GENERACJA DYSLOKACYJNYCH LINII POŚLIZGU W PŁYTKACH KRZEMOWYCH PODCZAS PROCESU **EPITAKS.II**

¹⁾ Elżbieta Nossarzewska-Orłowska, Halina Wodzińska, Jerzy Skwarcz

²⁾ Andrzej Tkaczuk, Teresa Zielińska, Helena Nowotnik

Dyslokacyjne linie poślizgu są wprowadzane do płytki krzemowej podczas wysokotemperaturowego procesu epitaksji na skutek naprężeń termicznych powstałych w wyniku radialnego gradientu temperatury. Badano wpływ wygięcia płytek podłożowych na generację linii poślizgu na grzejniku z "kieszeniami" w reaktorze do epitaksji GEMINI.

1.WSTEP

Dyslokacyjne linie poślizgu powstają w płytkach krzemowych podczas procesów prowadzonych w wysokiej temperaturze na skutek napreżeń mechanicznych i termicznych. Jednym z takich procesów jest epitaksja z fazy gazowej, prowadzona w temperaturze 1100 - 1200 °C (1370 - 1470 K). Ponieważ linie poślizgu mogą spowodować degradację parametrów wytwarzanych przyrządów w warstwie epitaksjalnej, powszechnie przyjęte normy, takie jak SEMI Standards, ograniczają dopuszczalną ilość i długość linii poślizgu. Odpad, spowodowany obecnością tych defektów znacznie podwyższa koszt wytwarzania płytki epitaksjalnej, stąd poznanie przyczyn i mechanizmów powstawania dyslokacyjnych linii poślizgu jest ważnym zagadnieniem badawczym przy opracowywaniu właściwych technologii.

2.PRZYCZYNY POWSTAWANIA DYSLOKACY.INYCH LINII POŚLIZGU W REAKTORZE DO EPITAKSJI

W reaktorze do epitaksji płytka krzemowa leży na gorącym grzejniku grafitowym i od niego pobiera ciepło, natomiast druga jej powierzchnia (czynna) odpromieniowuje ciepło. Strata cieplna (Q_1) jest bilansowana przez strumień cieplny (Q_2) ,

¹⁾ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

²⁾ CEMAT Silicon, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

spowodowany powstałym gradientem temperatury. W ustalonych warunkach oba strumienie są równe:

$$Q_1 = ekT^4;$$
 $Q_2 = K dT/dz;$ $Q_1 = Q_2$ (1)

gdzie:

- e współczynnik emisyjności Si (0.6);
- k stała Boltzmana (1.355x10⁻¹² cal/deg s cm²);

T - temperatura ;

K - przewodnictwo cieplne Si (0.055 cal/deg s cm - dla zakresu 1000 -1500K);

z - grubość płytki.



Rys. 1. Zależność gradientu osiowego temperatury w płytce krzemowej od temperatury grzejnika.

Z równości (1) wynika, że w płytce, która przylega całą powierzchnią do grzejnika utrzymuje się stały gradient osiowy temperatury, zależny od temperatury grzejnika (rys. 1). Przykładowo, dla T=1423 K, w której zwykle prowadzi się proces epitaksji z SiCl₄ wynosi on około 60 °C/cm. Prostopadły do powierzchni płytki (osiowy) gradient temperatury nie generuje linii poślizgu, ale różnica temperatury na przeciwległych powierzchniach płytki powoduje jej wygięcie (dolna powierzchnia, o wyższej temperaturze bardziej się rozszerza). Promień wygięcia (R_{ww}) jest dany przez:

$$1/R_{wwa} = \alpha (dT/dz) , \qquad (2)$$

gdzie:

α - współczynnik rozszerzalności cieplnej Si (4x10⁻⁶ deg⁻¹).

W temperaturze 1423 K promień ten wynosi ~40 m, czyli wygięcie dla płytki o średnicy 4 cale wynosi ~30 µm. Na skutek wygięcia brzeg płytki traci kontakt z grzejnikiem, staje się zatem chłodniejszy, gdyż przenoszenie ciepła z grzejnika następuje teraz poprzez przewodnictwo cieplne w wodorze (gaz nośny). Powoduje to wystąpienie radialnego gradientu temperatury. Ten gradient jest odpowiedzialny za powstanie naprężeń ścinających, które prowadzą do generacji poślizgów.

Aby oszacować jaka różnica temperatury pomiędzy brzegiem, a środkiem płytki o średnicy 4 cali może wywołać poślizgi, wykorzystano dane z literatury [1]. Dla

parabolicznego rozkładu temperatury w płytce, radialne naprężenia (σ_r) i styczne naprężenia (σ_r) wynoszą w odległości r od środka płytki, odpowiednio:

$$\sigma_r = \sigma_o (r^2/R^2 - 1); \qquad \sigma_\tau = \sigma_o (3r^2/R^2 - 1);$$
(3)

gdzie:

R - promień całkowity płytki,

gdzie:

 $\sigma_{o} = \alpha E\Delta T$, E - moduł Younga (~2x10¹² dyn/cm² dla Si <111 > i ~1.3x10¹² dyn/cm² dla Si <100>),

ΔT - różnica temperatury pomiędzy brzegiem a środkiem płytki.

stąd: $\sigma_0 \approx 8x \ 10^6 \Delta T \ dyn/cm^2 \ dla \ orientacji <111>,$

 $\sigma \approx 5x \ 10^6 \Delta T \ dyn/cm^2 \ dla \ orientacji <100>.$

Maksymalne naprężenie ścinające występuje na brzegu płytki, dla r = R, i wynosi:

$$\tau_{\max} = (1/2)(\sigma_r - \sigma_\tau) = -\sigma_o \tag{4}$$

Jeśli naprężenie ścinające przekroczy wartość krytyczną (τ_{kr}), która odpowiada połowie wartości granicy plastyczności, określanej w teście na rozrywanie, to następuje generacja dyslokacji w postaci poślizgu.

Dla Si τ_{kr} zależy od temperatury i w 1423 K jest ~10⁸ dyn/cm²; Warunek:

$$\tau_{\rm max} > \tau_{\rm kr} > 10^8 \, \rm dyn/cm^2$$
, (5)

zachodzi dla $\Delta T > 12.5^{\circ}$ C dla orientacji <111> i dla $\Delta T > 20^{\circ}$ C dla orientacji <100>.

Wartość granicy plastyczności jest bardzo czuła na defekty krystalograficzne i naprężenia mechaniczne, które mogą ją znacznie obniżyć. W płytkach z warstwą epitaksjalną prawdopodobieństwo wprowadzenia naprężeń mechanicznych wzrasta z grubością warstwy, jeśli płytka "przyrasta" do grzejnika. Aby temu zapobiec, krawędź płytki podłożowej jest zeszlifowana pod odpowiednim kątem. W płytkach o dużej koncentracji domieszki łatwość powstawania poślizgów wzrasta w szeregu: $Si(As) \rightarrow Si(B) \rightarrow Si(Sb)$ z powodu wzrostu naprężeń wewnętrznych.

Aby zmniejszyć osiowy gradient temperatury i uniknąć wygięcia płytki zaprojektowano reaktory do epitaksji, w których płytki grzane są z obu stron za pomocą lamp podczerwieni. Rozwiązanie takie komplikuje jednak konstrukcję reaktora i jest bardziej kłopotliwe w eksploatacji. W urządzeniu do epitaksji firmy Gemini (USA) zastosowano grzejniki grafitowe z wgłębieniami ("kieszeniami"), w których układane są płytki. Zakłada się, że płytka wygięta na skutek osiowego gradientu temperatury osiądzie na dnie wgłębienia, co zapewni przyleganie do grzejnika całą powierzchnią i zapobiegnie powstaniu radialnego gradientu temperatury. W praktyce, nie wszystkie płytki przylegają całą powierzchnią do grzejnika. Na rys.2 pokazano najczęściej występujące przypadki położenia płytki w kieszeni i zaznaczono obszar styku płytki z grzejnikiem.

Analiza krystalograficzna generacji i propagacji dyslokacji w płytce krzemowej, w której występują naprężenia termiczne zawarta jest w pracach [1–7]. Jako przykład, powstanie poślizgów w płytce o orientacji <100> zilustrowane jest na rys. 3. Linie poślizgu obserwuje się głównie w pobliżu brzegu płytki (rys.4), gdyż w tym obszarze



Rys. 2. Najczęściej występujące przypadki ułożenia płytki podłożowej w "kieszeni" grzejnika.

jest zwykle największy gradient radialny temperatury, niezależnie od znaku ΔT (środek płytki bardziej lub mniej gorący od brzegu). Rzadziej, sieć linii poślizgu obserwuje się w środku płytki. Ten przypadek może wystąpić w płytkach o dużym wygięciu, które



Rys. 3. Styczne naprężenie termiczne (rozciągające) na brzegu płytki może być uwolnione przez (a) poślizg i uskok na grubości wywołany ruchem do wewnątrz dyslokacji śrubowej (głównie w kierunku <110>); (b) wprowadzenie dodatkowej pół-płaszczyzny przez dyslokacje 60° (głównie w kierunku <100>) [6].

przylegają do grzejnika tylko częścią środkową (jak na rys.2d). Jeżeli "gorący" środek jest uwięziony w "zimnym" pierścieniu, to występują w nim silne naprężenia ściskające. W przypadku, gdy duży gradient temperatury jest rozłożony w płytce równomiernie, obserwuje się sieć poślizgów na całej powierzchni (rys.5).



Rys. 4. Brzeg płytki z liniami poślizgu na powierzchni warstwy epitaksjalnej: a) obraz pod mikroskopem z kontrastem Nomarsky'ego, b) ten sam fragment po ujawnieniu dyslokacji w roztworze Sirtla. Powiększenie 100x.



Rys. 5. Sieć linii poślizgu na całej powierzchni warstwy epitaksjalnej. Obraz pod mikroskopem z kontrastem Nomarsky'ego.
a) płytka o orientacji <111>;
b) płytka o orientacji <100>.
Powiekszenie 100x.

3. WPŁYW GEOMETRII PŁYTEK PODŁOŻOWYCH NA GENERACJĘ LINII POŚLIZGU PODCZAS PROCESU EPITAKSJI

Parametry geometryczne, których pomiar służy do kontroli geometrii płytek, to:

- strzałka wygięcia, czyli odchylenie środkowej płaszczyzny wolno leżącej płytki od płaszczyzny wyznaczonej przez 3 punkty podparcia na jej obrzeżu, zmierzone w środku płytki. Określa się wielkość (μm) i znak wygięcia ("+"lub "-"). W niniejszej pracy przyjęto, że znak "-"oznacza wklęsłość od strony czynnej, na której osadzana jest warstwa epitaksjalna;
- zwichrowanie, czyli różnica pomiędzy maksymalną i minimalną odległością środkowej płaszczyzny płytki od płaszczyzny odniesienia. Określa się wielkość zwichrowania (μm).

Pomiar tych parametrów nie pozwala na wyznaczenie kształtu płytki, umożliwia tylko ocenę odchylenia od płytki idealnie płaskiej. Niemożliwe jest zatem powiązanie powstałej sieci dyslokacji z kształtem indywidualnej płytki. W związku z tym przeprowadzono analizę statystyczną dla dużej partii płytek podłożowych (~1000 sztuk), w których kontrolowano znak strzałki wygięcia (wklęsłość lub wypukłość) i jej wielkość.

Podstawową przyczyną wyginania płytek krzemowych jest obecność przypowierzchniowej warstwy uszkodzonej. Droga od monokryształu do płytki polerowanej

prowadzi przez szereg operacji obróbki mechanicznej i chemicznej: cięcie monokryształu, szlifowanie, trawienie chemiczne i polerowanie. Najgłębsza warstwa uszkodzona powstaje w operacji cięcia monokryształu. Dwustronne szlifowanie, a następnie trawienie chemiczne mają na celu usunięcie tej warstwy.



Monokryształ 1253 A

Numer płytki

Rys. 6.a,b) Strzałka wygięcia płytek po operacji cięcia i po usunięciu przypowierzchniowej warstwy uszkodzonej. Punkty odpowiadają wartości strzałki wygięcia kolejnych płytek z jednego monokryształu. (Linię łączącą poprowadzono dla ułatwienia odczytu wykresu). We wstawkach pokazano pozycję tarczy tnącej w stosunku do czynnej strony płytki, na której

we wstawkach pokazano pozycję tarczy tnącej w stosunku do czynnej strony płytki, na której osadzana jest warstwa epitaksjalna.

Na rys.6 pokazany jest przykładowy rozkład strzałki wygięcia płytek wzdłuż ciętego monokryształu dla dwóch konfiguracji tarczy tnącej w stosunku do płaszczyzny czynnej, na której osadzana jest warstwa epitaksjalna. Podczas cięcia płytki położenie tarczy tnącej kontrolowane jest przez czujnik bezkontaktowy. W technologii zakłada się dopuszczalne odchylenie tarczy od kierunku cięcia jest w granicach +5 do -15 mm. Jeśli nastąpi większe przegięcie, to krawędź tarczy z nasypem diamentowym jest ostrzona. Po cięciu, płytki są trawione aż do usunięcia przypowierzchniowej, najbardziej zdefektowanej warstwy uszkodzonej przez tarczę tnącą. W rezultacie tego trawienia strzałka wygięcia ulega znacznemu zmniejszeniu, a w niektórych partiach płytek zmienia się nawet jej znak.





Następne operacje: szlifowanie i trawienie chemiczne, polegają na dwustronnej obróbce, co oznacza, że pozostała warstwa uszkodzona jest w przybliżeniu taka sama po obu stronach płytki. Rys.7 przedstawia statystyczny rozkład strzałki wygięcia płytek podłożowych po operacji szlifowania i trawienia dla dwóch konfiguracji mocowania monokryształu na pile, pokazanych na rys.6.

Z diagramów na rys. 6 i 7 wynika, że przy pozycji monokryształu jak na rys.6a, otrzymuje się ponad 90% płytek wklęsłych od strony czynnej (znak "-"). Dla pozycji jak na rys.6b, uzyskuje się większy udział płytek "płaskich" (od -5+5 μm), ale około 40% stanowią płytki wypukłe od strony czynnej (znak "+").

Operacja polerowania nie zmienia w sposób znaczący wygięcia płytek.

Następnie, pomiar strzałki wygięcia powtórzono dla dwóch grup płytek z warstwą epitaksjalną: A) bez linii poślizgu i do 5 linii włącznie (dopuszczalna przez normę SEMI); B) z 6 lub więcej liniami. Analizę przeprowadzono dla płytek podłożowych o średnicy 4 cale, domieszkowanych Sb, o orientacji <111> i grubości 400 μ m. Warstwa epitaksjalna miała grubość 50 ÷ 60 μ m. Procesy epitaksji prowadzone były w urządzeniu GEMINI 1. Kieszenie w grzejniku miały kształt cylindra o wysokości ~700 μ m, a wklęsłość w środku cylindra wynosiła ~60 μ m.

Statystyczny rozkład strzałki wygięcia płytek z warstwą epitaksjalną przedsta-



Rys. 8. Rozkład statystyczny strzałki wygięcia płytek z warstwą epitaksjalną. A - grupa płytek o dopuszczalnej ilości linii poślizgu. B - grupa płytek z dużą ilością linii poślizgu.

wiony jest na rys.8. Diagram pokazuje, że wśród płytek z dużą ilością linii poślizgu dominują płytki z wypukłą stroną czynną. Widoczna jest tendencja do zwiększenia strzałki wygięcia w trakcie procesu epitaksji, z zachowaniem znaku. Należy zauważyć, że pomiar strzałki wygięcia prowadzony jest po wyjęciu płytek z reaktora, w temperaturze pokojowej. Wartość strzałki wygięcia płytek na grzejniku w wysokiej temperaturze może być większa.

Stosując kryterium dopuszczalnych 5 linii poślizgu, z płytek ciętych jak na rys.6a, otrzymano 92% płytek dobrych, w tym 40% płytek bez linii poślizgu. W przypadku płytek ciętych jak na rys.6b) uzysk wyniósł 60%, w tym 18% płytek bez linii poślizgu.

Dodatkowo, wyselekcjonowano partię płytek podłożowych o dużej wartości strzałki wygięcia ($40 \div 60 \mu m$), z zachowaniem wklęsłości od strony czynnej. Do procesów epitaksji użyto dwa grzejniki firmy Toshiba, różniące się profilem dna kieszeni: Nr 1, o zagłębieniu w dnie ~90 µm i Nr 2, o zagłębieniu ~60 µm. W przypadku tych płytek zastosowanie grzejnika nr 1 dało większy uzysk - 90% w stosunku do 70% dla grzejnika nr 2. Świadczy to o wpływie profilu "kieszeni" na generację linii poślizgu.

4. PODSUMOWANIE

Przyczyną generacji dyslokacyjnych linii poślizgu w płytkach krzemowych podczas procesu epitaksji są naprężenia termiczne spowodowane radialnym gradientem temperatury. W temperaturze 1423 K generacja następuje przy różnicy temperatury (Δ T) pomiędzy środkiem, a brzegiem płytki o średnicy 4 cali dla Δ T>12.5° dla orientacji <111> i dla Δ T>20° dla orientacji <100>.

Przeprowadzona analiza wykazała, że prawdopodobieństwo generacji linii poślizgu podczas procesu epitaksji w urządzeniach GEMINI na grzejniku z kieszeniami wzrasta, jeżeli płytki podłożowe mają wypukłą czynną powierzchnię i obszar styku płytki z grzejnikiem ograniczony jest do pierścienia przy krawędzi płytki.

W przypadku płytek o wklęsłej powierzchni czynnej wskazany jest dobór grzejnika o odpowiednim zagłębieniu kieszeni, w zależności od wielkości strzałki wygięcia płytek podłożowych.

Dla płytek płaskich zagłębienie "kieszeni" powinno wynosić $20 \div 40 \,\mu\text{m}$, gdyż takie wygięcie wynika z osiowego gradientu temperatury na płytce.

Kontrola strzałki wygięcia płytek podłożowych domieszkowanych Sb pozwoliła podwyższyć uzysk płytek z warstwą epitaksjalną, wytwarzaną w urządzeniu Gemini 1 z ~50% do ~90%.

Praca wykonana w ramach projektu celowego nr 8 8037 93 C/1508 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych

BIBLIOGRAFIA

- [1] Bloem J., Goemans A. H.: Slip in silicon epitaxy. J. Appl. Phys. 1972, 43, 1281-1283
- [2] Morizane K., Gleim P. S.: Thermal stress and plastic deformation of thin silicon slices. J. Appl.Phys. 1969, 40, 4104-4107
- [3] Rai-Choudhury P., Takei W. J.: Thermally induced dislocations in silicon. J. Appl. Phys., 1969, 40, 4980-4982
 - [4] Huff H. R., Bracken R. C., Rea S. N.: Influence of silicon slice curvature on thermally induced stresses. J. Electrochem. Soc, 1971, 118, 143-145

- [5] Dyer L. D., Huff H. R., Boyd W. W.: Plastic deformation in central regions of epitaxial silicon slices. J. Appl. Phys., 1971, 42, 5680-5688
- [6] Hu S. M., Klepner S. P., Schwenker R. O., Seto D. K.: Dislocation propagation and emitter edge defects in silicon wafers. J. Appl. Phys., 1976, 47, 4098-4106
- [7] Leroy B., Plougonven C.: Warpage of silicon wafers. J. Electrochem. Soc., 1980, 127, 961-970

SUMMARY

GENERATION OF DISLOCATION SLIPS IN SI WAFERS DURING EPITAXIAL PROCESS

Dislocation slips are introduced into silicon slices during high-temperature epitaxial process due to the thermal stresses caused by the radial thermal gradient. The influence of the substrates curvature on slip generation has been investigated for a susceptor with "pockets" in GEMINI epitaxial reactor.

СОДЕРЖАНИЕ

ГЕНЕРАЦИЯ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ЛИНИЙ СКОЛЬЖЕНИЯ В ПЛА-СТИНАХ SI ВО ВРЕМЯ ЭПИТАКСИИ

Дислокационные линии скольжения возникают в кремниевых пластинах во время высокотемпературного процесса эпитаксии из-за термических напряжений в следствии радиального градиента температуры. Проводилось исследование влияния изгиба подложек на генерацию линий скольжения для нагревателя с "карпманами" в эпитаксиальном реакторе GEMINI.