

ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный  
технический университет»

Кафедра полупроводниковой электроники  
и наноэлектроники

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к выполнению лабораторных работ  
по дисциплине  
«Технология материалов электронной техники»  
для студентов направления 210100.62  
«Электроника и наноэлектроника»,  
профиля «Микроэлектроника и твердотельная электроника»  
заочной формы обучения

Воронеж 2014

Составитель канд. техн. наук Е.П. Новокрещенова

УДК 621.382

Методические указания к выполнению лабораторных работ по дисциплине «Технология материалов электронной техники» для студентов направления 210100.62 «Электроника и наноэлектроника», профиля «Микроэлектроника и твердотельная электроника» заочной формы обучения / ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет»; сост. Е.П. Новокрещенова. Воронеж, 2014. 48 с.

В методические указания включены лабораторные работы по основным разделам дисциплины «Технология материалов электронной техники». Приведены вопросы для самопроверки и библиографический список.

Методические указания предназначены для студентов третьего курса.

Методические указания подготовлены в электронном виде в текстовом редакторе MS WORD 2007 и содержатся в файле Лаб. зо ТМЭТ.docx.

Табл. 5. Ил. 13. Библиогр.: 8 назв.

Рецензент канд. физ.-мат. наук, доц. Е.П. Николаева

Ответственный за выпуск зав. кафедрой  
д-р физ.-мат. наук, проф. С.И. Рембеза

Издается по решению редакционно-издательского совета Воронежского государственного технического университета

© ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет», 2014

# 1. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

## Измерение плотности дислокаций в германии и кремнии

**Цель работы:** ознакомление с металлографическим методом выявления дислокаций в монокристаллах полупроводников и определение плотности дислокаций в образцах германия и кремния.

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. 1.1).

Краевую дислокацию можно представить как линейный дефект, созданный введением (или удалением) дополнительной вертикальной атомной полуплоскости ABCD (рис. 1.1). 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.

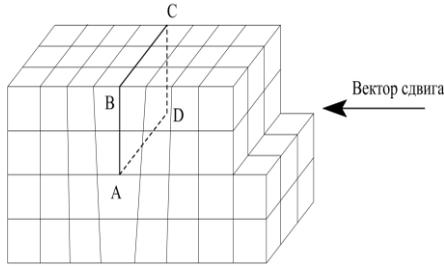


Рис. 1.1. Схема образования краевой дислокации в кристалле

Если лишняя полуплоскость находится в верхней части кристалла, то дислокацию называют положительной и обозначают  $\perp$ , если в нижней части, то отрицательной и обозначают  $\top$ . 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. 1.2, б) проведем по правилу правого винта контур, который был бы замкнутым в идеальном исходном кристалле (рис. 1.2, 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.

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  $\frac{a}{n} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  – 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 решетки (рис. 1.3).

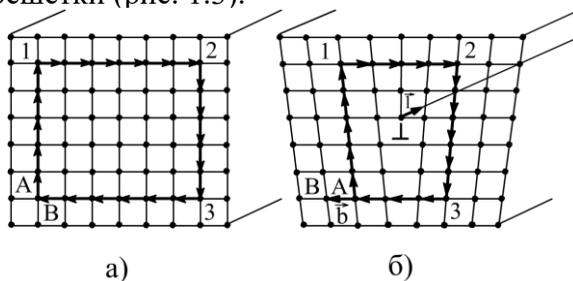


Рис. 1.2. Контур и вектор Бюргерса краевой дислокации

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.

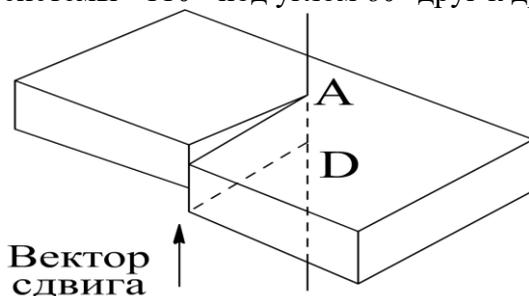


Рис. 1.3. Схема образования винтовой дислокации в кристалле

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 дополнительную 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 («облака Котрелла»). 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.

Дифракционные методы (*рентгеновский и электронно-микроскопический*) основаны на использовании рентгеновских и электронных лучей и имеют общую основу в том, что в области дислокации изменяется интенсивность дифракционных лучей. За счет разности в интенсивности в совершенной области кристалла и в несовершенной вблизи дислокации на рентгеновском или электронно-микроскопическом изображении наблюдаются дислокации (дифракционный контраст). Отличие этих двух методов в разрешающей способности, которая определяется, главным образом, шириной изображения дислокации. В рентгеновских методах эта величина порядка 5 мкм, предельная величина плотности дислокаций, которые можно изучать этим методом, порядка  $10^6 \text{ см}^{-2}$ . Метод не позволяет проводить непрерывное наблюдение за дислокациями, невозможно изучение динамических эффектов. Преимуществом метода является возможность исследования сравнительно толстых образцов без их разрушения. Электронно-микроскопический метод имеет высокую разрешающую способность, ширина изображения дислокации составляет около 100 Å, благодаря чему можно изучать кристаллы с высокой плотностью дислокаций до  $10^{12} \text{ см}^{-2}$ , он позволяет наблюдать динамику дислокационных процессов в кристаллах (скольже-

ние, переползание, размножение и др.). Однако изучать в просвечивающей электронной микроскопии можно лишь тонкие фольги или тонкие пленки, прозрачные для электронов, толщина которых не превышает 0,2 мкм.

Метод *декорирования* основан на взаимодействии примеси с дислокацией и тенденции примеси скапливаться на дислокации (декорировать линии дислокации), образуя частицы, которые можно наблюдать в оптическом микроскопе. Частицы должны быть достаточно малыми, чтобы можно было разрешить дислокации, но в тоже время достаточно большими, чтобы они были видимы в оптическом микроскопе. Метод позволяет выявлять дислокации по всей их длине и пригоден для изучения всей геометрии распределения дислокаций в кристалле. Метод требует подбора примеси и режима температурной обработки. Основные недостатки метода: термическая обработка образца может разрушить дислокационную конфигурацию, что приведет к наблюдению структуры отожженного образца; дислокации закрепляются выделениями, поэтому их движение затруднено. Если в электронном микроскопе наблюдаются «живые» дислокации, то при декорировании наблюдаются «препарированные» дислокации.

Метод *избирательного травления* граней кристаллов в кристаллографии известен давно, но раньше он применялся как один из способов определения симметрии кристалла. При травлении (растворении) кристалла на его поверхности образуются ямки с теми или иными очертаниями, которые называются фигурами травления. Симметрия их определяется элементами симметрии, перпендикулярными данной грани. Следовательно, по форме фигур травления можно судить об ориентации поверхности. В настоящее время травление применяется почти исключительно с целью выявления дислокаций.

### **Металлографический метод – метод избирательного травления**

Об избирательном травлении говорят, когда ямки травления возникают в точках выхода на поверхность тех или иных дефектов. Это могут быть не только линейные, но и точечные дефекты. Там, где имеется нарушение в размещении атомов, их химический потенциал выше, и они более активно

вступают в химическое взаимодействие с окружающей средой. Для того, чтобы зародились ямки на атомно-гладком участке грани, надо вырвать атомы из слоя, для этого требуется затрата энергии. Если травитель слишком активный, то разница в вероятности зарождения ямок на гладком и нарушенном участках может стираться. В этом случае избирательность образования ямок в местах выхода дефектов отсутствует.

Характеристикой активности взаимодействия кристалла с травителем служит скорость травления. Чтобы травление было избирательным, его нужно проводить при небольшой скорости травления. Травитель должен быть таким, чтобы соблюдалось определенное соотношение между глубиной и шириной ямки. В качестве характеристики процесса травления вводят скорость травления глубины ямки  $V_n$  и скорость ее расширения  $V_t$  - рис. 1.4 а.

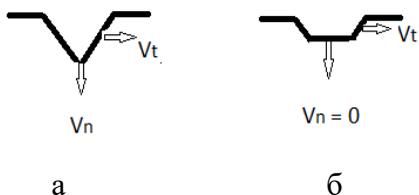


Рис. 1.4. а – Дислокационная ямка травления;  
б – ямка в случае точечного дефекта

Если травитель таков, что  $V_t \gg V_n$ , то ямка расплывается и заметна не будет. Травитель при этом приобретает полирующие свойства. Хорошо различимые ямки получаются при  $V_n \geq 0,1 V_t$ . Иметь хороший полирующий травитель необходимо для подготовки поверхности к последующему избирательному травлению.

Процесс углубления ямки в случае точечного дефекта быстро прекращается, как только дно ее приближается к слою с правильным расположением атомов. Ямка продолжает расширяться, и у нее образуется плоское дно – рис . 1.4 б.

Ямка, образующаяся в месте выхода на поверхность дислокации, будет остроконечной, так как линия дислокации не может оборваться внутри кристалла, а является протяженной в его объеме. Величина скорости  $V_n$  в случае дислокационной ямки со временем постепенно уменьшается, так как затрудняется отвод продуктов реакции со дна ямки по мере ее углубления. На глубине ямки и скорость  $V_t$  будет меньше, чем у поверхности. В итоге ямка становится остроконечной. При длительном травлении, поскольку  $V_t$  ближе к поверхности, ямка имеет тенденцию расплываться. Оптимальное время травления определяется, с одной стороны, необходимостью получения ямки достаточных размеров, а с другой - требованием четкости ее границ.

Травление краевых и винтовых дислокаций протекает, как правило, с одинаковой скоростью. Краевые дислокации дают более симметричные ямки. Травление выявляет как перпендикулярные поверхности, так и наклонные дислокации. Обычно при наклонном выходе дислокаций на поверхность, подвергающуюся травлению, получают асимметричные ямки травления.

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).

Связь дислокаций с дислокационными ямками травления может быть объяснена и 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, 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) монокристаллах кремния и германия – 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 рисок. После шлифовки слиток тщательно промывается водой и просушивается легким прикосновением фильтровальной бумаги;

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

В связи с тем, что дислокации существенно ухудшают электрические свойства полупроводников, проводится большая работа по снижению плотности ростовых дислокаций в них: получают бездислокационные кристаллы (а, точнее, бездислокационные области), плотность дислокаций в которых менее  $10 \text{ см}^{-2}$ . Идея выращивания из расплава бездислокаци-

онных кристаллов состоит в том, чтобы новые дислокации не появлялись, а старые, идущие от затравки, выходили на боковую поверхность.

### **Германий**

Химическая полировка образцов производится в растворе состава:  $\text{CH}_3\text{COOH}$  - 15  $\text{см}^3$ ;  $\text{HF}$  - 10  $\text{см}^3$ ;  $\text{HNO}_3$  - 15  $\text{см}^3$ ;  $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  - 0,5  $\text{см}^3$  (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  $\text{см}^2$  протравленной поверхности образца).

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>.

### Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с устройством и работой металлографического микроскопа (см. описание к МИМ-7).

2. Подсчитать площадь поля зрения микроскопа в квадратных сантиметрах, определив диаметр поля зрения. Для этого поместить на предметный столик объект-микрометр.

3. Поставить образец на столик микроскопа и добиться отчетливого изображения ямок травления в поле зрения. Присмотреть в соответствии со схемой, приведенной на рис. 1.5, девять полей в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Подсчитать количество дислокационных ямок в каждом поле, записать в таблицу. Рассчитать среднее число ямок травления на торце и подсчитать  $N_{дисл}$  для данного образца. Выбор полей зрения делать в зависимости от диаметра слитка, указанного в таблице.

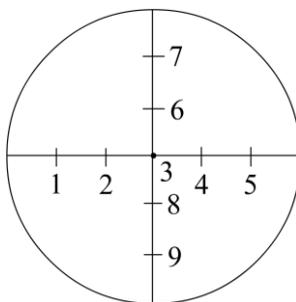


Рис. 1.5. Схема выбора полей зрения

Диаметр слитка, мм	Расстояние поля зрения от края образца, мм		
	Поля: 1, 5, 7, 9	Поля: 2, 4, 6, 8	Поле 3
40 – 41	3	9	20
50 – 51	3	12	25
60 – 61	3	15	30
70 – 71	3	16	35
80 – 81	3	20	40
90 – 91	3	22	45
100 – 101	3	25	50
102 – 103	3	25	51
103 -104	3	26	52

4. Определить плотность дислокаций для двух образцов .

### **Контрольные вопросы**

1. Структурные дефекты монокристаллов полупроводников.

2. Дислокации и их влияние на свойства кристаллов и характеристики полупроводниковых приборов.

3. Методы выявления дислокаций.

4. Причины возникновения дислокаций в монокристаллах, выращенных из расплава, и технологические меры по снижению их плотности.

5. Требования к травителям для выявления дислокаций.

6. Чем определяется форма дислокационных ямок травления?

7. В чем заключается различие дислокационных ямок травления и ямок, возникающих в случае точечного дефекта? Как объяснить это различие?

8. Кристаллическая структура кремния и германия.

9. В чем заключается метод выявления дислокаций избирательным травлением? На чем он основан?

## 2. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

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

**Цель работы:** изучение металлографическим методом структурных дефектов 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.

#### **2.1. 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.

### 2.1.1. 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 (АВСВСАВС), в то время как ДУ типа внедрения – как результат введения дополнительного атома слоя (АВ-САВСАВС). 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. 2.1 следует, что если ДУ образуются на поверхности раздела подложка 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 выявля-

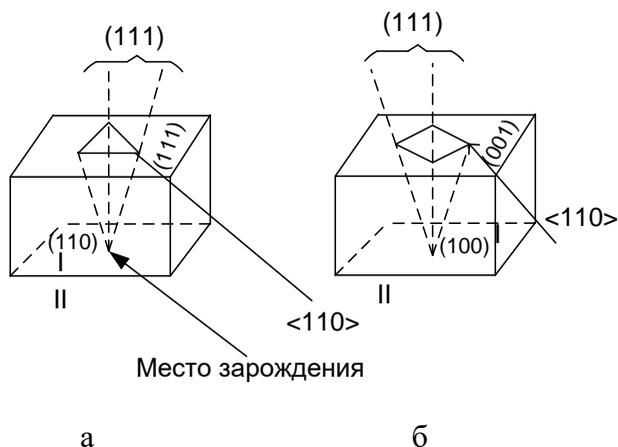


Рис. 2.1. Дефекты упаковки в эпитаксиальном слое кремния: а – ориентация подложки (111); б – ориентация подложки (100)

ются фигуры разных размеров, то это свидетельствует о том, что ДУ образуются не только на поверхности растущей пленки в процессе эпитаксии.

Кроме замкнутого полиэдра, показанного на рис. 2.1, 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 Шокли 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 непосредствен-

ной 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  $\text{CrO}_3$  + 2 части  $\text{HF}$  (49 %);

– травитель Дэша состава: 3 части  $\text{HNO}_3$  (70 %) + 12 частей  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (ледяная) + 1 часть  $\text{HF}$  (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  $\text{HF}$  (49 %).

### 2.1.2. 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

$$\sigma = \frac{E}{b(1-\nu)} \cdot \frac{h_s^2}{h_f R}, \quad (2.1)$$

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. 2.2.

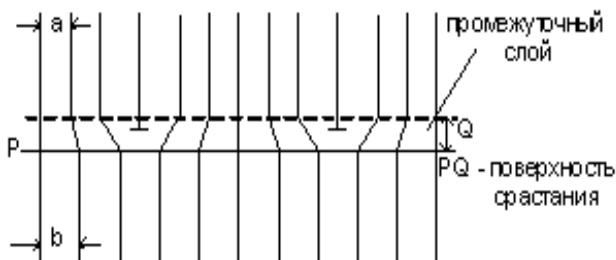


Рис.2.2. Схема образования дислокаций несоответствия

### 2.1.3. 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. 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 повторное 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.

## **2.2. 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.

### **2.2.1. 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.

## Метод косо́го шлифа

Схема метода косо́го шлифа показана на рис. 2.3.

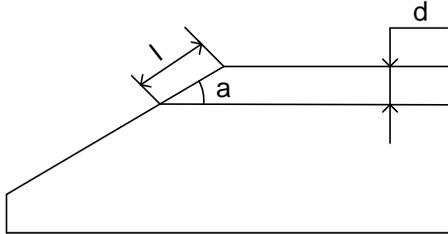


Рис. 2.3. Схема метода косо́го шлифа

Для проведения измерений со стороны эпитаксиального слоя изготавливается косо́й 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

$$d = l \cdot \sin \alpha . \quad (2.2)$$

Если угол неизвестен, то для определения  $d$  можно использовать интерференционный метод. В этом случае  $d$  измеряется по числу интерференционных полос, укладываемых на поверхности шлифа от края до выявленной границы с подложкой. Так как расстояние между двумя соседними полосами интерференции равно половине  $\lambda/2$  монохроматического света интерференционного микроскопа, то

$$d = m \frac{\lambda}{2}, \quad (2.3)$$

где  $m$  – число полос.

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

Для кремниевых структур  $n-p$ - и  $p-n$ - типов – травитель состава: 50 мл HF + 8 капель HNO<sub>3</sub>; для  $nn^+$  и  $pp^+$  – 30 мл HF + 15 мл H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

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 KNO<sub>3</sub>). 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.

### **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. 2.4).

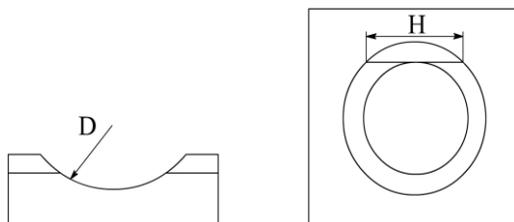


Рис. 2.4. Схема метода сферического шлифа

Толщина эпислоя определяется по формуле

$$d = \frac{H^2}{4D}, \quad (2.4)$$

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  $n-p$ -,  $p-n^-$ -,  $n-n^+$ -,  $p-p^+$ -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.

### 2.2.2. Измерение толщины эпитаксиальных пленок по дефектам упаковки

Дефекты упаковки зарождаются преимущественно на поверхности подложки на начальной стадии роста эпитаксиального слоя, поэтому размер  $DУ$ , 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 зародиться 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.

### 2.2.3. Порядок измерений и обработка результатов

1. Ознакомиться с устройством и работой металлографического микроскопа.

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

$$E = \frac{T \cdot Z}{A}, \quad (2.5)$$

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. Измерить длину стороны дефекта упаковки  $L$ . Измерения длины ДУ провести не менее трех раз. Результаты занести в табл. 2.1. Вычислить среднее значение толщины эпитаксиальной пленки, вычислить погрешности измерений.

5. Записать окончательный результат.

6. Измерить толщину эпитаксиального слоя методом шарового шлифа, для чего измерить длину хорды  $H$  не менее трех раз. Результаты занести в табл. 2.2. Вычислить среднее

значение толщины эпитаксиальной пленки, вычислить погрешности измерений.

Таблица 2.1

Ориентация образцов	Результаты измерений и вычислений								
	L <sub>1</sub>	d <sub>1</sub>	L <sub>2</sub>	d <sub>2</sub>	L <sub>3</sub>	d <sub>3</sub>	d <sub>ср</sub>	Δ d <sub>ср</sub>	$\frac{\Delta d_{ср}}{d_{ср}} \cdot 100\%$
(111)									
(100)									

Таблица 2.2

Ориентация образцов	Результаты измерений и вычислений								
	H <sub>1</sub>	d <sub>1</sub>	H <sub>2</sub>	d <sub>2</sub>	H <sub>3</sub>	d <sub>3</sub>	d <sub>ср</sub>	Δ d <sub>ср</sub>	$\frac{\Delta d_{ср}}{d_{ср}} \cdot 100\%$
(111)									
(100)									

7. Сравнить результаты измерений толщины эпитаксиального слоя, полученные разными методами.

### Контрольные вопросы

1. Эпитаксиальный рост пленок.
2. Структурные дефекты в эпитаксиальных слоях и механизмы их образования.
3. Влияние структурных дефектов на свойства эпитаксиальных пленок.
4. Методы измерения толщины эпитаксиальных пленок.
5. Газофазная эпитаксия кремния.

### 3. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

#### Определение ориентации монокристаллических слитков кремния оптическим методом

**Цель работы:** ознакомление с методами ориентации монокристаллических слитков полупроводников: экспериментальное определение угла отклонения плоскости среза образцов кремния от кристаллографической плоскости (111) или (100).

Кристаллографическая решетка таких полупроводников, как германий и кремний, относится к структуре типа алмаза и обладает анизотропией. Анизотропия – это явление, заключающееся в том, что физические (механические, электрические и др.) свойства тела различны по разным направлениям.

В технологии изготовления полупроводниковых приборов и интегральных схем анизотропия полупроводникового материала имеет большое значение. Так, силы кристаллической анизотропии сказываются на процессах травления, растворимости полупроводников в металлах и т.п.

Кристаллографическая ориентация играет важную роль в процессах изготовления интегральных схем. Так, например, процесс окисления кремния зависит от кристаллографической ориентации. Установлено, что на участке линейной зависимости роста окисла от времени скорость окисления на плоскости (100) < (110) < (111). Эксперименты по термическому окислению кремния во влажном кислороде при 1100 °С показали следующие значения скорости окисления: грань (100) – 0,502 нм/с; грань (110) – 0,577 нм/с; грань (111) – 0,580 нм/с.

Эффект кристаллографической ориентации четко наблюдается при диффузии бора в обычный эпитаксиальный кремний и в кремний с диэлектрическими изолирующими слоями. Скорость диффузии бора в кремний в окислительной

среде в направлении  $\langle 100 \rangle$  примерно в два раза больше, чем в  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 110 \rangle$ .

Использование ориентации (100) при управляемом травлении позволяет получать на пластинах (100) изолирующие канавки глубиной 50 мкм при ширине выреза в окисле 1 мкм. Это объясняется тем, что плоскость (100) пересекается под углом  $54^\circ 44'$  четырьмя плоскостями (111). Применяя селективный травитель, который растворяет кремний в направлении [100] во много раз быстрее, чем в направлении [111], глубину канавки можно задавать шириной выреза в окисной маске (скорость травления в [100] равна 50 мкм/ч, а в [111] равна 1 мкм/ч).

Для получения пластин полупроводниковых материалов, ориентированных в заданной плоскости, производят ориентацию слитков. Известно, что монокристаллы выращивают в определенном кристаллографическом направлении. Несмотря на высокие требования к технике выращивания могут наблюдаться случаи, когда у выращенного монокристалла геометрическая ось не совпадает с кристаллографической осью.

Для определения кристаллографической ориентации слитков существует несколько методов: ориентация по внешним морфологическим признакам, рентгеновский, оптическая ориентация по световым фигурам.

### **Ориентация по внешним морфологическим признакам**

Кремний так же, как и германий, относится к гексаоктаэдрическому классу, поэтому при росте в условиях самоориентации преимущественная форма роста представляет октаэдр, то есть фигуру, ограниченную совокупностью плоскостей (111). При выращивании монокристалла на монокристаллической затравке можно получить рост при любой ориентации затравки, но вероятность такого роста различна для разных направлений и условий выращивания.

Выращенные из расплава объемные монокристаллы имеют различный внешний вид в зависимости от условий и кристаллографического направления выращивания. Основная часть монокристалла, вытянутого из расплава, имеет обычно цилиндрическую форму с «ребрами» на поверхности, которые проявляются в местах пересечения поверхности кристалла плоскостями  $\{111\}$ . Количество «ребер» в зависимости от условий при выращивании: в направлении  $\langle 111 \rangle$  – три или шесть, в направлении  $\langle 100 \rangle$  - четыре или восемь.

Необходимо заметить следующее. В условиях выращивания по методу Чохральского (вытягивания из расплава) стремление к октаэдрической огранке должно приводить к многоугольной форме слитка, но поверхностное натяжение стремится придать сечению слитка форму круга.

При выращивании в направлении  $\langle 111 \rangle$  в сечении начальной (конусной) части слитка часто можно наблюдать появление шести боковых плоскостей  $\{111\}$  октаэдра.

Таким образом, по количеству «ребер» на боковой поверхности слитка, либо по четко выраженным граням на расширяющейся части слитка можно установить, в каком кристаллографическом направлении выращивался монокристаллический слиток.

### **Рентгеновский метод ориентации**

Принцип метода основан на отражении монокристаллических рентгеновских лучей от системы кристаллографических плоскостей  $\{hkl\}$ . Отражение происходит при углах  $\theta$ , удовлетворяющих условию Вульфа-Брегга

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n\lambda ,$$

где  $d_{hkl}$  – межплоскостное расстояние;  $\lambda$  - длина волны рентгеновских лучей;  $n$  – порядок отражения;  $n = 1, 2, 3, \dots$

Зная  $d_{hkl}$  для соответствующей системы кристаллографических плоскостей, рассчитывают значение  $\theta$ . При этом учитывают, что вследствие особенностей структуры типа алмаза для некоторых плоскостей отражения низких порядков ( $n = 1, 2$  и т.д.) могут гаситься. В таблице приведены значения углов  $\theta$  для кремния при использовании излучения Cu - линия  $\lambda(\text{Cu K}\alpha) = 0,1539$  нм.

Полупроводниковый материал	Кристаллографические плоскости		
	(400)	(220)	(111)
Кремний	34°37'	23°42'	14°13'
Порядок отражения	$n = 4$	$n = 2$	$n = 1$

Для ориентации может быть использована любая рентгеновская установка, снабженная приспособлением для определения углов поворота слитков. Чаще всего в производственных условиях используют дифрактометр УРС-50И и приставку ЖК 78.04.

Оптико-механическое устройство установки позволяет производить подсчет углов относительно первичного пучка рентгеновских лучей с точностью  $\pm 1'$ . Счетчик располагается под углом  $2\theta$  по отношению к направлению падающего пучка рентгеновских лучей.

Плоскость торца слитка или пластину, наклеенную на специальный цилиндрический держатель, прижимают к опорной плоскости приставки ЖК 78.04 так, что слиток может вращаться относительно оси, нормальной к плоскости торца (горизонтальная ось), при этом торец слитка, вращаясь, плотно прилегает к опорной плоскости. Вначале торец слитка располагают под углом  $\theta$  относительно направления падающего луча. Если искомая плоскость расположена под углом  $\beta$  к плоскости торца слитка (рис. 3.1), то отраженный луч будет зафиксирован в том случае, когда нормаль к плоскости ( $hkl$ )

будет лежать в плоскости падения и слиток повернется на угол  $\beta$  относительно нормали к плоскости падения, проходящей через точку падения лучей на образец

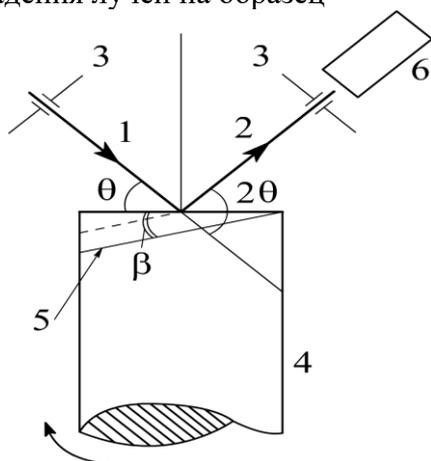


Рис. 3.1. Схема ориентировки монокристалла по отражению рентгеновских лучей: 1 – падающий луч; 2 – отраженный луч; 3 – щели коллиматора и счетчика; 4 – ориентируемый слиток; 5 – ориентируемые плоскости; 6 - счетчик

При юстировке слиток вращается вокруг горизонтальной оси при помощи мотора. Вращение слитка вокруг вертикальной оси, нормальной плоскости падения, производят вручную. Скорость вращения слитка вокруг горизонтальной оси выбирают равной 20 об/мин, вокруг вертикальной оси – 2 об/мин. Вблизи максимума отражения скорость вращения уменьшают и окончательную ориентировку производят, попеременно вращая слиток вокруг горизонтальной и вертикальной осей.

Угол  $\beta$  определяют как разность показаний на шкале отсчетного гониометрического устройства установки УРС-50И. Искомая система плоскостей попадает в отражающее положение дважды: при углах на отсчетном устройстве  $(\theta - \beta)$  и  $(\theta + \beta)$ , при этом положение поворота слитка вокруг горизонталь-

ной оси сдвигается на  $180^\circ$ . Если при каждом положении слитка, соответствующем условиям отражения, нанести горизонтальную риску, то их параллельность свидетельствует о качественном проведении ориентировки. Предельное положение угла  $\beta$ , очевидно, равно углу  $\theta$ , то есть, используя рассмотренный метод, нельзя определить отклонения плоскостей от торца слитка больше чем  $\theta$ .

### **Ориентация с помощью метода световых фигур**

Метод заключается в следующем. Если предварительно отшлифованный торец монокристаллического слитка протравить в селективном травителе, то на нем образуются фигуры травления в виде ямок травления или выступов, имеющих четкую огранку, соответствующую строению кристаллической решетки. Падающий на торец слитка узкий пучок света отражается от граней ямок и попадает на полупрозрачный экран, на котором наблюдаются отраженные фигуры. В зависимости от того, насколько сильно отклоняется кристаллографическая плоскость от плоскости торца, фигура, образованная отраженным пучком света, будет отстоять ближе или дальше от центра экрана. Точность определения углов ориентации зависит от четкости изображения фигур на экране и, следовательно, от четкости ямок травления на торце слитка.

В качестве селективных травителей для кремния чаще всего используют растворы щелочей: для плоскости (100) – 50 %-ный раствор NaOH, время травления 12 мин при температуре  $65^\circ\text{C}$ ; для плоскости (111) – 50 %-ный раствор KOH, время травления 3 – 5 мин в кипящем растворе.

Установка ЖК 78.08 для ориентации слитков световым методом состоит из следующих основных механизмов и узлов, показанных на рис. 3.2. Корпус (3) представляет собой сборную конструкцию из двух боковых стенок (передней и задней) и основания, скрепленных между собой винтами. В

корпусе устанавливаются и монтируются основные узлы и механизмы.

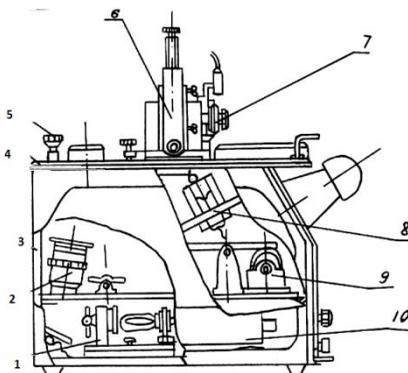


Рис. 3.2. Общий вид установки ЖК 78.08 ориентации слитков световым методом

Верхняя плита (4) служит для установки кристаллодержателя, зеркал отражения и угломерной головки. Плита может легко устанавливаться в одном из рабочих положений и фиксироваться зажимом (5). Перемещение плиты, равное 142 мм, производится вручную. Устанавливаемый объект для ориентирования прижимается к базировочной плоскости кристаллодержателя (6) подвижным винтом. Кристаллодержатель устанавливается на плиту до упора и прижимается зажимом. Стол, имеющий базировочную плоскость, при помощи цанги соединен с угломерной головкой, которая обеспечивает поворот стола с ориентируемым объектом на нужный угол.

Угломерная головка(7) предназначена для регистрации величин углов поворота ориентируемого объекта. Цена деления головки 3 мин. Конструкция ее определяется наличием червячной пары и выбором люфта за счет упругости. Экран (8) состоит из жесткой рамы, поворачивающейся на оси, матового стекла и листа из органического стекла, на котором нанесена шкала. Для лучшего наблюдения шкалы она подсвечива-

ется через ползушку, которая вместе с экраном может перемещаться по шариковым направляющим в направлении оптической оси. Перемещение экрана в этом направлении возможно на 36 мм. При установке экрана перпендикулярно к лучу, отраженному от образца (или от зеркала), его легко можно повернуть вокруг оси и зафиксировать полученное положение цанговым зажимом. Механизм подъема (9) служит для перемещения экрана. Червячная пара механизма подъема является самотормозящей, вследствие чего положение экрана сохраняется. Регулировка направления луча осуществляется при помощи направляющих, имеющих на корпусе фонарь (1). Фонарь состоит из лампы накаливания СП-68 с патроном диафрагмы и конденсаторных линз. Фотообъектив «Юпитер 11» (фокусное расстояние 135 мм) (2) имеет подставку, которая устанавливается на плиту. Наводка на фокус и регулировка диафрагмы объектива осуществляется системой шестерен.

Питание от электрической сети к установке подается на электрический блок (10), в который входит понижающий трансформатор, потенциометры для регулировки лампы накаливания и ламп подсвета экрана, тумблер, сигнальная лампа и плита, на которую подается через входное отверстие в корпусе питание от сети. Данный узел при помощи ручки легко вдвигается в корпус установки и крепится на передней стенке.

Зеркало нижнее и зеркало верхнее предназначены для отражения лучей и легко поворачиваются вокруг оси при помощи ручки в нужное положение, которое фиксируется цанговым зажимом.

Оптическая система установки приведена на рис. 3.3. В качестве источника света используется лампа накаливания (1) с нитью накала, имеющей точечную проекцию на плоскость, перпендикулярную оптической оси. Свет, пройдя конденсатор (3), представляющий собой систему двух линз, фиксируется на сменной диафрагме (4), величина которой ступенчато регулируется от 0,1 мм до 2 мм. Далее луч света, отразившись от

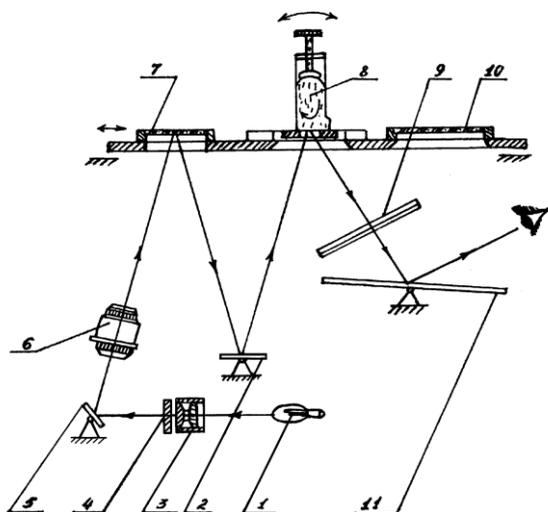


Рис. 3.3. Оптическая схема установки

нижнего зеркала (5), направляется в длиннофокусный объектив (6) типа «Юпитер 11», имеющий наводку на фокус и регулируемую диафрагму, после чего суживающийся пучок света, отражаясь от зеркал (7), (2) и образца (8), попадает на матовый экран (9).

Изображение на матовом экране рассматривается на просвет с помощью зеркала наблюдения (11) в смотровое окно. Зеркала для отражения луча (7) и (10) укреплены на перемещающейся по стрелке платформе. На схеме она изображена в переднем крайнем положении. При этом расстояние образец – экран равно 114,5 мм, а одно деление шкалы, равное 1 мм, соответствует отклонению от перекрестия на 15 мин.

В крайнем заднем положении платформы образец занимает место зеркала (7), а место образца – зеркало (10). При этом расстояние образец – экран по ходу луча равно 572 мм, а одно деление

шкалы в этом случае соответствует отклонению кристаллографической оси образца на 3 мин.

### **Порядок выполнения работы**

1. Подготовить установку к ориентированию. Чтобы подготовить установку к ориентированию, необходимо вывести световой луч (пятно) в центр перекрестия вертикальной и горизонтальной осей экрана, а для этого нужно:

1.1. Включить тумблер (2) питания установки (рис. 3.4).

1.2. Потенциометром (3) ввести освещение шкалы.

1.3. Установить подвижный столик для ориентации кремния в заднее положение и с помощью фиксатора (12) закрепить.

1.4. Установить контрольный столик в паз выступа подвижного стола.

1.5. С помощью цангового зажима освободить связь между подвижным столом и угломерной головкой.

1.6. Подвижный лимб угломерной головки установить на «0». При установке на «0» место образца занимает контрольный эталон, торец которого имеет зеркальную полированную поверхность.

1.7. Поверхность базирования подвижного стола с помощью контрольного столика установить в горизонтальное положение и вал его при помощи цангового зажима соединить с угломерной головкой.

1.8. Ручкой «световой пучок» отрегулировать яркость светового пучка.

1.9. Вращая ручку «диафрагма», получить максимум диаметра светового пучка.

1.10. С помощью выдвижения ручки «диафрагма» вывести световое пятно на вертикальную ось экрана.

1.11. Вращая ручку «зеркало верхнее», вывести световое пятно на горизонтальную ось экрана и закрепить ручку цанговым зажимом. В результате приведения световое пятно будет находиться на перекрестии экрана.

1.12. С помощью ручек «диафрагма объектива» и «фокус объектива» добиться четкого изображения пятна.

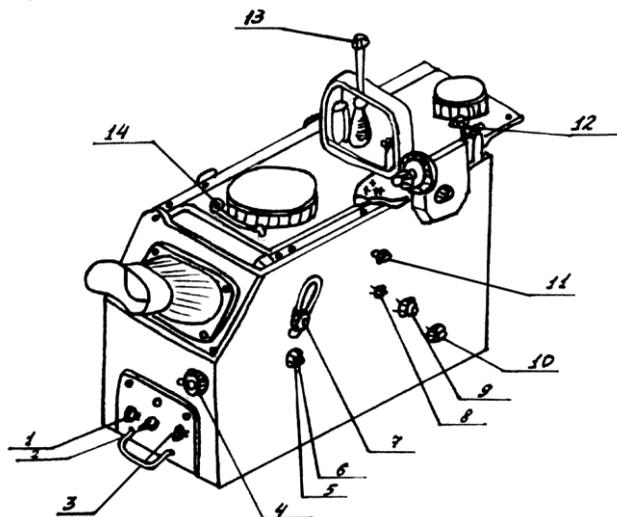


Рис. 3.4. Внешний вид установки оптической ориентации

После проведения подготовительной операции приведения светового пятна в центр экрана установка настроена и готова для определения ориентации слитков.

2. По морфологическим признакам разделить образцы кремния на две группы: выращенные в направлениях  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 100 \rangle$ .

3. Определить углы отклонения кристаллографической плоскости (111) или (100) каждого из образцов кремния на плоскости среза, для этого:

3.1. Снять с установки контрольный эталон.

3.2. Ориентируемый образец кремния травленным торцом поместить под пазом базировочной плоскости. Световая фигура, например, треугольник в случае плоскости (111), с темным или желтым центральным пятном будет находиться в поле шкалы.

3.3. Поворотом рукой вокруг оси вывести центр световой фигуры на вертикальную ось.

3.4. Прижать слиток винтом к базировочной плоскости.

3.5. Поворотом ручки угломерной головки вывести центр световой фигуры в перекрестие экрана и по риску угломерной головки определить угол ориентации в минутах.

3.6. С помощью винта в узле кристаллодержателя зафиксировать вал базировочной плоскости. Освободить кристаллодержатель от связи с угломерной головкой и снять узел с установки.

3.7. Через базировочные плоскости на торец слитка карандашом нанести черту со стрелкой, указывающей сторону срезания диска. (Если световое пятно располагалось выше горизонтальной оси экрана, то направление стрелки – от себя, если ниже – на себя.)

3.8. Записать угол отклонения плоскости ориентации от плоскости среза и указать направление стрелки.

### **Контрольные вопросы**

1. Кристаллическая решетка кремния и ее важнейшие кристаллографические плоскости.

2. Фигуры травления для плоскостей (111) и (100) в кубической решетке.

3. Методы определения ориентации слитков.

## 4. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

### Изучение геттерирования точечных дефектов в малодислокационном кремнии

**Цель работы:** изучение металлографическим методом влияния геттерирования на плотность структурных дефектов в малодислокационном кремнии.

#### 4.1. 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.

##### 4.1.1. 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 ва-

кансиями 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.

#### 4.1.2. 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 составляющие 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 обла-

сти, 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 счет аннигиляции межузельных атомов и вакансий.

### **4.1.3. Перестройка точечных дефектов**

Если в растущем кристалле концентрация собственных точечных дефектов превышает равновесную, то при охлажде-

нии слитка избыточные точечные дефекты 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.

## 4.2. Методы геттерирования точечных дефектов

Процесс удаления и дезактивации дефектов принято называть геттерированием. В настоящее время геттерирова-

ние 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.

### **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.

### **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.

### **Ионная имплантация примесей**

Геттерирующими свойствами обладают ионно-имплантированные нарушенные слои в кремнии. Относительная эф-

фективность 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>.

### **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.

### **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 обусловлено 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.

### **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.

### 4.3. Экспериментальная часть

#### 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 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.

#### Порядок измерений и обработка результатов

1. Ознакомиться с устройством и работой металлографического микроскопа.

2. Определить цену деления окуляра 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 площадь какого-либо элемента схемы и подсчитать количество дефектов.

6. Повторить измерения на нескольких элементах схемы и результаты занести в таблице.

$n$	$S, \text{см}^2$	$N, \text{см}^{-2}$

7. Рассчитать погрешность измерений.

### Контрольные вопросы

1. Структурные дефекты в малодислокационном кремнии.

2. Кластеры точечных дефектов и механизм их образования.

3. Методы геттерирования точечных дефектов.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Таиров, Ю. М. Технология полупроводниковых и диэлектрических материалов / Ю.М. Таиров, В.Ф. Цветков. СПб.: Лань, 2002. 424 с.

2. Нашельский, А. Я. Технология спецматериалов электронной техники / А. Я. Нашельский. М.: Металлургия, 1993. 368 с.

3. Пасынков, В. В. Материалы электронной техники / В.В. Пасынков, В.С. Сорокин. СПб.: Лань, 2003. 367 с.

4. Нашельский, А. Я. Технология полупроводниковых материалов / А.Я. Нашельский. М.: Металлургия, 1987. 336 с.

5. Физико-химические основы технологии полупроводниковых материалов / В.В. Крапухин, А.И. Соколов, Г.Д. Кузнецов. М.: Металлургия, 1995. 493 с.

6. Готра, З. Ю. Технология микроэлектронных устройств: справочник / З. Ю. Готра. М.: Радио и связь, 1991. 528 с.

7. Раскин, А. А. Технология материалов микро-, опто- и наноэлектроники: учеб. пособие / А.А. Раскин, В.К. Прокофьева. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. Ч.1. 164 с.

8. Новокрещенова, Е. П. Основы технологии материалов электронной техники: учеб. пособие / Е.П. Новокрещенова. Воронеж: ГОУ ВПО «Воронежский государственный технически университет», 2010. 228 с.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к выполнению лабораторных работ  
по дисциплине  
«Технология материалов электронной техники»  
для студентов направления 210100.62  
«Электроника и наноэлектроника»  
профиля «Микроэлектроника и твердотельная электроника»  
заочной формы обучения

Составитель Новокрещенова Елена Павловна

В авторской редакции

Компьютерный набор Е.П.Новокрещеновой

Подписано к изданию 20.10.2014

Уч.-изд. л. 3,0

ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный  
технический университет»  
394026 Воронеж, Московский просп., 14