

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный  
технический университет»

Кафедра полупроводниковой электроники и нанoeлектроники

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ № 1 - 2  
по дисциплине «Технология материалов электронной  
техники» для студентов направления  
11.03.04 «Электроника и нанoeлектроника»  
(направленность «Микрoeлектроника  
и твердотельная электроника»)  
очной формы обучения



Воронеж 2017

Составители: ассистент А.А. Винокуров,  
канд. техн. наук Е.Ю. Плотникова

УДК 621.382(075)

ББК 31.233я7

В 496

Методические указания к выполнению лабораторных работ № 1 - 2 по дисциплине «Технология материалов электронной техники» для студентов направления 11.03.04 «Электроника и микроэлектроника» (направленность «Микроэлектроника и твердотельная электроника») очной формы обучения / ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет»; сост. Е.Ю. Плотникова, А.А. Винокуров. Воронеж, 2017. 30 с.

В методических указаниях описываются технические требования к образцам монокристаллического кремния, визуальный контроль слитков, способы определения типа электропроводности кристаллов, способы определения плотности дислокаций.

Методические указания подготовлены в электронном виде и содержатся в файле «МУ ТМЭТ\_1\_2.pdf».

Табл. 5. Ил. 8. Библиогр.: 2 назв.

Рецензент д-р техн. наук, проф. А.В. Строгонов

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

Издается по решению учебно-методического совета Воронежского государственного технического университета

© ФГБОУ ВО «Воронежский государственный технический университет», 2017

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

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

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

1. Провести визуальный контроль образца монокристаллического кремния на наличие макроскопических дефектов.
2. Определить тип электропроводности образца методом термозонда.
3. Определить тип электропроводности образца методом точно-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), электрон-

ного 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:

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

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

$2\rho_{\text{номин}}$  (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 диаметр слитка	Базовая длина слитка, мм, не менее
			Интервал номиналь- ных значе- ний УЭС, Ом·м	Относительное отклонение средних значе- ний УЭС торцов от номинального значения УЭС, %	Радиальное отклонение УЭС от сред- него значения по торцу слит- ка, %		
ЭКДБ	1	а б в г д	0,005–20	35	10	62,5	100
						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
						78,5	100
			102,5			200	
			127,5			200	
			152,5			250	

Продолжение табл. 1.1

3	a	0,005–20	20	10	62,5	100
	б					
4	в	0,1–20 0,1–15	15	10	78,5	100
	г					
	д					
	a	0,005–20				
	б					
5	в	0,1–20 0,1–15	35	15	102,5	150
	г					
	д					
	a	20–40				
	б					
6	в	20–40	25	15	127,5	200
	г					
	д					
	a	62,5				
	б					
	в	62,5	250	250	152,5	250
	г					
	д					
	a	78,5				
	б					
	в	78,5	250	250	152,5	250
	г					
	д					
	a	102,5				
	б					
	в	102,5	250	250	152,5	250
	г					
	д					
	a	127,5				
	б					
	в	127,5	250	250	152,5	250
	г					
	д					
	a	152,5				
	б					
	в	152,5	250	250	152,5	250
	г					
	д					
	a	152,5				
	б					

Продолжение табл. 1.1

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

Окончание табл. 1.1

23	а б в г д	0,1–20	20	15	62,5	100
		0,1–15			78,5	100
24	а б в г д	0,1–20	20	10	62,5	100
		0,1–15			78,5	100
25	а б в г д	20–40	40	20	102,5	150
		0,1–15			127,5	150
26	а б в г д	20–40	30	15	152,5	200
		0,1–15			62,5	100
					78,5	100
						102,5
					127,5	200
						152,5



П р и м е ч а н и я:

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 превышать 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>»).

1.7. 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>»).

1.8. 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. Тип электропроводности слитков диаметром 152,5 мм определяют аналогично на прилегающих к каждому из торцов слитка отожженных 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 отожженных 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 неотожженная 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  $t = 600\text{--}700$  °С 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. 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).

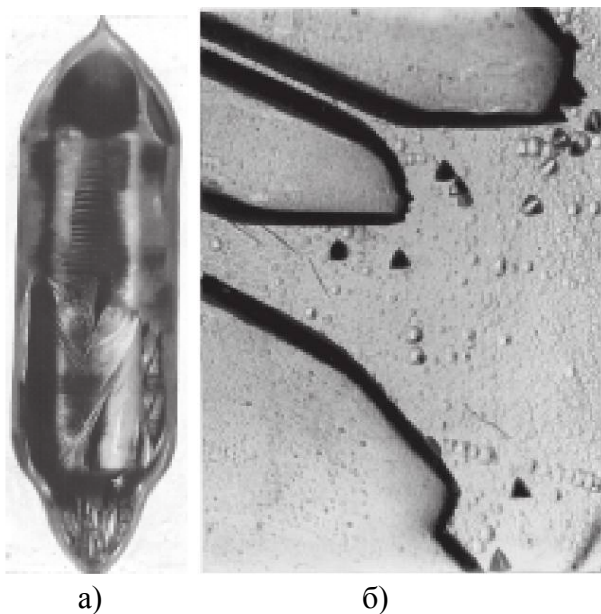


Рис. 1.1. Границы зерен в слитках кремния после химического травления: а) на боковой поверхности; б) на торцевой поверхности



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).

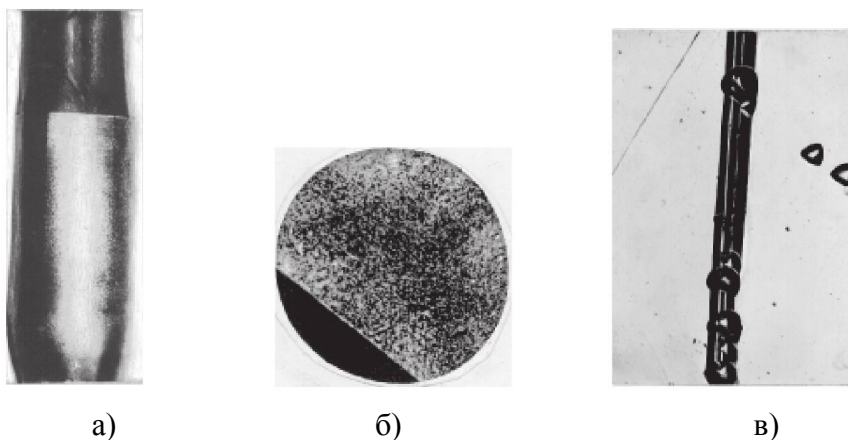


Рис. 1.2. Границы двойникования в монокристаллических слитках кремния: а) на боковой поверхности (без травления); б) на торцевой поверхности после химического травления; в) микрокартина границ двойникования после химического травления



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 Ом·см; точечного контактного выпрямления – для слитков кремния с удельным электрическим сопротивлением более 10 Ом·см.

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

### **2.1. Сущность метода**

Метод заключается в определении полярности термоЭДС, возникающей между нагретой и более холодной облас-

тия 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  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  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.

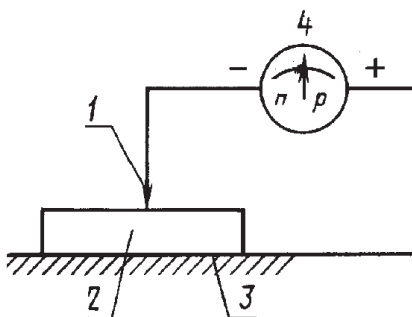


Рис. 1.4. Схема для определения типа электропроводности методом горячего зонда: 1 – зонд; 2 – образец; 3 – металлическая пластина; 4 – нуль-индикатор

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 нуля-индикатора *а* и осциллографа *б* приведена на рис. 1.5.

В зависимости от удельного сопротивления образца и чувствительности осциллографа величина сопротивления может быть различной, но должна обеспечивать полную развертку осциллографа по вертикальной оси.

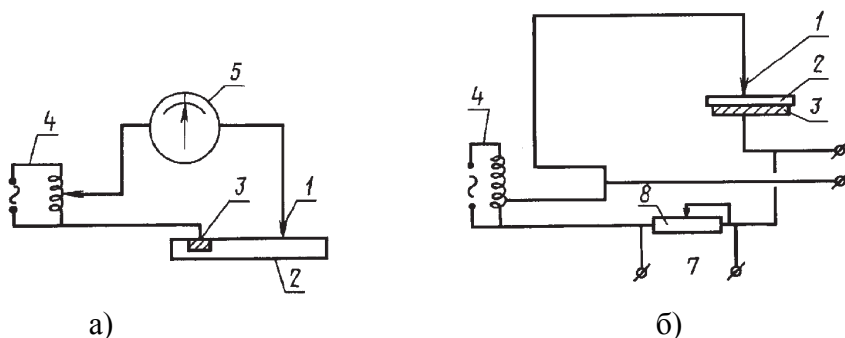


Рис. 1.5. Принципиальная схема для определения типа электропроводности методом точно-контактного выпрямления: 1 – точечный контакт (зонд); 2 – слиток; 3 – омический контакт; 4 – автотрансформатор; 5 – нуля-индикатор; 6 – отвод к горизонтальным пластинам осциллографа; 7 – отвод к вертикальным пластинам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

### 3.2. Требования к применяемым средствам измерения

3.2.1. Зонд изготовляют 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-п-переходов в материале.

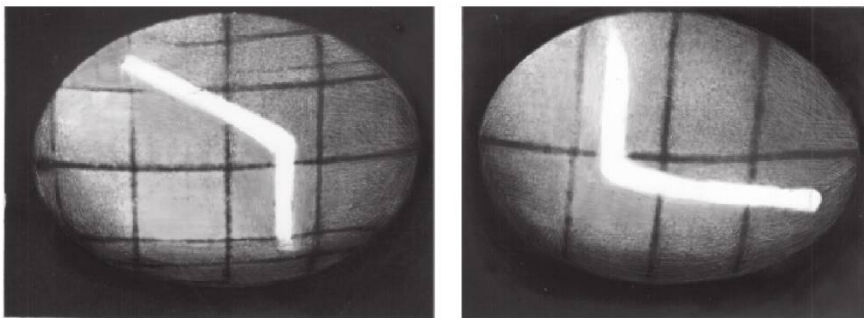


Рис. 1.6. Вольтамперная характеристика образца, свидетельствующая о наличии выпрямляющего контакта

### 3. Оформление отчета

3.1. Сделать вывод о том, является ли рассматриваемый слиток монокристаллическим.

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

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

3.4. На основе методов термозонда и точечно-контактного выпрямления сделать вывод об основном типе носителей заряда в монокристалле.

### Контрольные вопросы

1. Методы выращивания монокристаллических слитков.
2. Дефекты в монокристаллах.
3. Способы контроля дефектов в монокристаллических слитках.
4. Электрофизические параметры слитков, контролируемые при производстве.
5. Способы определения типа проводимости кристаллов.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

### **Определение плотности дислокаций в монокристаллических слитках кремния**

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

1. Провести селективное травление кремниевой пластины заданной ориентации.
2. Определить плотность дислокаций в кристалле.

#### **Теоретические сведения**

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.

#### **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 Ом·см для ориентации (100) и (013), с удельным электрическим сопротивлением более 0,0008 Ом·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  $N_d$  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. 2.1. Схема выбора полей зрения для определения плотности дислокаций показана на рис. 2.1.

Таблица 2.4

Диаметр образца, мм	Расстояние точек измерения от края образца, 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

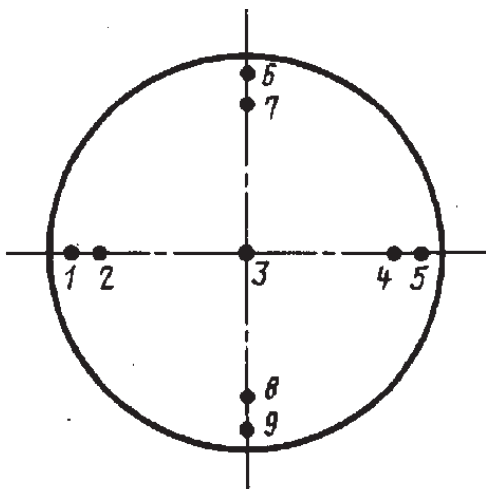


Рис. 2.1. Схема выбора полей зрения

## 5. Обработка результатов

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

$$\bar{N} = \frac{\Sigma \cdot N_i}{n}, \quad (2.1)$$

где  $N_i$  – количество ямок в поле зрения;  
 $n$  – количество полей зрения.

5.2. Плотность дислокаций рассчитывают по формуле

$$N_D = N \cdot K, \quad (2.2)$$

где  $K$  – пересчетный коэффициент, определяемый увеличением микроскопа.

5.3. Пересчетный коэффициент определяют по формуле

$$K = \frac{1}{S}, \quad (2.3)$$

где  $S$  – площадь поля зрения, определяемая увеличением микроскопа,  $\text{см}^2$ .

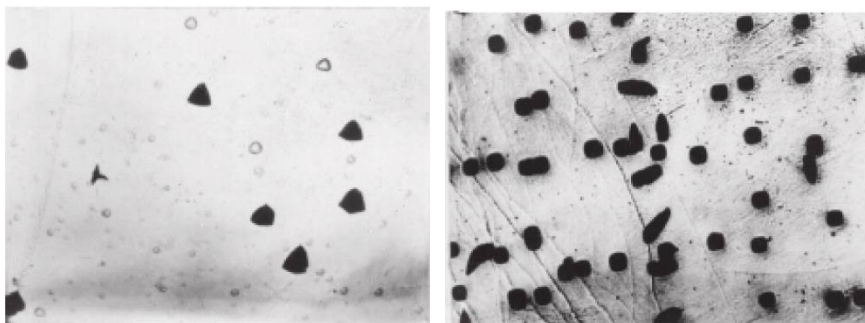
5.4. Площадь поля зрения определяется с помощью объектмикрометра, прилагаемого к микроскопу.

## 6. Оформление результатов измерений

6.1. Результатом измерения плотности дислокаций является величина, вычисленная по формуле (2).

6.2. Погрешность результатов измерений составляет  $\pm 50\%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

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



а)

б)

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



## Контрольные вопросы

1. Физическая природа дислокаций.
2. Виды дислокаций.
3. Влияние дислокаций на электрические характеристики материала.
4. Методы обнаружения дислокаций.
5. Методы снижения числа дислокаций в кристаллах.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. ГОСТ Р 16153-80. Германий монокристаллический в слитках. Технические условия. – М.: Госстандарт: Издательство стандартов, 1981. – 50 с.
2. ГОСТ Р 19658-81. Цветные металлы. Кремний, магний, кадмий, титан. Технические условия. Марки. – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. – 50 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1	1
Лабораторная работа № 2	21
Библиографический список	31

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

к выполнению лабораторных работ № 1 - 2  
по дисциплине «Технология материалов электронной техники»  
для студентов направления  
11.03.04 «Электроника и наноэлектроника»  
(направленность «Микроэлектроника  
и твердотельная электроника»)  
очной формы обучения

Составители:

Винокуров Александр Александрович  
Плотникова Екатерина Юрьевна

В авторской редакции

Подписано к изданию 18.09.2017.  
Уч.-изд. л. 1,5.

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