точечных дефектов, имеющие свирл-распределение, являются зародышами для дефектов упаковки при окислении кремния.

Поскольку дефекты, образующиеся при окислении, имеют межузельную природу и, следовательно, связаны с аккумуляцией избыточных межузельных атомов, для возникновения этих дефектов требуется выполнение двух условий:

- во время окисления должны возникать избыточные атомы примеси или избыточные межузельные атомы кремния;
- образующиеся избыточные атомы должны конденсироваться в виде локализованных экстраплоскостей между плотноупакованными плоскостями решетки.

## **2. Методы геттерирования точечных дефектов**

Процесс удаления и дезактивации дефектов принято называть геттерированием. В настоящее время геттерирование дефектов представляет важную проблему в промышленной технологии изготовления полупроводниковых приборов, особенно актуальную в связи с увеличением функциональной сложности и размеров кристалла современных интегральных схем.

Существующие методы геттерирования можно классифицировать по различным признакам: расположению геттера относительно пластин, геттерирующей фазе и способу создания геттера.

### **2.1. Геттерирование механической обработкой**

Один из наиболее распространенных способов геттерирования в производстве кремниевых ИС связан с механической обработкой обратной стороны пластин и с последующей термообработкой при повышенной температуре. Напряжения, возникающие в результате механической обработки кремния, создают необходимую движущую силу для диффузии точечных дефектов и неконтролируемых примесей из рабочей области пластин.

## **2.2. Диффузионное легирование нерабочей поверхности подложек**

Диффузионное легирование (в основном фосфором) проводят при температурах от 1073 до 1473 К в течение времени от 15 мин до нескольких часов. Данный метод создания нарушенного слоя основан на формировании сетки дислокаций несоответствия в подложке при его диффузионном легировании до уровней, близких к предельной растворимости легирующего элемента. При этом возможно создание напряжений, превышающих предел прочности кремния и приводящих к образованию дислокаций. Диффузионное легирование фосфором позволяет полностью подавлять образование как объемных, так и поверхностных окислительных дефектов упаковки.

## **2.3. Ионная имплантация примесей**

Геттерирующими свойствами обладают ионно-имплантированные нарушенные слои в кремнии. Относительная эффективность геттерирования возрастает с увеличением массы иона примеси. Для геттерирования используются ионы с энергией от 30 до 500 кэВ. При низких энергиях ионов можно получать мелкие (0,1 – 0,2 мкм) нарушенные слои. Высокие энергии ионов обеспечивают значительную глубину нарушенного слоя. Диапазон используемых для геттерирования доз имплантации варьируется в пределах от  $10^{13}$  до  $10^{16}$  см<sup>-2</sup>.

## **2.4. Геттерирование с помощью наносимых слоев**

Геттерирование с помощью наносимых слоев осуществляется посредством нанесения:

- металлических слоев (никель, галлий, алюминий, цинк, сплавы олова со свинцом);
- слоев примесно-силикатных стекол (обычно используется на завершающих стадиях изготовления полупроводниковых приборов и ИС для пассивации поверхности и стабилизации параметров приборов):
- слоев поликристаллического кремния (на обратную сторону подложек);
- слоев нитрида кремния (на обратную сторону подложек).

В случае нанесения слоев на рабочую сторону подложек (металлы, примесно-силикатные стекла) эффект геттерирования достигается за счет повышенной растворимости неконтролируемых примесей в наносимых слоях или их химическим взаимодействием с материалом геттера. При нанесении геттера на нерабочую поверхность подложек движущей силой для диффузии точечных дефектов и примесей являются напряжения, возникающие на границе подложка – нанесенный слой.

## **2.5. Лазерное геттерирование**

В настоящее время наиболее перспективным и разработанным способом создания геттеров является лазерная обработка подложек. При воздействии лазерного излучения нарушения поверхности могут иметь вид дорожек или отдельных лунок. Для этого используется лазерное излучение непрерывное и импульсное.

Сфокусированный луч лазера сканирует по нерабочей стороне пластины, образуя лунки или дорожки с измененной морфологией поверхности, что обу-



словлено плавлением материала и его кристаллизацией в неравновесных условиях. Степень нарушения структуры регулируется путем изменения размеров лунок или дорожек.

Эффект геттерирования усиливается при обработке кремния на воздухе, что обусловлено образованием  $\text{SiO}_2$  на глубине, соответствующей толщине расплавленного поля. При последующей термообработке области выпадения  $\text{SiO}_2$  декорируются примесями металлов, в частности медью.

## **2.6. Термообработка в специальной среде**

Широкое распространение получили методы геттерирования путем термообработки пластин в специальных средах:

- термическое окисление кремния в хлорсодержащей среде;
- отжиг пластин в «активных» газовых средах;
- послеокислительный отжиг в нейтральной среде;
- создание внутренних геттеров путем термообработки пластин в неокислительной среде.

Последний метод в настоящее время все чаще применяется в производстве и заключается в следующем. В результате, термообработки пластин образуется приповерхностный слой с пониженной концентрацией  $\text{O}_2$ , имеющий совершенную кристаллическую структуру, а на удалении от поверхности создается повышенная плотность микродефектов.

Межузельный кислород, растворенный в кремнии, выделяется в объеме пластины в виде преципитатов состава  $\text{SiO}_2$ . При этом кристаллическая решетка кремния вокруг этих преципитатов искажается; образуются дислокации и другие дефекты. Таким образом, формируется внутренний нарушенный слой, находящийся внутри пластины, который и является стоком для точечных дефектов и неконтролируемых примесей из рабочей области пластин.

## **Методические указания к выполнению работы**

### **3.1. Выявление дефектов**

Для выявления дефектов и их последующего изучения пластины подвергают обработке в травителе Сиртла состава: 1 часть 33 %-ного водного раствора  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  + 2 части  $\text{HF}$  (49 %). Затем пластины промывают в деионизованной воде и подвергают сушке. При исследовании протравленных пластин в металлографическом микроскопе наблюдаются плоскодонные ямки травления – А-дефекты и канавки травления определенной кристаллографической ориентации – дефекты упаковки. Плотность выявленных дефектов различна для геттерированной и негеттерированной частей пластины. При определении плотности дефектов ( $N$ ,  $\text{см}^{-2}$ ) необходимо установить площадь ( $S$ ) какого-либо элемента схемы, например, конденсаторов (квадрат) или  $p$ - $n$ -перехода (гребешки) и визуально подсчитать число дефектов ( $n$ ), приходящихся на эту площадь.

### **3.2. Порядок измерений и обработка результатов**

1. Ознакомиться с устройством и работой металлографического микроскопа.

2. Определить цену деления окуляра микроскопа.

(по указанию преподавателя используется объект-микрометр и/или расчёт с помощью микромеханических винтов смещения координатного столика по осям X и Y микроскопа)

Для этого:

- на предметный столик микроскопа установить объект-микрометр;
- получить изображение штрихов объект-микрометра (параллельно делениям окуляра);
- определить цену деления окуляра по формуле

$$E = \frac{T \cdot Z}{A}$$

где  $E$  – цена деления окуляра;

$T$  – число делений объект-микрометра;

$Z$  – цена деления объект-микрометра, равная 0,01 мм;

$A$  – число делений окуляра.

3. Поместить на предметный столик микроскопа образец с выявленными структурными дефектами.

4. Сравнить визуально геттерированную и негеттерированную области образца.

5. Определить на негеттерированной и геттерированной пластинах количество точечных дефектов. При подсчёте используйте микрофотографии «без геттерирования ХХХ» и «ла геттерирование ХХХ», на которых ХХХ – это метка син./зелен./голуб., соответственно.

В случае выполнения лабораторной работы в дистанционном формате основными данными являются микрофотографии и фотографии, расположенные в папках «ОМ» и «Лр4 геттерирование» в системе ЭИОС.

### **Теоретические вопросы для конспектирования.**

- 113 Проблема бездислокационного монокристаллического кремния.
- 114 Точечные дефекты.
- 115 Дефекты по Шоттки + рис.
- 116 Дефекты по Френкелю + рис.
- 117 Варианты расположения примесного атома + рис.
- 118 Радиационные и термодефекты.
- 119 Отношение точечных дефектов к кристаллической решетке по энергии.
- 120 Вакансия.
- 121 Атом в междоузлии.
- 122 Аннигиляция вакансии и межузельного атома.
- 123 Кластер точечных дефектов.
- 124 Микродефект.
- 125 Где и как наблюдают кластеры точечных дефектов.
- 126 А-дефект. Размер.
- 127 В-дефект. Размер.

128 Принцип распределения В-дефектов.

129 Возникновение А- и В-дефектов в зависимости от температуры.

Вероятный механизм образования нарушенных областей при затверждении капель.

130 Расположение дефектов упаковки при процессе окисления кремния (плоскость, направление).

131 Природа ДУ.

132 Причины возникновения ДУ на поверхности пластины.

133 Условия возникновения ДУ.

134 Геттерирование. Классификация по различным признакам.

135 Диффузионное легирование необработанной поверхности подложки.

136 Ионная имплантация примеси.

137 Геттерирование с помощью наносимых слоев.

138 Лазерное геттерирование.

139 Термообработка в специальной среде.

140 Случайная дислокация Франка (вычитания, внедрения).

141 Коэффициент сегрегации.