

## WPŁYW STANU POWIERZCHNI KRZEMU NA POMIAR REZYSTYWNOŚCI METODĄ „OPORNOŚCI ROZPŁYWU”

### 1. WSTĘP

Metoda "oporności rozptywu" obok metody C-V jest coraz bardziej popularna w ocenie rezystywności krzemowych warstw epitakajalnych. Polega ona na pomiarze oporności kontaktu ostrza metalowego z materiałem półprzewodnikowym. Oporność takiego kontaktu "R" jest określona przez "oporność rozptywu" "Rs" oraz oporność bariery przy zerowej polaryzacji złącza [1, 2, 3, 4], opisanej przez czynnik "k ( $\zeta$ )".

$$R = k(\zeta) R_s \quad (1)$$

Dokładne badania powierzchni kontaktu utworzonego przez ostrze sondy pomiarowej z powierzchnią półprzewodnika, przeprowadzone za pomocą mikroskopu elektronowego [5], wykazały, że składa się on z szeregu mikrokontaktów o bardzo małych średnicach. W tym przypadku całkowita "oporność rozptywu" "Rs" dana jest wzorem:

$$R_s = \frac{\rho}{\sum_{i=1}^n 4 a_i} \quad (2)$$

gdzie

- $\rho$  - rezystywność materiału półprzewodnikowego,
- $a_i$  - promień mikrokontaktu.

Ze względu na złożoność zagadnienia obliczenie teoretyczne płaszczyzny kontaktu ostrza lub wyprowadzenie ogólnego wzoru na zależność powierzchni

kontaktowej od nacisku igły jest bardzo trudne. Zadanie to staje się prawie niemożliwe, gdy trzeba z płaszczyzny kontaktu wydzielić powierzchnię biorącą aktywny udział w przewodnictwie. Z tych powodów bezpośrednio obliczenie rezystywności ze wzoru (2) jest niemożliwe. Zależność rezystywności w funkcji "oporności rozptywu" wyznacza się eksperymentalnie dla jednorodnych płytek wzorcowych, których rezystywność wyznacza się metodą czteroostrzową. Zależność (2) jest użyteczna, gdy spełniony jest warunek stałości członu  $\frac{dR}{dA}$ , a więc gdy istnieje powtarzalność kontaktu między metalowym ostrzem i materiałem półprzewodnikowym podczas pomiaru płytek wzorcowych i badanego materiału.

Badania mikroskopowe pokazały, że główną rolę w kształtowaniu kontaktowej powierzchni odgrywają nieprawidłowości obróbienia powierzchni ostrza oraz nieprawidłowości obróbienia powierzchni badanego materiału półprzewodnikowego [6].

## 2. PRZYGOTOWANIE POWIERZCHNI KRZEMU DO POMIARÓW

Problem ulepszenia procesu przygotowania powierzchni krzemu do pomiarów metodą "oporności rozptywu" omawiano na konferencji w Galthersburgu (USA) w czerwcu 1974 r. [7]. Kontynuacją omawianych tam zagadnień była praca [8]. Badano wpływ obróbki szlifów skąpanych, wykonanych na monokryształicznych płytkach krzemowych, na pomiar rezystywności materiału. Szlify wykonywano pastą diamentową oraz różnymi roztworami krzemionki. Na granicy oryginalnej powierzchni i powierzchni szlifu otrzymywano skok w "oporności rozptywu", a więc i w rezystywności. Skok ten był dużo większy od dopuszczalnego 10-procentowego skoku, który może być związany z rozkładem domieszki powstałej w trakcie wyciągania kryształu oraz ze zmianą kontaktu przy przejściu ostrza na szlif. Na tej podstawie sądzono, że proces polerowania zmienia elektryczne własności krzemowych powierzchni. Badane próbki poddawano też różnym kąpielom chemicznym (roztwór kwasu fluorowodorowego, kwas chromowy, wodorotlenek amonu i wodorotlenek amonu z nadtlenkiem wodoru). Każda z tych chemicznych obróbek dawała zmianę wartości oporności rozptywu na szlifie, natomiast wszystkie - z wyjątkiem obróbki w kwasie fluorowodorowym - pozostawiały niezmienną wartość oporności rozptywu na niezeszlifowanym fragmencie powierzchni płytki zabezpieczonej naturalnym tlenkiem. W żadnym jednak przypadku żadna z tych chemicznych obróbek nie dawała rozsądnej zgodności między wartością oporności rozptywu mierzonej na powierzchni szlifowej i na oryginalnej powierzchni czotowej. Wprowadzenie cyklu wygrzewania wypolerowanych płytek w temperaturach od 70°C do 100°C, pod zmniejszonym ciśnieniem, przez 15 minut, także nie dało zgodności pomiarów. Dopiero wygrzewanie w temperaturze minimum 150°C, przez 15 minut, bezpośrednio przed pomiarem,

prowadziło do poprawy wyników. Szlify polerowane były roztworami krzemionki, alkalicznym roztworem tlenku cyrkonu, zawieszoną tlenku glinu w wodzie, trawiaczem  $CP_4$  oraz roztworem tlenku glinu w glicerynie i trójchloroetylenie. Po wygrzaniu, w każdym z tych przypadków otrzymano zadowalającą zgodność wyników z wynikami wyznaczonymi metodą czteroosrąsową i metodą C-V.

### 3. WPŁYW PROCESU STARZENIA SIĘ POWIERZCHNI KRZEMU NA POMIAR OPORNOŚCI ROZPŁYWU

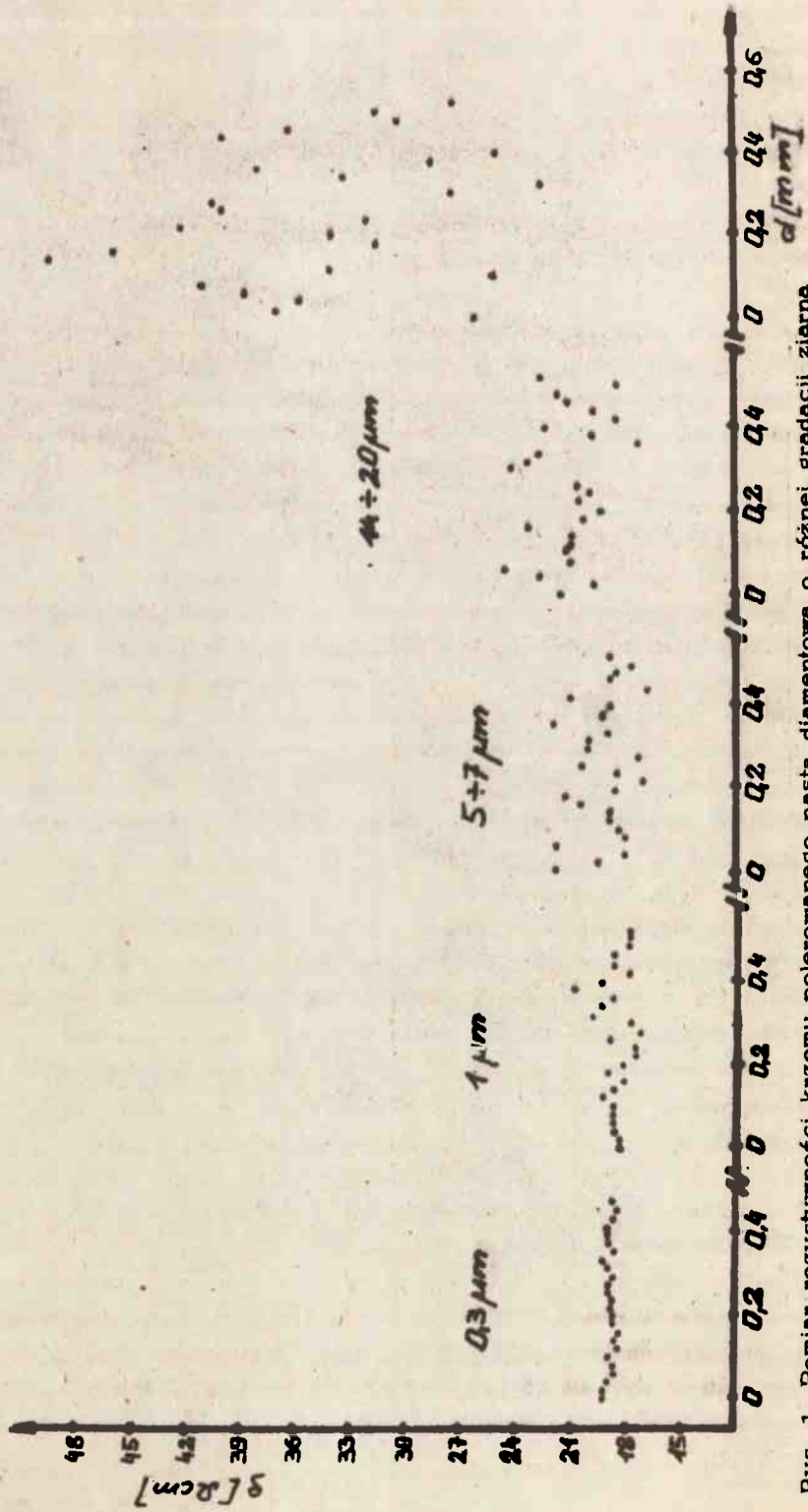
Dalszym niepożądanym efektem obserwowanym podczas pomiarów świeżo polerowanych płytek krzemowych jest wzrost wartości oporności rozptywu proporcjonalny do upływu czasu. W kilka minut po polerowaniu, czyszczeniu i osuszeniu obserwuje się wyraźny wzrost rezystywności, który trwa przez około 48 godzin. W celu wyeliminowania efektu starzenia się płytek autorzy pracy [5] zastosowali trzy sposoby czyszczenia płytek po wypolerowaniu.

Pierwszy polegał na gotowaniu wypolerowanych próbek przez 15 minut w stężonym kwasie azotowym i płukaniu w wodzie destylowanej, drugi na dodatkowym zanurzeniu w kwasie fluorowodorowym w celu usunięcia wszystkich tlenków oraz identycznym myciu próbek. Trzeci sposób to kąpanie płytek w kwasie siarkowym, następnie w kwasie fluorowodorowym oraz mycie w wodzie utlenionej, płukanie i suszenie. Zaobserwowano, że starzenie się było szybsze na płytce, którą zanurzono w kwasie fluorowodorowym, a wolniejsze, ale nadal zbyt szybkie, na płytkach mytych w perhydrolu. Szybkość procesu starzenia się była także silnie zależna od względnej wilgotności powietrza: była mniejsza podczas suchej pogody. Z tego powodu zdecydowano, by suszyć płytki krzemowe przez wygrzewanie. Po godzinnym wygrzewaniu w temperaturze  $150^{\circ}C$ , w powietrzu, próbki nie wykazywały starzenia przez około 35 minut w otoczeniu o średniej względnej wilgotności 50%. W celu poprawy wyników pomiarowych urządzenie do pomiaru rezystywności umieszczono w pojemniku z pochłaniaczem, by zapobiec nagłym zmianom wilgotności i temperatury. Zwiększyło to okres stabilności pomiarów powyżej 1 godziny. Po tym okresie ponowne czyszczenie i wygrzewanie dawało wyniki pomiarowe różniące się nie więcej niż o 1% wartości początkowej.

### 4. WPŁYW STANU POWIERZCHNI KRZEMU NA POMIAR REZYSTYWNOCI METODĄ "OPORNOŚCI ROZPŁYWU"

Przedstawione w pracy pomiary wykonano za pomocą trójsondowego manipulatora o ostrzach pomiarowych wykonanych z węgliku wolframu. Promień krzywizny tych ostrzy wynosił  $25 \mu m$ . Wstępne pomiary prowadzone na powierzchniach polerowanych pastą diamentową o różnej gradacji ziarna wykazały duże

40 ÷ 60 μm



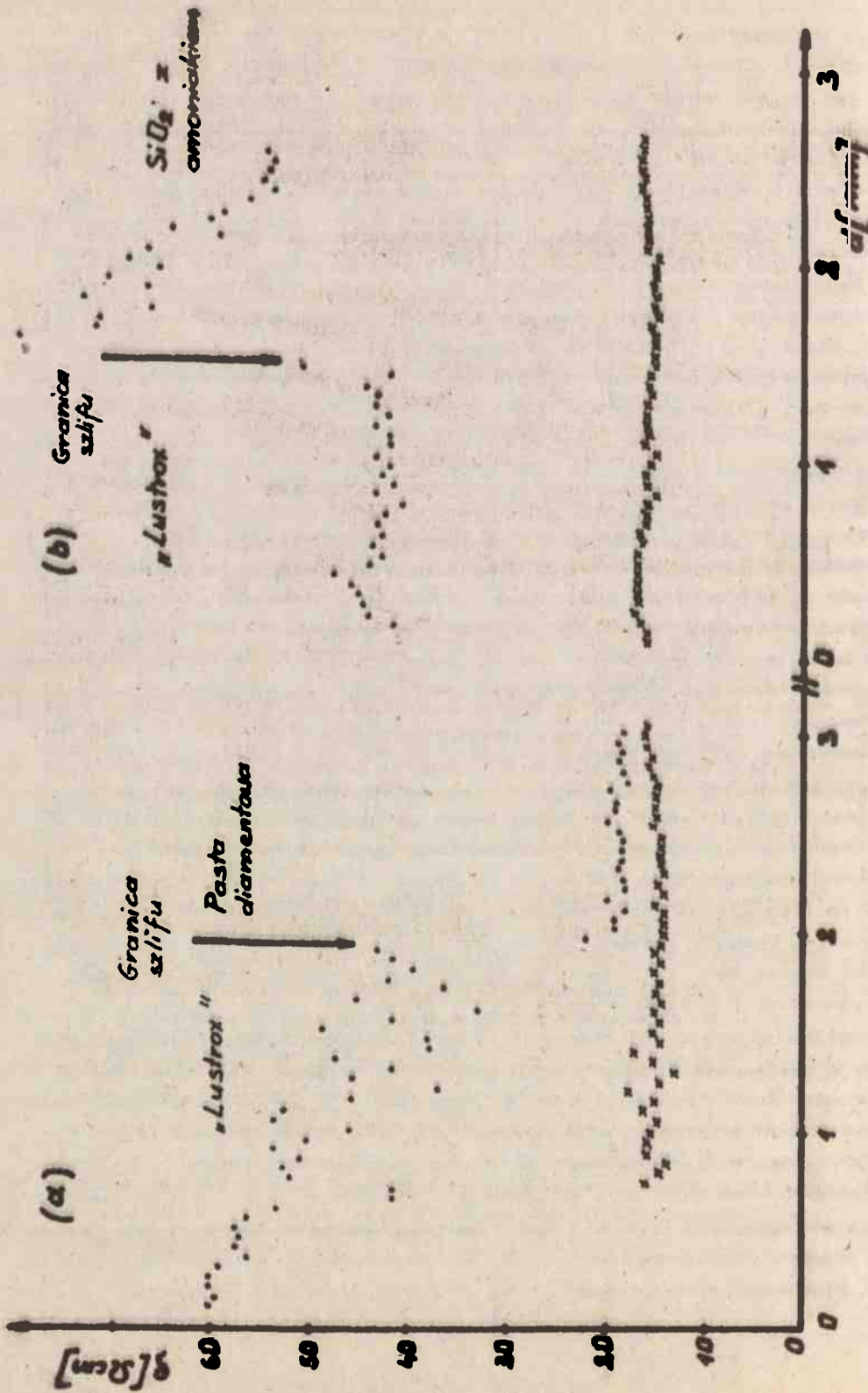
Rys. 1. Pomiar rezystywności krzemu polerowanego pastą diamentową o różnej gradacji ziarna

różnice wielkości oporności rozptywu. (rys. 1). Pomiar prowadzone na powierzchniach polerowanych proszkiem diamentowym o gradacji ziarna większej niż  $1\ \mu\text{m}$  wykazywały podwyższoną wartość oporności rozptywu oraz duże jej rozrzuty. Dla tych gradacji ziarna ryby powstałe na powierzchni krzemu podczas polerowania są porównywalne ze śladami sond. Na takiej powierzchni sonda nie daje powtarzalności kontaktu metal-półprzewodnik, a więc nie daje poprawnej wartości rezystywności. Małe rozrzuty rezystywności - które mogą być spowodowane tylko rozkładem domieszki, powstałym w procesie wyciągania kryształu - otrzymano, gdy płytka była wypolerowana proszkiem diamentowym o gradacji ziarna mniejszej niż  $1\ \mu\text{m}$ .

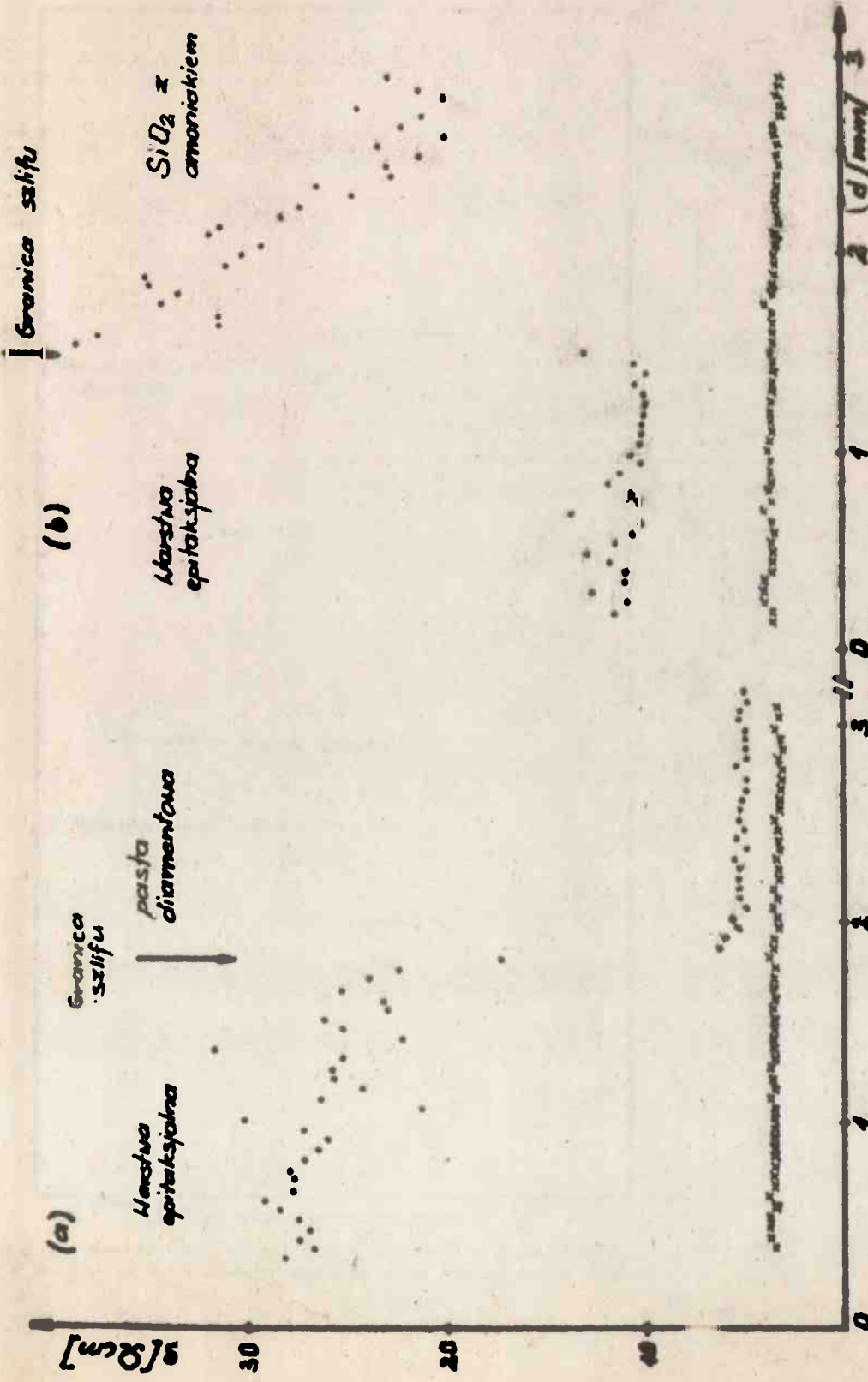
W ramach pracy zbadano wpływ stosowanych w ITME obróbek powierzchni na pomiar rezystywności metodą "oporności rozptywu". W tym celu na krzemowych monokrystalicznych próbkach typu "p", wypolerowanych odczynnikami "Lustroks 1000", wykonano szlify skośne pastą diamentową, roztworem krzemionki i amoniaku oraz roztworem krzemionki i wodorotlenku potasu. Na tak przygotowanych próbkach zmierzono rozkłady rezystywności na granicy szlif i pierwotnej powierzchni. Zaobserwowano następujące prawidłowości:

Pomiary wykonane na powierzchniach polerowanych pastą diamentową wykazywały niższą wartość "oporności rozptywu" w stosunku do pomiarów wykonywanych na powierzchniach wypolerowanych "Lustrokssem 1000" (rys. 2a). Takie same pomiary przeprowadzone na powierzchniach polerowanych roztworem krzemionki i amoniaku wykazywały jeszcze wyższą wartość oporności rozptywu (rys. 2b). Pomiary rezystywności tych kryształów przeprowadzone metodą czteroostrzową wykazały, że najbardziej poprawne wyniki otrzymuje się, gdy powierzchnia krzemu polerowana jest pastą diamentową.

W celu wyeliminowania opisanych efektów pomiarowych badane próbki poddano procesowi wygrzewania. Wygrzewanie przeprowadzono na metalowej płytce rozgrzanej do temperatury  $150^{\circ}\text{C}$ , przez 15 minut. Powtórne pomiary przeprowadzone na tych samych powierzchniach nie wykazywały już skoków "oporności rozptywu" na granicy różnie polerowanych powierzchni, a wyznaczona rezystywność bardzo dobrze zgadzała się z wartościami wyznaczonymi metodą czteroostrzową. Proces wygrzewania zlikwidował też całkowicie skoki oporności rozptywu przy pomiarach warstw epitaksjalnych, na których wykonano szlify skośne (rys. 3). Ma to duże znaczenie przy prawidłowej ocenie poziomu rezystywności warstw epitaksjalnych. Na rysunkach 4 i 5 zaznaczono prawidłowo i nieprawidłowo ocenione poziomy rezystywności warstw. W celu zaobserwowania wpływu procesu wygrzewania na pomiar rozkładu i niejednorodności monokryształów krzemu typu "n" i "p" zmierzono radialne rozkłady rezystywności przed i po wygrzaniu (rys. 6 i 7). W obu przypadkach zaobserwowano obniżenie poziomu rezystywności po wygrzaniu, natomiast w rozkładzie rezystywności nie zaobserwowano wyraźnych zmian. Radialny rozkład rezystywności mierzo-

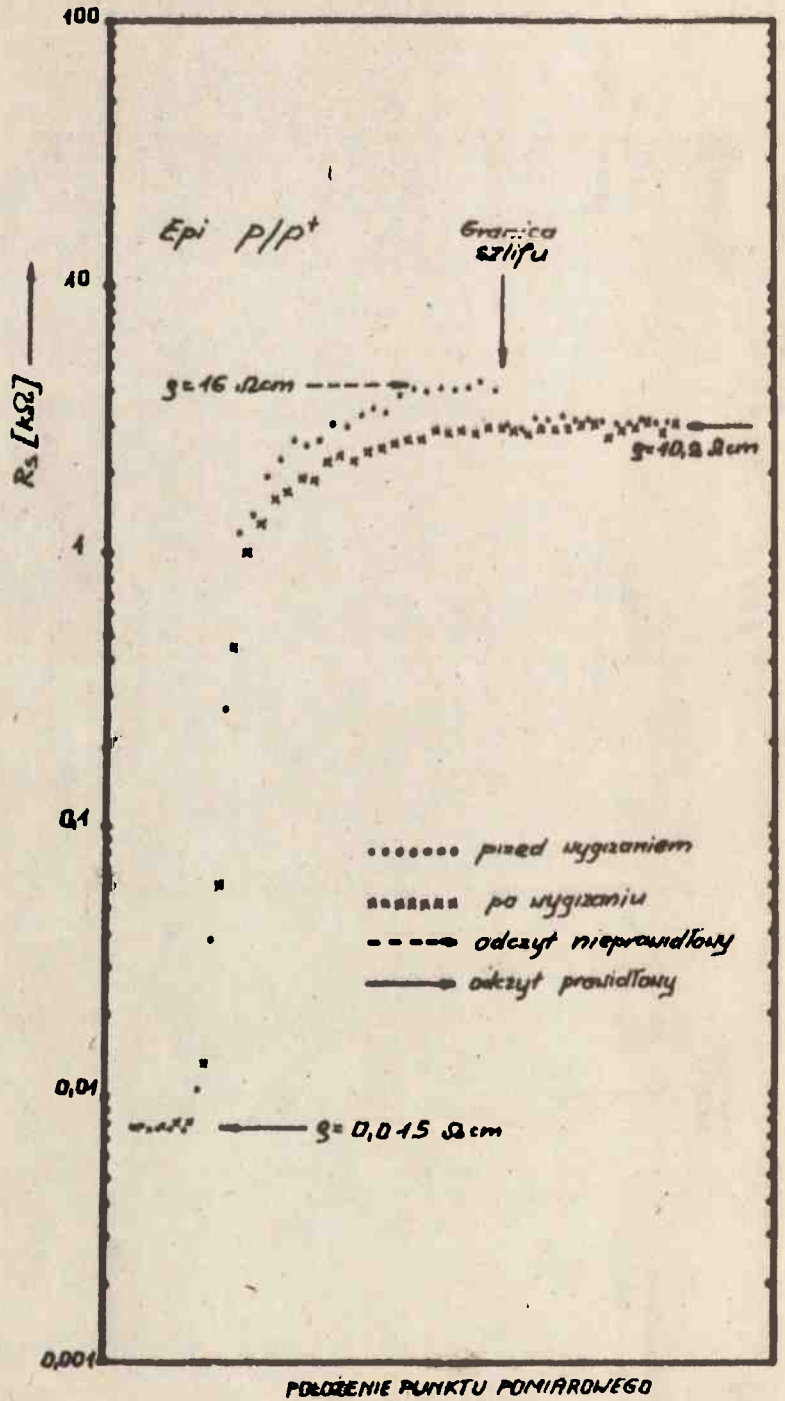


Rys. 2. Wpływ wygrzewania powierzchni warstwy epitaksjalnej na pomiar rezystywności metoda pomiaru rezystywności rozprę-  
wu ..... - przed wygrzaniem, x x x - po wygrzaniu



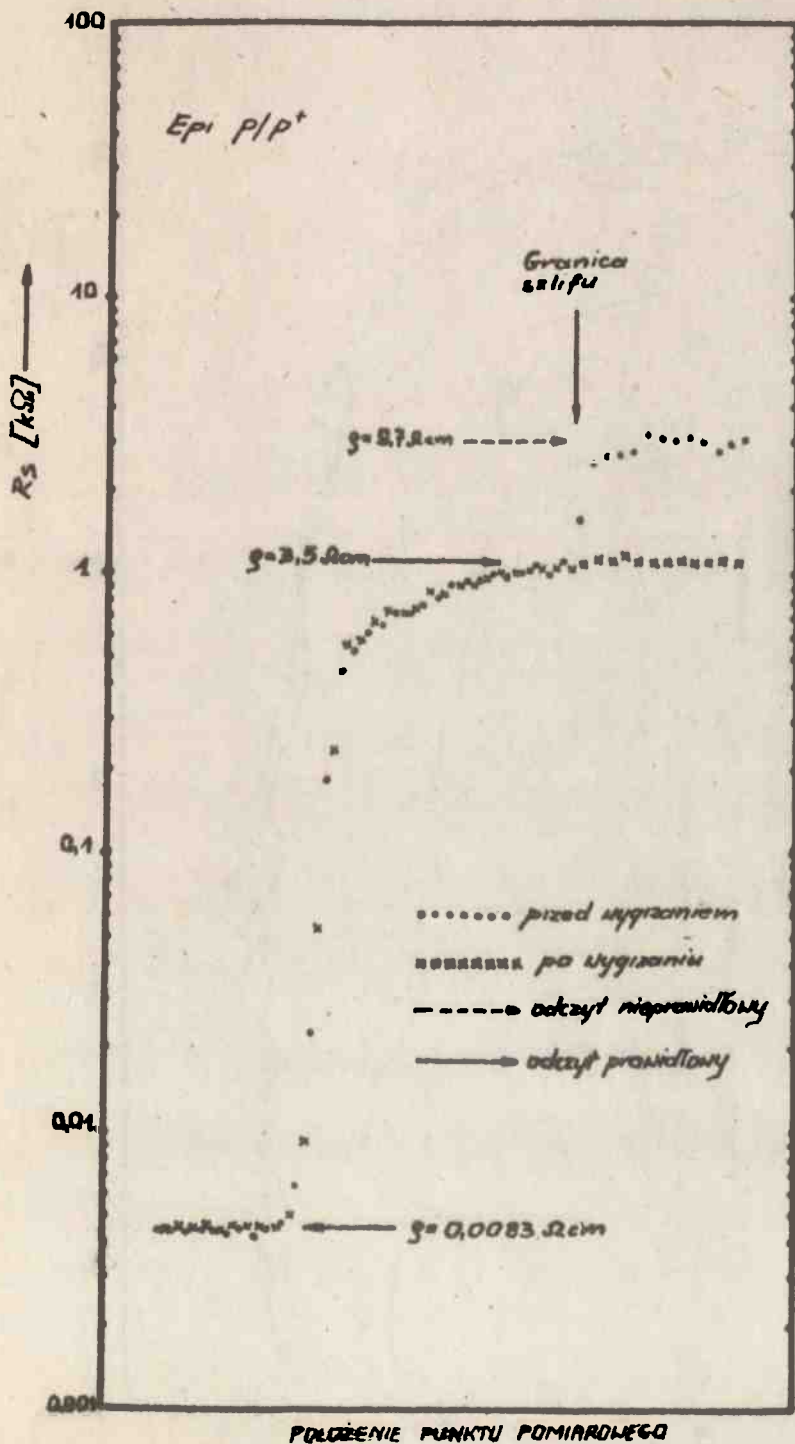
Rys. 3. Wpływ wygrzewania powierzchni warstwy epitakcyjnej na pomiar rezystywności metodą oporności rozprę-

wu ..... - przed wygraniem, x x x x - po wygraniu

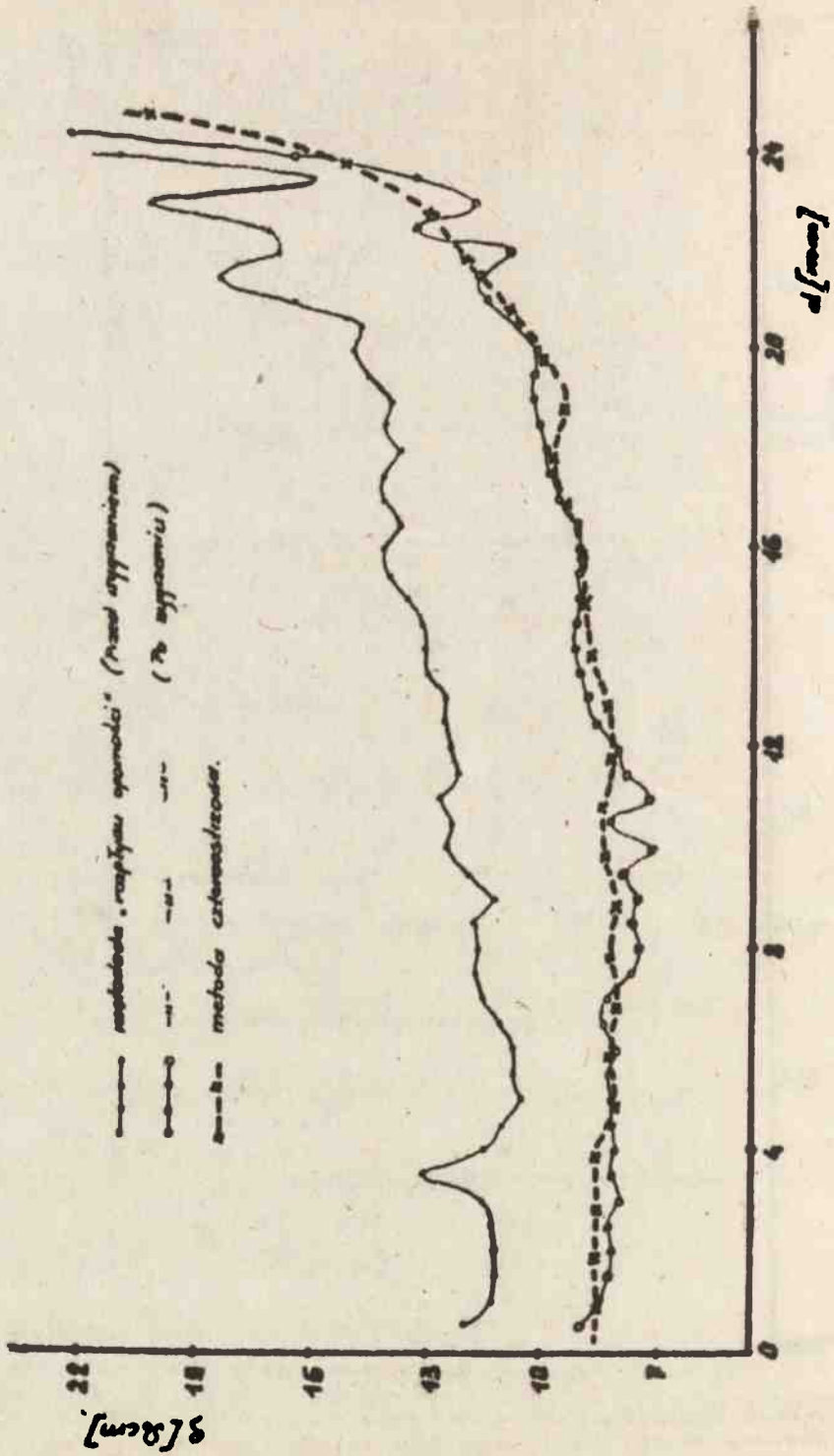


Rys. 4. Profil oporności rozptywu w warstwie eptaksjalnej typu p/p<sup>+</sup>, mierzony na szlifie polerowanym roztworem krzemionki z amoniakiem

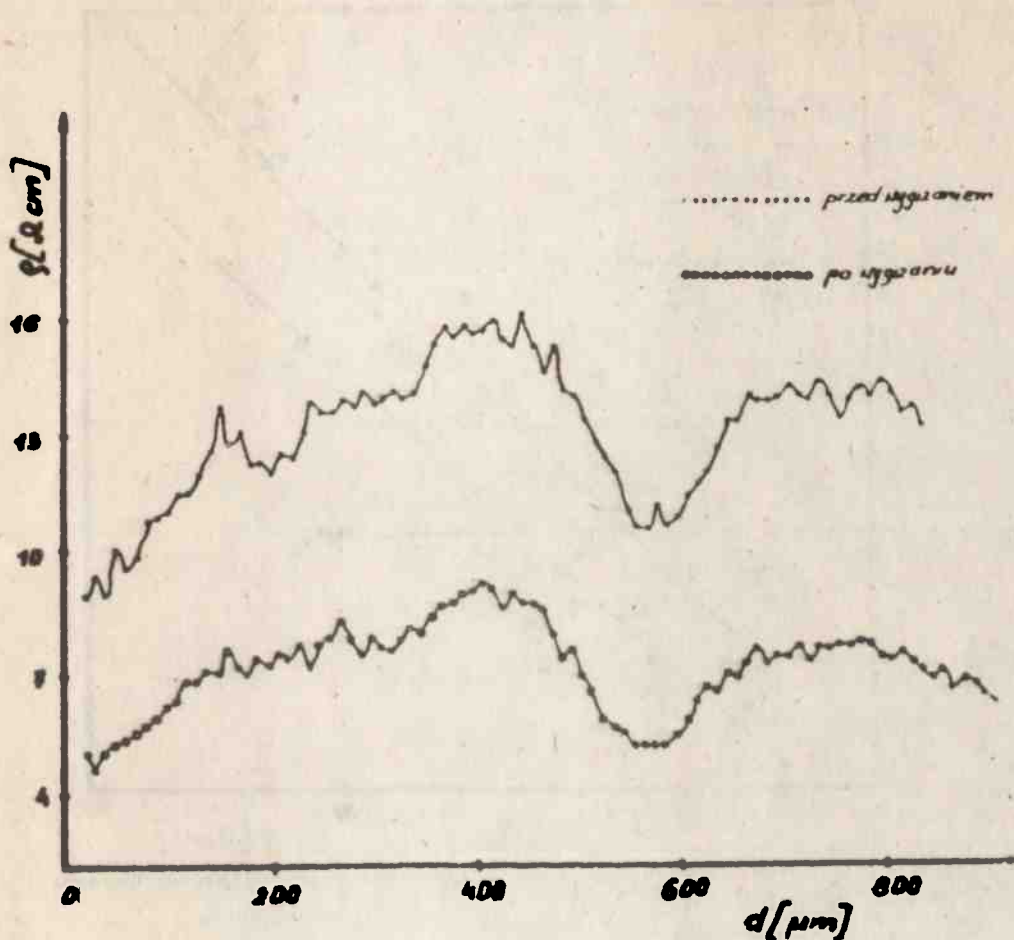




Rys. 5. Profil oporności rozprywu w warstwie epitaksyjnej typu p/p<sup>+</sup>, mierzony na szlifie polerowanym pastą diamentową



Rys. 6. Radialny rozkład rezytywności monokryształu krzemu typu "t" przed i po wygraniu

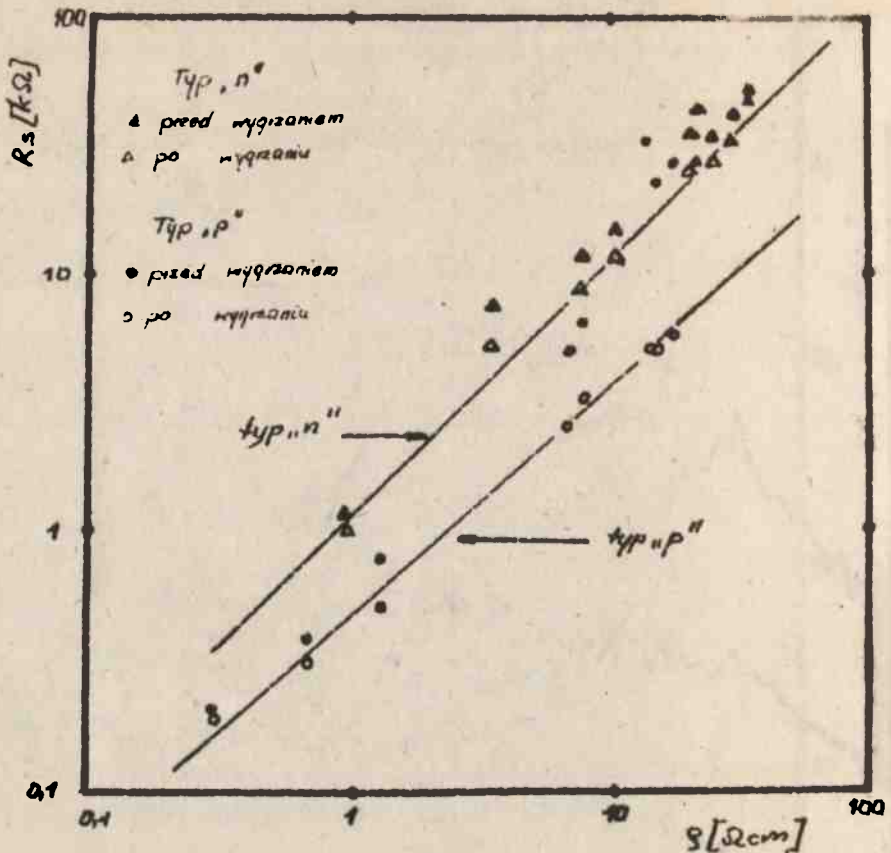


Rys. 7. Rozkład mikronejednorodności krzemu typu "n" przed i po wygrzaniu

no metoda czterostrzową. Otrzymane wyniki dość dobrze zgadzają się z rozkładem otrzymanym metodą "oporności rozptywu" na wygrzanym krzystalu.

W ramach pracy przeprowadzono pomiary większej serii próbek monokrystalicznych typu "n" i "p", przed i po wygrzaniu. Największe zmiany mierzonej oporności rozptywu po wygrzaniu zaobserwowano dla krzystalów krzemu typu "p", o rezystywnościach większych od 100 Ωcm (rys. 8). Proces wygrzewania zwiększył korelację między mierzoną opornością rozptywu a rezystywnością mierzoną metodą czterostrzową. Polepszenie tej korelacji pozwoliło na bardziej precyzyjne wycechowanie miernika do pomiarów metodą "oporności rozptywu", a więc i na bardziej precyzyjne wyznaczanie rezystywności badanych warstw epitaksjalnych.

Proces wygrzewania w temperaturze 150°C poprawia poziom mierzonej rezystywności, polepsza zgodność pomiarów wykonanych metodą "oporności roz-



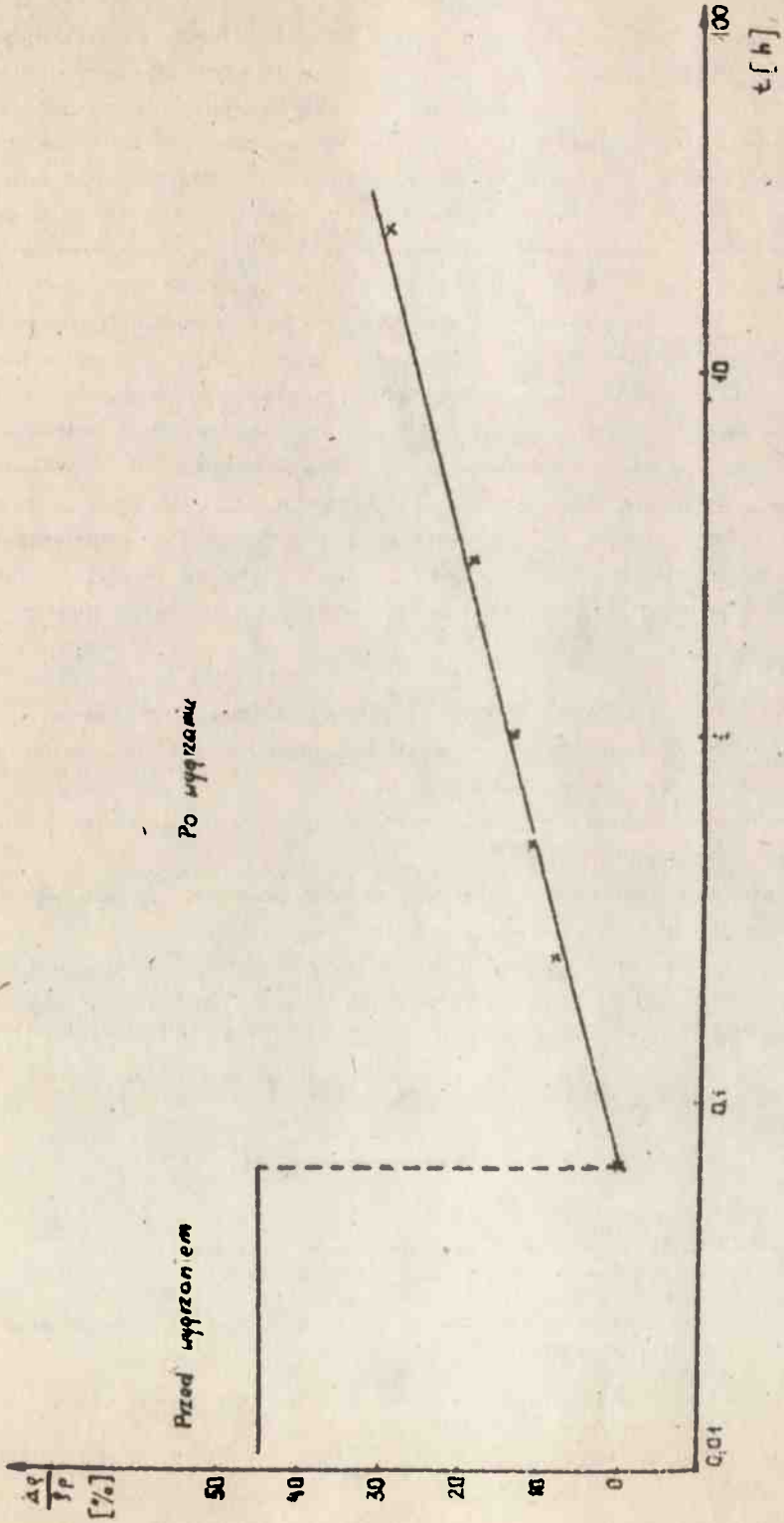
Rys. 8. Wpływ wygrzewania na pomiar oporności rozptywu krzemu typu "n" i "p"

ptywu" i metodą czterostrzową. Zmiana stanu powierzchni po wygrzaniu nie jest jednak trwała. Rysunek 9 przedstawia przykładowo procentową zmianę wyznaczanej rezystywności monokrystalicznej płytki w funkcji czasu, jaki upłynął od zakończenia procesu polerowania, mycia i wygrzewania. Z przedstawionych pomiarów wynika, że fakt starzenia się powierzchni krzemu wnosi istotny błąd do pomiarów parametrów elektrycznych krzemu metodą "oporności rozptywu".

##### 5. ANALIZA WYNIKÓW

Na powierzchni płytki monokrystalicznej, w wyniku przerwania periodyczności sieci krystalicznej oraz w wyniku adsorpcji z otoczenia domieszek tlenków jak np. tlen, tlenek węgla, woda, powstają slany powierzchniowe, których poziom energetyczny znajdują się w paśmie zabronionym.

W wyniku przyciągania przez ładunek powierzchniowy nośników prądu z objętości półprzewodnika w obszarze przylegającym do powierzchni powstaje podwójnie naładowana warstwa. W półprzewodnikach, gdzie koncentracja swo-



Rys. 3. Zmiana rezystywności krzemu w funkcji czasu, jaki upłynął od zakończenia procesu wygrzewania

bojnych nośników jest znacznie mniejsza niż np. w metalach, obszar ładunku przestrzennego przenika dosyć głęboko do kryształu. Obecność w półprzewodnikach ładunku przestrzennego zmienia jego schemat energetyczny w obszarze przylegającym do powierzchni [9]. Powstaje zakrzywienie pasm energetycznych które ma wpływ na oporność kontaktu metal-półprzewodnik, a więc ma też wpływ na mierzoną oporność rozptywu. Ze względu na to, że siły wiążące adsorbowane cząsteczki z powierzchnią półprzewodnika są zawarte w granicach od 0,01 eV do 1 eV, proces wygrzewania w temperaturze 150°C może spowodować desorpcję niektórych jonów, a więc zmienić mierzoną oporność rozptywu. Zaobserwowane różnice mierzonej oporności rozptywu na powierzchniach polerowanych "Lustrokssem 1000", krzemionką z amoniakiem, krzemionką z wodorotlenkiem potasu, w stosunku do pomiarów na powierzchni polerowanej pastą diamentową można tłumaczyć różną adsorpcją zachodzącą podczas procesu polerowania. Wymienione roztwory są substancjami polerującymi mechaniczno-chemicznie, natomiast pasta diamentowa jest substancją polerującą tylko mechanicznie, a więc adsorpcja przy tej technice wykonywania szlifów powinna być najmniejsza. Wygrzewania w temperaturze 150°C, przez 15 minut, w wyniku desorpcji jonów z powierzchni doprowadza różnie obrabiane powierzchnie do tego samego stanu.

## 6. WNIOSKI

Z przeprowadzonych badań można wyciągnąć następujące wnioski:

1. Stan powierzchni płytek krzemowych ma istotny wpływ na pomiar rezystywności krzemu metodą oporności rozptywu.
2. Każda technologia polerowania płytek krzemowych doprowadza ich powierzchnie do innego stanu.
3. Poprawny stan powierzchni można uzyskać przez wygrzanie wypolerowanej płytki przez 15 minut w temperaturze 150°C.
4. Pomiar rezystywności należy wykonać bezpośrednio po wypolerowaniu, umyciu i wygizaniu płytek, aby ograniczyć do minimum wpływ procesu starzenia się powierzchni próbek na wynik pomiaru.

(Wpłynęło 27.IX.1980)

## LITERATURA

1. Masur R.O., Dickey D.H.: Electrochem. Soc. Conf. Pittsburg, Abstr., Nr 56, April (1963).
2. Dickey D.H.: Electrochem. Soc. Conf. Pittsburg Abstr., Nr 57, April (1963).
3. Masur R.O., Dickey D.H.: J. Electrochem. Soc., 113, 255 (1966)
4. Keenan W.A., Schumann P.A.: Ohmic Contacts to Silicon, p. 263, Electrochem. Soc. Conf. Montreal, Oct. (1968).
5. Soverin P.L.: Solid State Electronics, 14, 247 (1971).
6. Rojcow P.: PIE, Nr 1 (1971).
7. Proc. Spreading Resistance Symposium, Gaithersburg, Maryland, USA, 13-14 czerwiec 1974 r.
8. Unter T.F., Lamb D.R.: Microelectronics, Vol. 6, Nr 4 (1975).
9. Szulcowa K.W.: Fizyka półprzewodników, PWN, str. 307 (1974).