

Jaeczek TOMASZEWSKI

Jaeczek KOREC,

Elżbieta NOSSARZEWSKA-ORŁOWSKA

Andrzej BRZOZOWSKI

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych

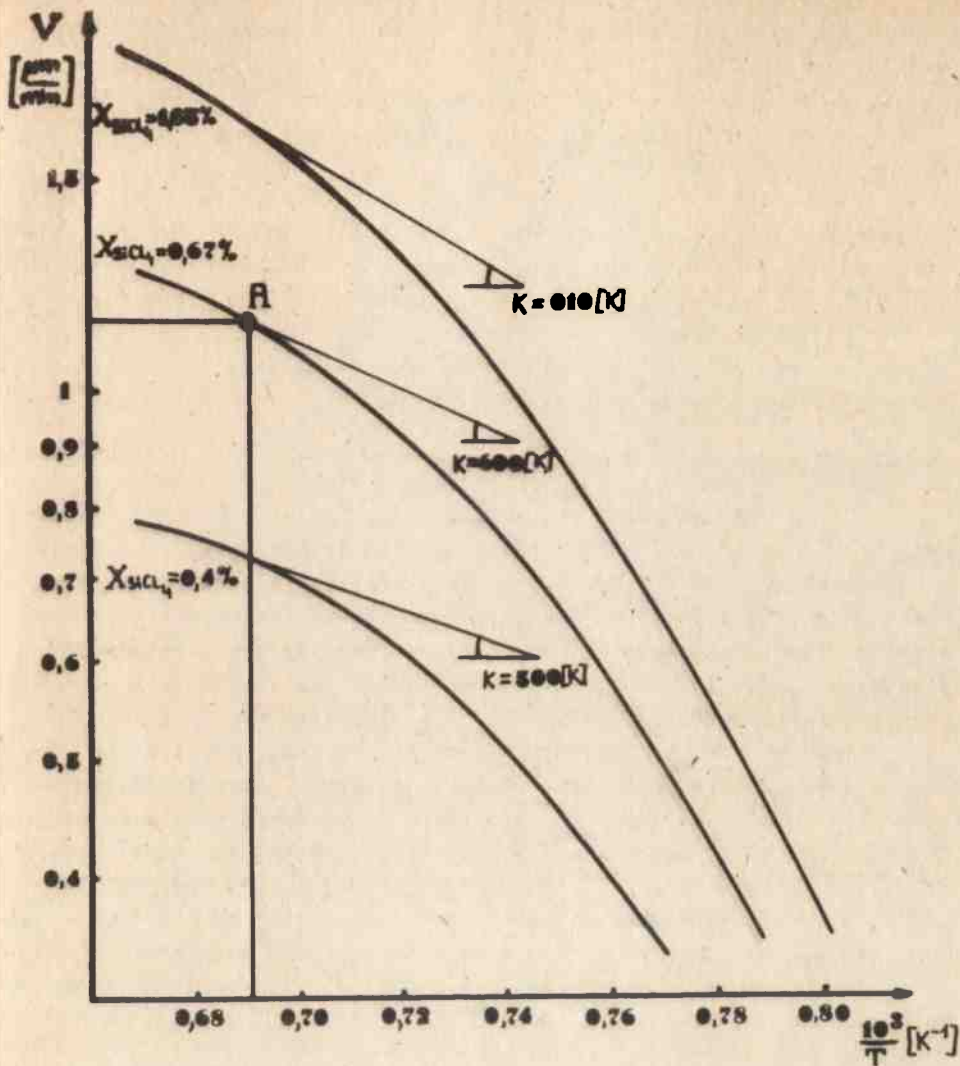
# Przyczyny rozrzutów rezystywności krzemowych warstw epitaksjalnych w układach wielowarstwowych

## 1. WSTĘP

Przy opracowaniu metody otrzymywania wielowarstwowych struktur epitaksjalnych typu  $n/p/p^+$  oraz  $p/n/n^+$  zaobserwowano duże rozrzuty rezystywności warstw epitaksjalnych zarówno pomiędzy kolejnymi procesami, jak i w ramach jednego procesu epitaksji. Analiza tego efektu jest przedmiotem niniejszej pracy.

Struktury tego typu są przeznaczone m.in. do wytwarzania komplementarnych tranzystorów mocy pracujących w układzie Darlingтона [1]. W tym przypadku nie są wymagane skokowe złącza epitaksjalne i proces epitaksji można prowadzić w stosunkowo wysokiej temperaturze. Natomiast wymagania stawiane czystości stosowanych materiałów, czystości urządzenia oraz powierzchni podłoży są bardzo wysokie. Wynika to z żądania dobrej jakości strukturalnej warstw ze względu na duże moduły struktur przyrządów oraz z niskiego poziomu domieszkowania bazy tranzystorów, zbliżonego do poziomu wnoszonego przez zanieczyszczenia własne układu. Ten ostatni czynnik stwarza niebezpieczeństwo wprowadzenia niekontrolowanych rozrzutów rezystywności w obszarze bazy tranzystorów poprzez możliwość kompensacji domieszek.

Na podstawie zależności szybkości wzrostu warstwy od parametrów procesu, przedstawionej na rys. 1, wybrano taki punkt pracy urządzenia do epitaksji /punkt A/, aby stosowana była jak najmniejsza temperatura położenia, zapewniająca czysto dyfuzyjny typ kontroli wzrostu przy dużej szybkości wzrostu warstwy [2, 3]. Obszar dyfuzyjny charakteryzuje się minimalną czułością szybkości wzrostu na



Rys. 1, Zależność szybkości wzrostu warstwy epitaksjalnej od parametrów procesu

zmiany temperatury, co ogranicza rozrzuty parametrów warstw epitaksjalnych spowodowane nierównomiernością temperatury grzejnika. Jednocześnie dyfuzyjny typ kontroli wzrostu gwarantuje dobrą jakość strukturalną nanoszonych warstw poprzez ograniczenie wpływu procesów powierzchniowych na proces wzrostu warstwy 4 .

Jako podłoża stosowano płytki krzemowe o orientacji  $\langle 111 \rangle + 2^\circ 30'$ , domieszkowane odpowiednio Sb /n<sup>+</sup>/ lub B /p<sup>+</sup>/ do rezystywności ok.  $0,01 \Omega \text{ cm}$ . Znaczna grubość nanoszonych warstw epitaksjalnych, wynosząca od 20 do 60  $\mu\text{m}$ , wymagała stosowania płytek podłożowych z zaokrąglonymi brzegami [5].

Doświadczenia zostały wykonane w standardowym urządzeniu do epitaksji, z poziomym, chłodzonym powietrzem reaktorem o wolnym przekroju ok.  $50 \text{ cm}^2$ . Jako gaz nośny stosowany był wodór o przepływie ok. 70 l/min, natomiast jako źródło krzemu -  $\text{SiCl}_4$ .

Rozrzut grubości warstw epitaksjalnych z jednego procesu epitaksji był poniżej  $\pm 6\%$ . Powtarzalność grubości warstw wykonanych w różnych procesach epitaksji wynosiła  $\pm 10\%$ .

## 2. WYNIKI DOŚWIADCZALNE I ICH ANALIZA

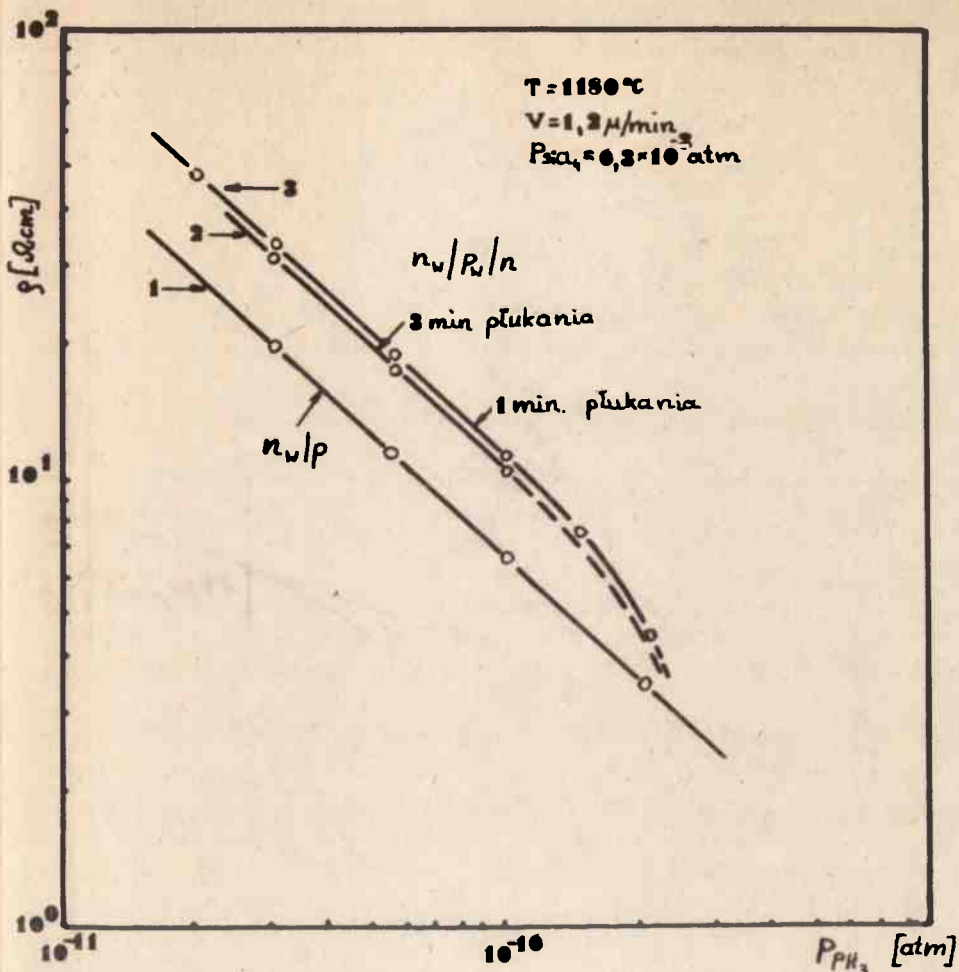
Pracę doświadczalną rozpoczęto od skalowania układu domieszkującego, w wyniku którego dobrano odpowiednie przepływy gazu domieszkującego / $\text{PH}_3$  lub  $\text{B}_2\text{H}_6$ /, zapewniające otrzymanie wymaganej rezystywności warstw w obydwóch typach przewodnictwa. Następnie określono wpływ domieszki wprowadzonej do pierwszej warstwy na rezystywność warstwy następnej, odmiennego typu przewodnictwa. W końcowej części pracy wykonano epitaksjalne struktury wielowarstwowe.

Przy znanych przepływach wodoru rozcieńczającego i wodoru będącego gazem nośnym obliczono ciśnienia cząstkowe gazu domieszkującego w komorze reakcyjnej, odpowiadające danym rezystywnościom osadzanych warstw. Ponieważ ilość domieszki wbudowanej do rosnącej warstwy jest funkcją potęgową ciśnienia cząstkowego gazu domieszkującego [6], to wykres zależności rezystywności warstwy od ciśnienia cząstkowego  $\text{PH}_3$  lub  $\text{B}_2\text{H}_6$  można przedstawić jako prostą w układzie podwójnie logarytmicznym /rys. 2 i 3/. Dla badanego urządzenia zależność tę można przedstawić za pomocą następujących wzorów:

$$\zeta n = 1,558 \times 10^{-8} \times P_{\text{PH}_3}^{-0,886} \quad /1/$$

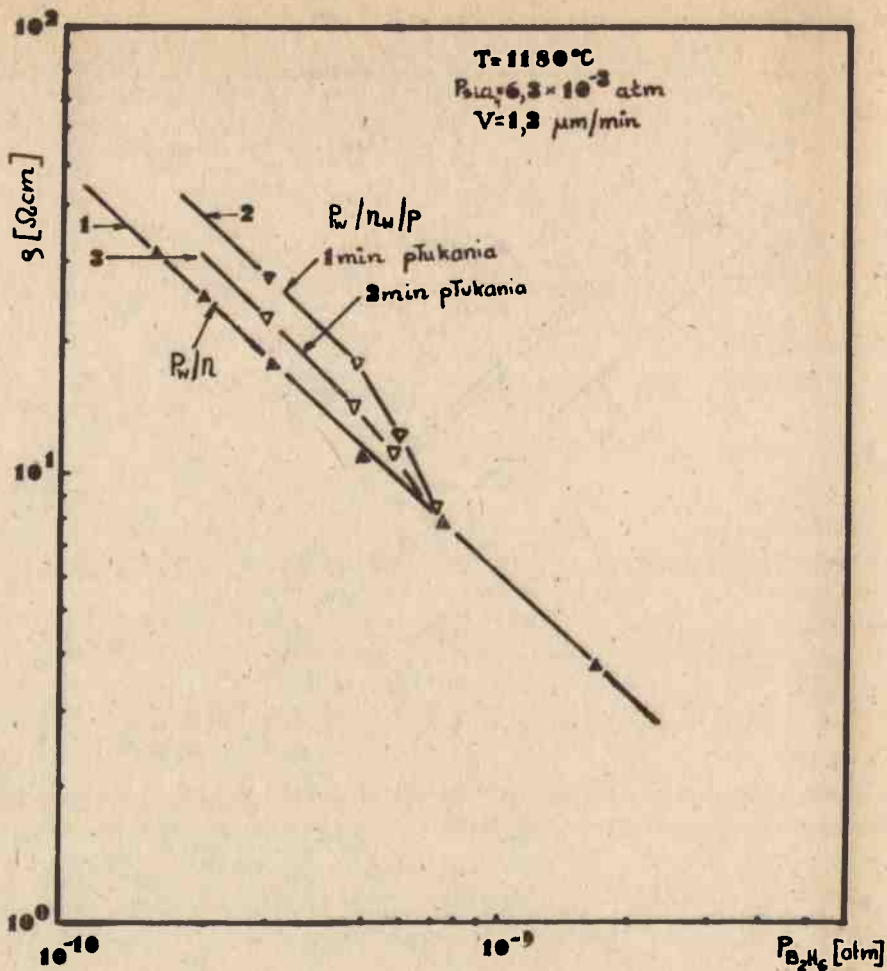
$$\zeta p = 1,499 \times 10^{-8} \times P_{\text{B}_2\text{H}_6}^{-0,958} \quad /2/$$

W praktyce technologicznej można korzystać z bezpośredniej zależności rezystywności warstwy od sumy działek na rotametrach dozujących domieszkę, gdyż zależność ta jest również prostoliniowa w podwójnie logarytmicznym układzie współrzędnych. Wykres taki jest słuszny w następujących warunkach:



Rys. 2. Zależność rezystywności warstwy epitaksjalnej od ciśnienia cząstkowego  $\text{PH}_3$  dla dwóch czasów płukania komory reakcyjnej pomiędzy etapami nakładania warstw

- a/ Wąski zakres rezystywności warstw.
- b/ Stałe parametry procesu, takie jak: temperatura i szybkość wzrostu, przepływ gazu nośnego i wodoru rozcieńczającego gaz domieszkujący.
- c/ Takie same rotametry dla gazu domieszkującego pobierane z butli i jego mieszaniny z wodorem rozcieńczającym.



Rys. 3. Zależność rezystywności warstwy epitaksjalnej od ciśnienia cząstkowego  $\text{B}_2\text{H}_6$  dla dwóch czasów płukania komory reakcyjnej pomiędzy etapami nakładania warstw

- d/ Praca w zakresie liniowej charakterystyki w/w rotametrów.
- e/ Stosowanie stałego stężenia domieszki w butli.

Zmiana parametrów technologicznych procesu, wymienionych w punkcie a/, powoduje równoległe przesunięcie się prostej na wykresie doświadczalnym. Prosta ta przesunęta się również równoległe przy zmianie stężenia domieszki w butli.



### 2.1. Warstwy n/p

Uzyskanie warstw epitaksjalnych typu n o rezystywności od 3 do 20  $\Omega$ cm wymaga stosowania ciśnień cząstkowych  $\text{PH}_3$  w komorze reakcyjnej od  $2 \times 10^{-10}$  do  $5 \times 10^{-11}$  atm /rys. 2/. Przy znacznym domieszkowaniu warstw epitaksjalnych fosforem /powyżej  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ / rezystywność warstw osadzanych na płytkach ułożonych wzdłuż grzejnika utrzymuje się na stałym poziomie z dokładnością  $\pm 5\%$ . W warstwach słabo domieszkowanych /poniżej  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ / dominujący staje się wpływ zanieczyszczeń typu n pochodzących z układu i z grzejnika grafitowego, co powoduje spadek rezystywności wzdłuż grzejnika.

### 2.2. Warstwy p/n

Uzyskanie warstw epitaksjalnych typu p o rezystywności od 4 do 35  $\Omega$ cm wymaga stosowania ciśnień cząstkowych  $\text{B}_2\text{H}_6$  od  $1.6 \times 10^{-5}$  do  $1.6 \times 10^{-10}$  atm /rys. 3/. Przy osadzaniu tak słabo domieszkowanych bo-rem warstw epitaksjalnych obserwuje się wzrost rezystywności warstw wzdłuż grzejnika o 20-40%. Wielkość rozrzutu rezystywności zależy od poziomu celowego domieszkowania warstw epitaksjalnych i jest on tym większy, im słabiej się je domieszkuje. Powyższy efekt spowodowany jest łatwą adsorpcją  $\text{B}_2\text{H}_6$  na ściankach układu, a więc zubażaniem gazu nośnego z tej domieszki wzdłuż komory reakcyjnej, oraz dodatkowo faktem, że stosowany grzejnik wprowadza do gazu nośnego zanieczyszczenia w typie n /pkt. 2.1/. W tym wypadku zanieczyszczenia pochodzące z grzejnika kompensowały częściowo domieszkę wprowadzaną celowo do warstwy, a stopień kompensacji był tym większy, im ilość domieszki wprowadzanej do reaktora była bliższa ilości zanieczyszczeń pochodzących z grzejnika.

### 2.3. Efekt kompensacji domieszek przy kolejnym nanoszeniu warstw o przeciwnych typach przewodnictwa

W celu określenia wpływu domieszki, wprowadzonej do warstwy wewnętrznej, na rezystywność warstwy zewnętrznej w strukturze wielowarstwowej ustalono następujący sposób prowadzenia procesów epitaksji: na wysokooporową płytkę podłożową nakładano najpierw warstwę epitaksjalną o koncentracji domieszki ok.  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$ , a następnie warstwę o przeciwnym typie przewodnictwa i wymaganej rezystywności. W ten sposób otrzymywano struktury n/p/n oraz p/n/p.

Stwierdzono, że domieszka wprowadzona celowo do komory reakcyjnej podczas nanoszenia pierwszej warstwy pozostaje w reaktorze przez dłuższy czas po zakończeniu procesu wzrostu tej warstwy. Wynika to prawdopodobnie z faktu akumulacji domieszki w liniach gazowych dystrybutora oraz w przyściennych warstwach gazu w reaktorze, a zwłaszcza w gazowej warstwie stojącej, powstającej bezpośrednio nad rozgrzanym grzejnikiem [6]. Zjawisko to powoduje, że nanoszona następnie warstwa przeciwnego typu przewodnictwa jest częściowo skompensowana. Stosowano dwa czasy płukania komory reakcyjnej po zakończeniu procesu wzrostu pierwszej warstwy /1 i 3 min/, aby określić jego wpływ na poziom kompensacji kolejnej warstwy.

### 2.3.1. Struktura n/p/n

W przypadku domieszkowania pierwszej warstwy borem obserwuje się wzrost rezystywności warstwy drugiej – domieszkowanej fosforem /rys. 2/. Różnica w rezystywnościach warstw zewnętrznych, osadzanych po płukaniu komory reakcyjnej przez 1 i 3 minuty, jest niewielka i pozostaje w granicach błędu pomiarowego. Oznacza to, że  $B_2H_6$  bardzo łatwo adsorbuje się na ściankach rurek dystrybutora gazów i jest w znacznej ilości absorbowany przez grzejnik grafitowy, co jest często obserwowane w praktyce technologicznej. Jednocześnie obserwuje się wpływ zanieczyszczeń pochodzących z grzejnika i powodujących nieznaczny spadek rezystywności wzdłuż grzejnika.

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów, zilustrowanych na rys. 2, można oszacować koncentrację atomów boru kompensujących zewnętrzną warstwę typu n na ok.  $4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Obliczona koncentracja domieszki kompensującej odpowiada resztkowemu ciśnieniu cząsteczkowemu  $B_2H_6$   $1.5 \times 10^{-10} \text{ atm}$ , pozostającemu w reaktorze przy stosowaniu podczas wzrostu pierwszej warstwy ciśnienia cząsteczkowego  $B_2H_6$   $5.9 \times 10^{-10} \text{ cm}^{-3}$ .

Ponieważ przedłużenie czasu płukania z 1 do 3 min. nie spowodowało istotnej zmiany resztkowego ciśnienia  $B_2H_6$ , to należy sądzić, że wypłukanie  $B_2H_6$  pozostającego w komorze reakcyjnej wymagałoby zbyt długiego czasu płukania, nieekonomicznego z punktu widzenia czasu trwania procesu oraz znacznie zwiększającego rozmycie profilu rezystywności na granicy podłoża – pierwsza warstwa epitaksjalna.

### 2.3.2. Struktura p/n/p

W przypadku domieszkowania wewnętrznej warstwy fosforem, wpływ kompensacyjny  $PH_3$  pozostającego w komorze reakcyjnej na rezystywność

warstwy zewnętrznej może być łatwo ograniczony poprzez wypłukanie układu. Wpływ czasu płukania reaktora, po zakończeniu nanoszenia pierwszej warstwy, na stopień kompensacji warstwy zewnętrznej przedstawia tablica 1.

T a b l i c a 1

Wpływ czasu płukania na stopień kompensacji warstwy zewnętrznej

Czas płukania	Konc. domieszki kompensującej warstwę typu p	Resztkowe ciśnienie $\text{PH}_3$ pozostające w reaktorze
min.	$\text{cm}^{-3}$	atm
1	$1.5 \times 10^{14}$	$1.67 \times 10^{-11}$
3	$8.4 \times 10^{13}$	$1.5 \times 10^{-12}$

Uwaga: Wartości podane w tablicy odnoszą się do przypadku stosowania podczas wzrostu pierwszej warstwy ciśnienia cząstkowego  $\text{PH}_3$   $1.4 \times 10^{-10}$  atm.

Silna zależność resztkowego ciśnienia  $\text{PH}_3$  od czasu płukania komory reakcyjnej pozwala sądzić, że  $\text{PH}_3$  jest słabo adsorbowany w rurkach dystrybutora oraz na grzejniku, natomiast obserwuje się efekt wypłukiwania ograniczonej ilości  $\text{PH}_3$  zakumulowanej np. w gazowej warstwie stojącej, występującej bezpośrednio nad rozgrzanym grzejnikiem. Jednocześnie obserwuje się wzrost rezystywności warstw wzdłuż grzejnika, podobnie jak w pkt. 2.2.

#### 2.4. Wykonanie struktur wielowarstwowych o zadanych parametrach

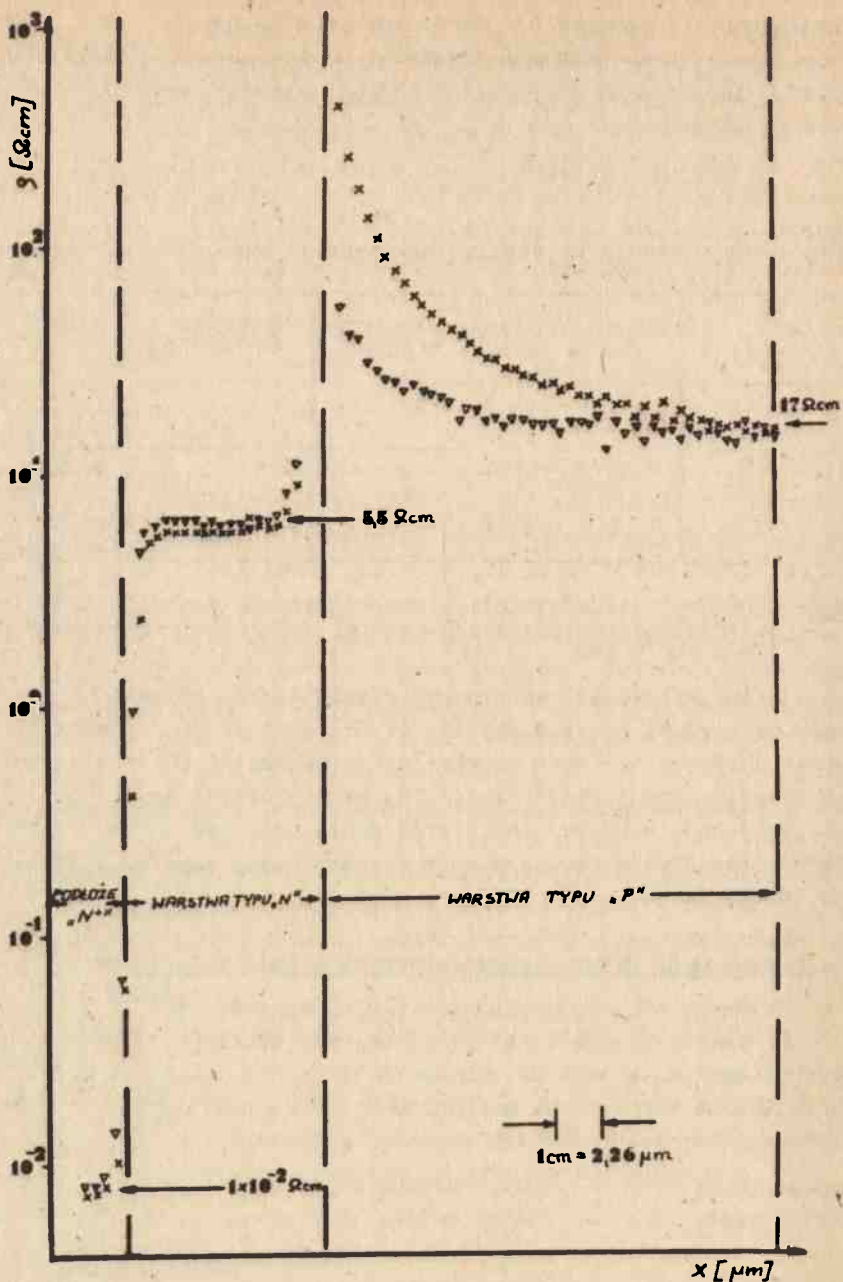
Wykonano dwa typy struktur:  $p/n/n^+$  oraz  $n/p/p^+$ .

Parametry procesów epitaksji zostały ustalone na podstawie przeprowadzonego skalowania układu domieszkującego /pkt. 2 i 2.3/ oraz zweryfikowane w procesach próbnych. Rezystywności warstw w wykonanych strukturach wielowarstwowych zostały zmierzone w następujący sposób:

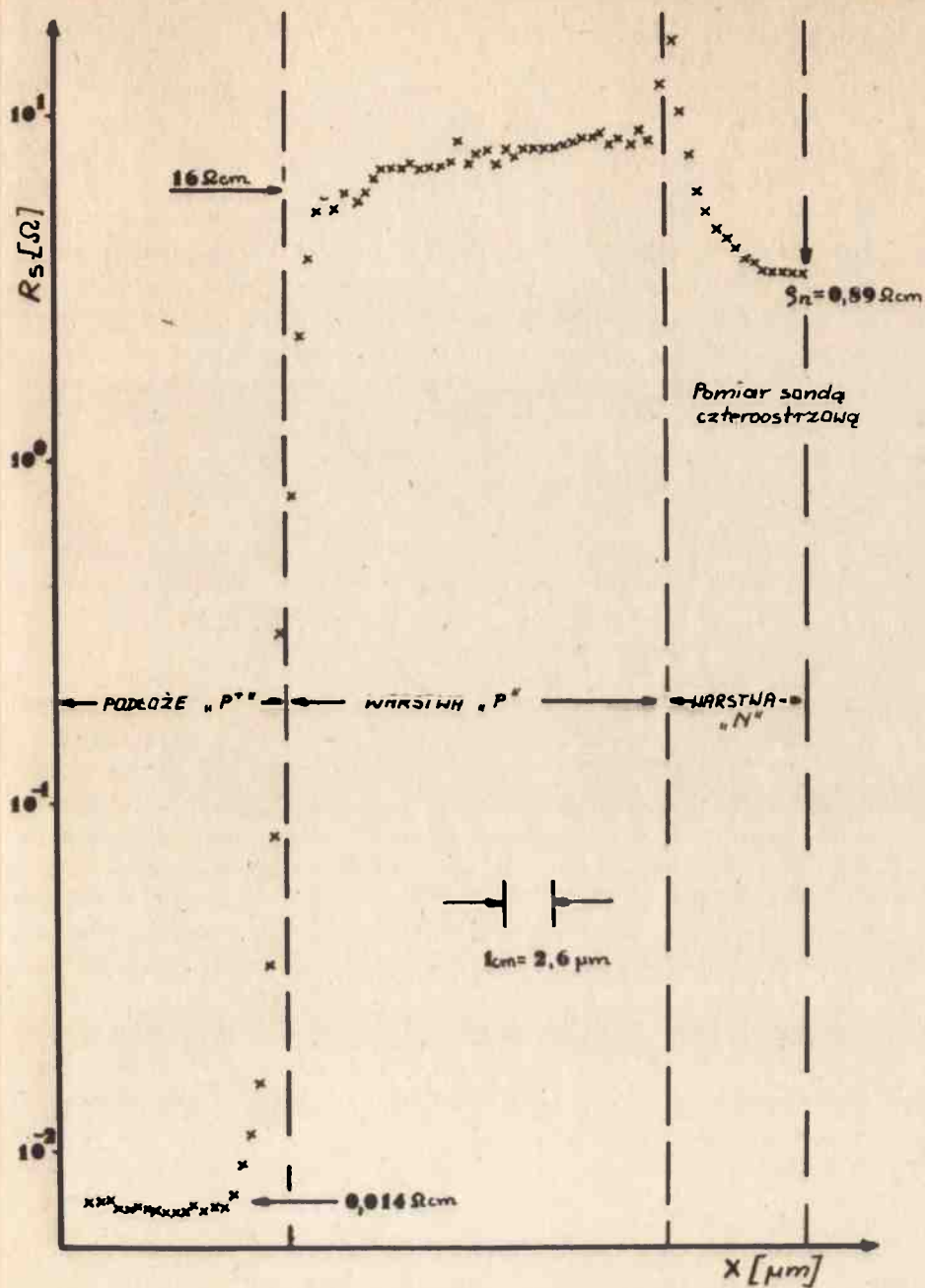
- warstwa zewnętrzna - pomiar metodą sondy czterostrzowej
- warstwa wewnętrzna - pomiar metodą skorygowanej rezystancji rozplywu w styku punktowym 1 na szlifie skośnym.

Przykładowy profil rezystywności, otrzymany w wykonanej strukturze  $p/n/n^+$ , przedstawiono na rys. 4, a w strukturze  $n/p/p^+$  na rys. 5.





Rys. 4. Profil rezystywności w strukturze p/n/n<sup>+</sup>, zmierzony metodą rozplýwu rezystancji w styku punktowym  
 x - profil nieskorygowany,  $\Delta$  - profil skorygowany



Rys. 5. Nieskorygowany profil rezystywności w strukturze n/p/p<sup>+</sup>, zmierzony metodą rezystancji rozpiływu w styku punktowym

Obecnie omówione zostaną zaobserwowane zmiany rezystywności warstw nanoszonych na kolejnych podłożach umieszczonych wzdłuż grzejnika grafitowego, licząc od strony wlotu gazów reakcyjnych.

#### 2.4.1. Struktura n/p/p<sup>+</sup>

Rezystywność wewnętrznych warstw typu "p" wzrasta na początkowym odcinku grzejnika, podobnie jak zostało to zaobserwowane przy nanoszeniu warstw typu "p" na słabo domieszkowane płytki kontrolne /pkt. 2.2/. Jednakże na dalszym odcinku rezystywność warstw "p" ulega stabilizacji, a jej wartość średnia jest mniejsza o ok. 14% od wartości oczekiwanej. Zjawiska te spowodowane są samodomieszkującym wpływem podłoża "p<sup>+</sup>". Podłoża te są silnie domieszkowane borem, który łatwo przechodzi z krzemu do fazy gazowej.

Rezystywność zewnętrznych warstw bazy typu "n" zwiększa się wzdłuż grzejnika o ok. 12%. Oznacza to, że kompensujący wpływ domieszki pochodzącej z podłoża "p<sup>+</sup>" jest silniejszy niż wpływ zanieczyszczeń wprowadzanych przez grzejnik grafitowy /pkt. 2.3.1/.

#### 2.4.2. Struktura p/n/n<sup>+</sup>

Rozrzuty rezystywności wewnętrznej warstwy typu "n" zwiększają się od  $\pm 5\%$  do  $\pm 10\%$  w miarę wzrostu żądanej rezystywności nanoszonych warstw. Przy słabszym domieszkowaniu warstw obserwuje się nieznaczny spadek ich rezystywności wzdłuż grzejnika. Zjawiska te spowodowane są faktem, że przy wymaganych dużych rezystywnościach warstw ilości domieszki celowo wprowadzanej do reaktora jest zbliżona do ilości zanieczyszczeń wprowadzanych przez układ i stosowane materiały. Podłoża typu "n<sup>+</sup>" domieszkowane Sb nie powodują zjawiska samodomieszkowania, gdyż równowagowa prężność par antymonu jest bardzo mała.

Wzrost rezystywności zewnętrznych warstw bazy typu "p", obserwowany w jednym procesie epitaksji, wzdłuż grzejnika grafitowego, wynosił 30-40%. Spowodowane jest to nakładającym się wpływem zjawisk opisanych w pkt. 2.2. oraz 2.3.2.

#### 2.5. Podsumowanie wyników

Czynniki decydujące o otrzymanych rozrzutach rezystywności nanoszonych warstw można przedstawić w następujących punktach:

1. Postępujące wzdłuż grzejnika zubożanie mieszaniny reakcyjnej, istotne zwłaszcza w przypadku B<sub>2</sub>H<sub>6</sub>.

2. Efekty kompensacyjne, powodowane domieszką pozostającą w układzie po wzroście pierwszej warstwy.
3. Samodomieszkowanie, istotne zwłaszcza w przypadku podłoża p<sup>+</sup>.
4. Zanieczyszczenia wprowadzane do gazu nośnego przez dystrybutor gazów, stosowane materiały oraz grzejnik grafitowy. W opisanej pracy zanieczyszczenia te były typu "n".

Wpływ wymienionych czynników na obserwowane różnice rezystywności warstw nanoszonych w różnych procesach epitaksji przedstawiono w tabelicy 2.

T a b l i c a 2

Porównanie średniej rezystywności warstw z wartością oczekiwaną na podstawie skalowania układu domieszkującego

Pkt.	Typ struktury	Typ warstwy	Porównanie $\rho$ warstwy $\rho$ oczekiwana	Wpływ czynnika
2.2.1	n/p/n	n	>	2°
		p	=	-
2.2.2.	p/n/p	p	>	2°
		n	=	-
2.3.1	n/p/p <sup>+</sup>	n	>	2° + 3°
		p	<	3°
2.3.2	p/n/n <sup>+</sup>	p	>	2°
		n	=	-

Natomiast w tabelicy 3 przedstawiono analizę wpływu opisanych czynników na obserwowane zmiany rezystywności warstw wzdłuż grzejnika, patrząc od strony wlotu gazów reakcyjnych, występujące w jednym procesie epitaksji.

## Zmiany rezystywności warstw wzdłuż grzejnika

Pkt.	Typ struktury	Typ warstwy	Zmiana $\rho$		Wpływ czynnika	
			$\rho > \rho^*$	$\rho < \rho^*$	wzrost	spadek
2.1.1	n/p	n				4°
2.1.2	p/n	p			1° + 4°	
2.2.1	n/p/n	p			1° + 4°	
		n				4°
2.2.2	p/n/p	n				4°
		p			1° + 2° + 4°	
2.3.1	n/p/p <sup>+</sup>	p			1° + 2° + 4°	3°
		n			2° + 3°	
2.3.2	p/n/n <sup>+</sup>	n				4°
		p			1° + 2° + 4°	

Uwaga: Rezystywności  $\rho$  - wynoszą:  
dla typu "n"  $7 \Omega \text{ cm}$ , a dla typu "p"  $10 \Omega \text{ cm}$ .

## LITERATURA

1. J. Borkowicz, E. Nossarzewska-Orłowska, A. Lachowski, J. Tomaszewski, J. Korec, "Wstępne badania nad wielowarstwowymi strukturami epitaksjalnymi", sprawozdanie ONPMP, 1978.
2. J. Korec, J. Crystal Growth, 46 /1979/ 362.
3. J. Korec, "Opracowanie modelu wzrostu krzemowych warstw homoepitaksjalnych z fazy gazowej", sprawozdanie ONPMP, 1976.
4. J. Korec, W. Rupniewski, M. Wójcik, "Krzemowe warstwy homoepitaksjalne", prace ITME, 1979.
5. E. Nossarzewska-Orłowska, A. Grudziński, J. Tomaszewski, "Otrzymywanie krzemowych warstw epitaksjalnych stosowanych w technologii przyrządów p-i-n", III konf. Spec. Techn. Monokrys. Jadwisin k/Warszawy, 12-15 grudnia, 1977.
6. J. Bloem, "Current Topics in Material Science", ed. E. Kaldis, North-Holland Pub. Co., Amsterdam 1978, Vol. 1, str. 147-342.