

## **Metoda dwutemperaturowego wzrostu krzemowych warstw epitaksjalnych**

### WSTĘP

Podczas typowego procesu wzrostu krzemowej warstwy homoepitaksjalnej na niskooporowym podłożu występuje niekontrolowane domieszkowanie warstwy z kilku źródeł jednocześnie. Obniża ono gradient rezystywności w obszarze przejściowym warstwa-podłoże. Niekontrolowane źródła domieszek można usystematyzować następująco:

- komora reakcyjna, linie gazowe i inne elementy urządzenia do epitaksji,
- materiał stanowiący źródło krzemu w procesie epitaksji / $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{SiH}_4$  itp./,
- rozgrzany grzejnik grafitowy,
- płytki podłożowe - poprzez autodomieszkowanie i dyfuzję domieszki z podłoża do warstwy epitaksjalnej.

Przy opanowanej technologii wpływ pierwszych trzech czynników może być sprowadzony do minimum. W tym przypadku o rozkładzie domieszki w warstwie decyduje autodomieszkowanie oraz dyfuzja w ciele stałym. Przewaga jednego z tych procesów zależy od rodzaju domieszki podłoża /różne prężności par i współczynniki dyfuzji/ oraz jakości strukturalnej warstwy epitaksjalnej.

Metoda dwutemperaturowego wzrostu stosowana jest w celu zwiększenia gradientu rezystywności w obszarze przejściowym podłoże-warstwa epitaksjalna, lub w obszarach międzywarstwowych w przypadku epitaksji wielokrotnej.

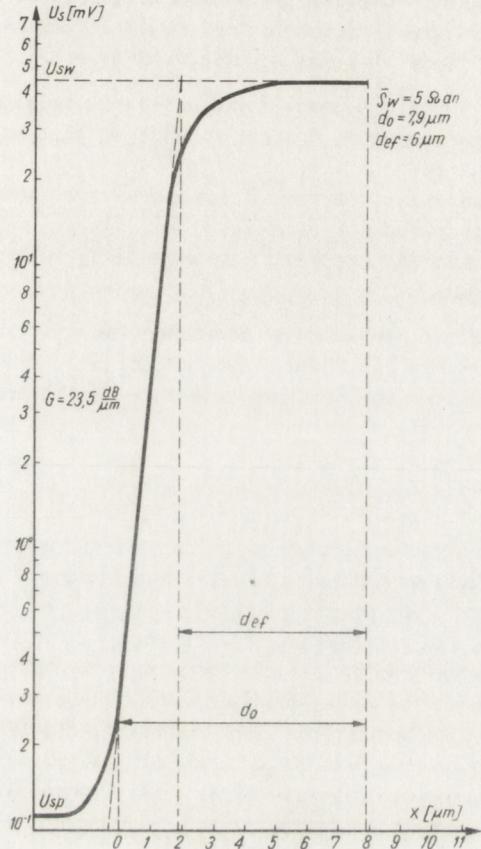
W literaturze spotyka się różne opisy matematyczne rozkładu domieszki w warstwie epitaksjalnej. Opis Langer [1] najpełniej obejmuje zjawisko autodomieszkowania oraz dyfuzję w ciele stałym, z uwzględnieniem prędkości wzrostu warstwy. Autor stwierdza, że uwalnianie się domieszki z rosnącej warstwy ma znaczenie tylko przy pierwszych kilku mikrometrach nakładania warstwy epitaksjalnej. W późniejszym etapie o rozkładzie domieszki decyduje uwalnianie się jej z odwrotnej strony płytki oraz dyfuzja w ciele stałym. Zjawiska te można znacznie ograniczyć poprzez zmniejszenie temperatury wzrostu warstwy.

Wiadomo jednak, że w miarę obniżania temperatury wzrostu jakość strukturalna warstwy ulega pogorszeniu [2,3].

Podstawową zaletą metody dwutemperaturowej wzrostu jest to, że po rozpoczęciu prawidłowego wzrostu w wysokiej temperaturze dalszy proces można prowadzić w temperaturze niższej. Wynika to z faktu, że z punktu widzenia mechanizmu wzrostu najlepszą powierzchnią do prowadzenia epitaksji jest powierzchnia rosnącej warstwy [2], ze względu na jej czystość i dobrą jakość strukturalną.

Technika dwutemperaturowego wzrostu była stosowana zarówno dla  $\text{SiCl}_4$  jak i  $\text{SiH}_4$  [4,5]. Zastosowanie wyżej opisanej metody pozwoliło na otrzymywanie warstw epitaksjalnych o dobrej jakości strukturalnej nawet w temperaturze  $850^\circ\text{C}$  [4], lecz przy niskiej prędkości wzrostu warstwy - około  $0,01 \mu\text{m}/\text{min}$ . /stosując  $\text{SiCl}_4$ /.

Rys. 1. Typowy profil rezystywności epitaksjalnej  $/n/n^+ /$  otrzymany metodą pomiaru oporności rozptywu /do-grubość metalograficzna warstwy, def grubość elektryczna warstwy,  $\bar{\rho}_w$  - średnia rezystywność warstwy,  $U_{sp}$ ,  $U_{sw}$  - napięcia odpowiadające rezystywności podłoża i warstwy epitaksjalnej/.



W przeprowadzonych przez nas badaniach jako źródło krzemu stosowano  $\text{SiCl}_4$ . Procesy prowadzono w reaktorze poziomym o przekroju poprzecznym  $35 \times 75 \text{ mm}$  stosując przepływ wodoru około  $70 \text{ l}/\text{min}$ . Grzejnik grafitowy  $/7 \times 65 \times 380 \text{ mm}/$  umieszczony w reaktorze nagrzewany był indukcyjnie. Jako podłoża stosowano płytki krzemowe wycięte z bezdyslokacyjnego monokryształu o rezystywności  $0,01 \Omega \text{ cm}$  /domieszkowanego antymonem/, polerowane mechaniczno-chemicznie. Warstwy domieszkowano fosforem doprowadzając do reaktora, w czasie ich wzrostu,  $\text{PH}_3$  rozcieńczony w wodrze.

Rozkład rezystywności w głąb warstwy mierzono metodą pomiaru rezystancji rozptywu kontaktu ostrzowego metal-półprzewodnik w poprzek szlifu skośnego wykonanego na badanej próbce [6]. Typowy profil rezystywności otrzymywany w warstwie nakładanej standardową metodą jednotemperaturową przedstawia rysunek [1].

Za miarę gradientu rezystywności w obszarze podłoża-warstwa epitaksjalna przyjęto wielkość obliczoną na podstawie zależności

$$G = \frac{20 \log U_{s1}/U_{s2}}{x_1 - x_2} \quad [\text{dB}/\mu\text{m}],$$

gdzie  $U_s$  - napięcie na sondzie przy prądzie  $I = \text{const} = 10 \mu\text{A}$ .

W ten sposób np. gradientowi  $40 \text{ dB}/\mu\text{m}$  odpowiada zmiana rezystancji rozptywu równa dwa rzędy wielkości na odległości  $1 \mu\text{m}$  [7].

W niniejszej pracy zbadano wpływ następujących parametrów technologicznych dwu-temperaturowego procesu epitaksji na gradient rezystywności w obszarze warstwa-podłoża:

- temperatury podłoża i grubości warstwy nałożonej w czasie wysokotemperaturowego etapu wzrostu,
- temperatury podłoża i stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$  w czasie niskotemperaturowego etapu wzrostu.

Badania prowadzono pod kątem takiego doboru powyższych parametrów, aby uzyskać maksymalny gradient rezystywności przy zachowaniu jakości strukturalnej warstwy umożliwiającej zastosowanie materiału do produkcji przyrządów półprzewodnikowych.

## WYNIKI DOŚWIADCZEŃ

Wpływ temperatury podłoża w czasie wysokotemperaturowego - pierwszego etapu wzrostu na gradient rezystywności badano w zakresie  $1140-1270^\circ\text{C}$ , przy ustalonych pozostałych parametrach technologicznych procesu. Wykonano pomiary profili rezystywności w otrzymanych warstwach i obliczono gradienty rezystywności w obszarze warstwa-podłoża. Ponieważ warstwy epitaksjalne w dalszym ciągu technologicznym przechodzą szereg obróbek wysokotemperaturowych w trakcie których rozkład rezystywności w warstwie ulega rozmyciu, dla pełniejszego oszacowania jakości otrzymanych warstw przeprowadzono następującą próbę technologiczną. Wykonane warstwy wygrzewano w temperaturze  $1200^\circ\text{C}$  przez 60 minut i powtórzono procedurę pomiaru gradientów rezystywności. Otrzymane wyniki przedstawia rysunek 2.

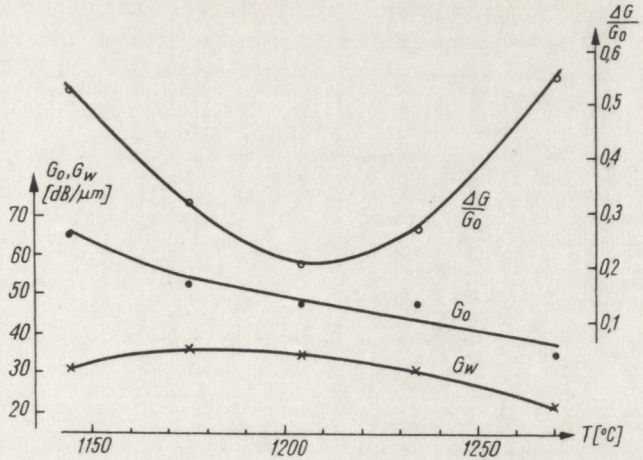
Wpływ grubości warstwy nakładczej w czasie pierwszego etapu wzrostu badano w zakresie  $0 - 1,5 \mu\text{m}$ . Wyniki, opracowane analogicznie jak przy badaniu wpływu temperatury w czasie pierwszego etapu wzrostu, przedstawione są na rysunku 3.

Parametry technologiczne niskotemperaturowego - drugiego etapu wzrostu badano w zakresie temperatur  $880 - 1100^\circ\text{C}$  dla stosunków molowych  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$   $0,3-1,2\%$ . W temperaturze niższej niż  $880^\circ\text{C}$  nie udało się otrzymać warstwy o lustrzanej powierzchni.

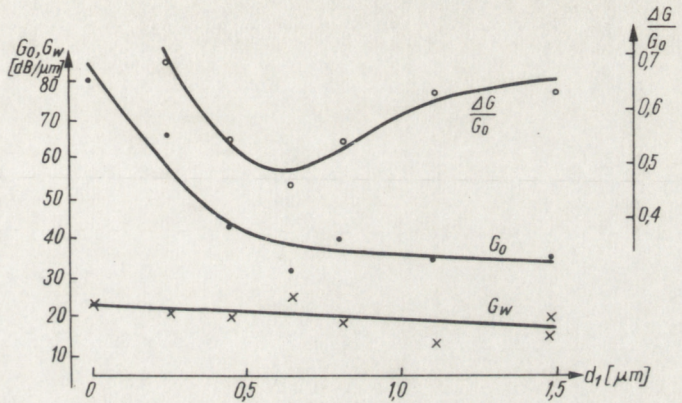
Gęstość dyslokacji wychodzących na powierzchnię warstwy zwiększała się przy obniżaniu temperatury wzrostu. Jak wykazuje rysunek 4 tendencja ta była znacznie silniejsza dla wyższych stężeń  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$ .

Na podstawie zdjęć rentgenowskich wykonanych zmodyfikowaną metodą obracanego kryształu [8] można sądzić, że obniżenie temperatury wzrostu może spowodować powstanie struktury blokowej w warstwie epitaksjalnej.

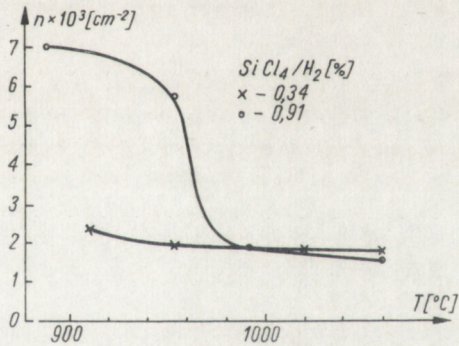
Rys. 2. Zależność gradientu rezystywności przed  $G_0$  i po wygrzaniu  $G_w$  oraz względnej zmiany gradientu  $\Delta G/G_0$  od temperatury podłoża w czasie pierwszego pokrycia  $d_1 = \text{const} = 0,65 \mu\text{m}$ ,  $v_1 = 0,248 \mu\text{m}/\text{min}$ .



Rys. 3. Zależność gradientu rezystywności przed  $G_0$  i po wygrzaniu  $G_w$  oraz względnej zmiany gradientu  $\Delta G/G_0$  od grubości  $d_1$  warstwy nakładanej w czasie pierwszego pokrycia  $T_1 = \text{const} = 1275^\circ\text{C}$ ,  $v_1 = 0,248 \mu\text{m}/\text{min}$ .

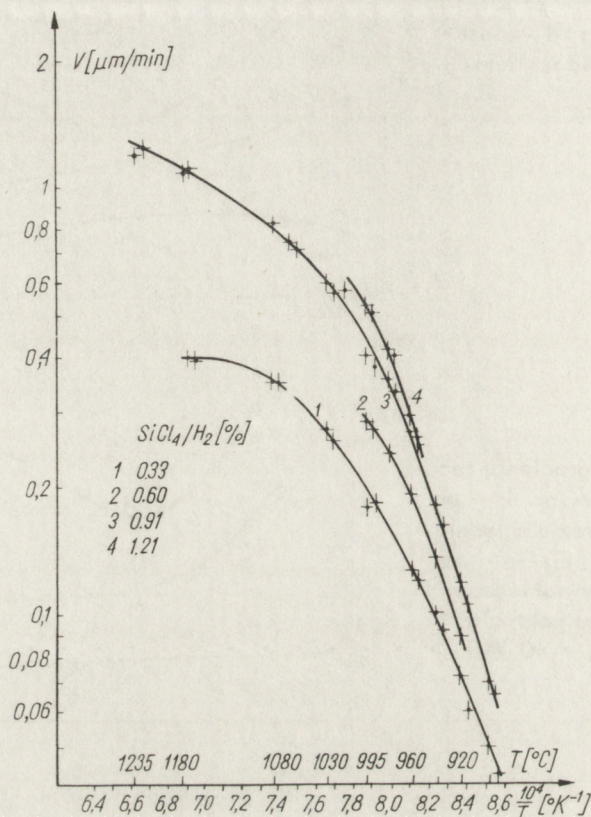


Rys. 4. Zależność gęstości dyslokacji od temperatury podłoża i stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$  w czasie drugiego pokrycia  $d_1 = \text{const} = 1 \mu\text{m}$ ,  $T_1 = \text{const} = 1180^\circ\text{C}$ .



Zależność szybkości wzrostu warstwy od temperatury, otrzymaną w wyniku przeprowadzonych pomiarów, przedstawiono na rysunku 5. Charakterystyczne jest, że pogorszeniu się jakości strukturalnej warstwy, przy obniżeniu temperatury jej wzrostu, towarzyszy osłabienie zależności szybkości wzrostu od stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$ . Spowodowane jest to ograniczaniem szybkości wzrostu przez zjawiska powierzchniowe, a nie procesy dyfuzyjne reagentów, jak ma to miejsce w wyższych temperaturach.

W badanym zakresie nie znaleziono zależności gradientu rezystywności od stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$  w czasie drugiego etapu wzrostu. Zależność od temperatury podłoża w czasie drugiego etapu wzrostu wykazuje słabą tendencję spadkową /przy wzroście temperatury/.



Rys. 5. Zależność szybkości wzrostu warstwy od temperatury podłoża i stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$  w czasie drugiego pokrycia / $d_1 = \text{const} = 1 \mu\text{m}$ ,  $T_1 = \text{const} = 1180^\circ\text{C}$ /.

#### KRYTERIA WYBORU PARAMETRÓW TECHNOLOGICZNYCH PROCESU DWUTEMPERATUROWEGO

Opisane doświadczenia pozwoliły przyjąć następujące kryteria wyboru parametrów technologicznych:

- Grubość warstwy otrzymanej w pierwszym etapie wzrostu powinna być wybrana kompromisowo z uwzględnieniem wartości gradientu rezystywności  $G_0$  oraz współczynnika  $\Delta G/G_0$  - maksymalna wartość  $G_0$  przy możliwie małym  $\Delta G/G_0$ .
- Temperatura podłoża w czasie pierwszego etapu wzrostu powinna być określona w sposób analogiczny.
- Temperatura podłoża w czasie drugiego etapu wzrostu powinna być na tyle wysoka, aby zapewnić dobrą jakość strukturalną warstwy.

d. Ze względu na czas trwania procesu szybkość wzrostu powinna być zbliżona do uzyskiwanej w standardowych procesach  $/0,8 - 1 \mu\text{m}/\text{min}/$ .

## PORÓWNAWCZY PROCES EPITAKSJI

Biorąc pod uwagę powyższe kryteria ustalono parametry technologiczne procesu dwutemperaturowego i wykonano próbną warstwę epitaksjalną. Dla porównania wykonano warstwę o tej samej grubości i średniej rezystywności według standardowych parametrów procesu jednotemperaturowego. Zmierzono profile rezystywności w obu warstwach. Następnie obie płytki zostały wygrzane przez 60 minut w temperaturze  $1200^{\circ}\text{C}$ . Obliczono ponownie gradienty rezystywności oraz współczynniki  $\Delta G/Go$ . Otrzymało następujące wyniki:

|                           | $Go[\text{dB}/\mu\text{m}]$ | $Gw[\text{dB}/\mu\text{m}]$ | $\Delta G/Go$ |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------|
| Proces jednotemperaturowy | 40.9                        | 18.7                        | 0.544         |
| Proces dwutemperaturowy   | 52.6                        | 30.8                        | 0.415         |

Zmierzone profile rezystywności, zarówno przed jak i po wygrzaniu płytek, przedstawiono na rysunku 6.

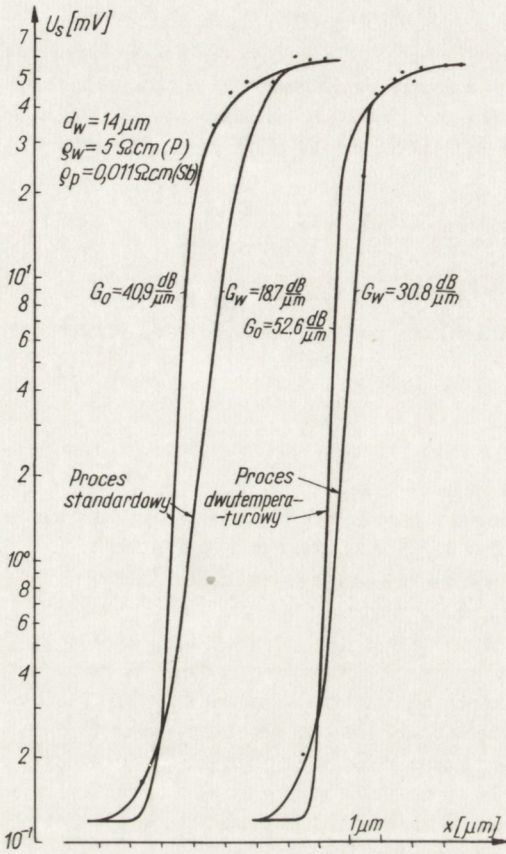
## WNIOSKI

Wyniki pomiarów warstw wykonanych w procesach porównawczych wskazują na przewagę dwustopniowego nakładania warstw epitaksjalnych nad standardową metodą jednotemperaturową. Przeprowadzone badania nie objęły pełnej korelacji między wszystkimi czynnikami technologicznymi procesu dwutemperaturowego. Na przykład nie sprawdzono, czy zmiana temperatury podłoża w czasie pierwszego etapu wzrostu nie spowoduje przesunięcia optymalnej wartości grubości warstwy nakładanej w tym etapie. Pomimo tego uzyskano znaczne polepszenie parametrów warstwy epitaksjalnej - wzrost  $Go$  o  $12 \text{ dB}/\mu\text{m}$  przy jednoczesnym obniżeniu o około 20% współczynnika  $G/Go$ . Wydaje się, że drogą precyzyjnego dobrania parametrów technologicznych pierwszego etapu wzrostu można uzyskać dalsze polepszenie parametrów warstwy. Wybór parametrów technologicznych drugiego etapu wzrostu podyktowany został perfekcją strukturalną otrzymywanej warstwy oraz charakterem przebiegu profili rezystywności w głąb warstwy. Wydaje się, że podstawowym kryterium prowadzenia procesu dla danej temperatury podłoża jest dobranie stężenia  $\text{SiCl}_4$  w  $\text{H}_2$ , co prowadzi do silnego obniżenia szybkości wzrostu warstwy, a w konsekwencji - do znacznego wydłużenia procesu nakładania warstwy o żądanej grubości.

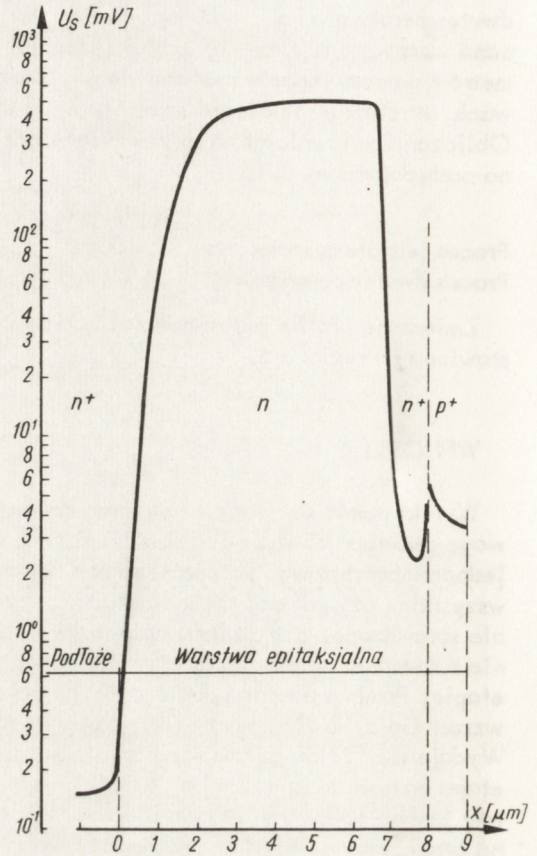
Oczekuje się, że opisana metoda dwustopniowego wzrostu umożliwi:

1. Opanowanie technologii nakładania cienkich warstw epitaksjalnych o grubości efektywnej /określonej przez profil rezystywności/ około  $1 \mu\text{m}$  przy zachowaniu gradientu rezystywności  $Go$  większego niż  $40 \text{ dB}/\mu\text{m}$ . W tym przypadku możliwe będzie, ze względu na małą grubość warstwy, stosowanie małej szybkości wzrostu, a więc szczególnie niskich temperatur podłoża.
2. Wykonywanie gotowych struktur przyrządów półprzewodnikowych w jednym procesie epitaksji. Istotne jest, że metodą tą można wykonywać złożone struktury o dużych gradientach rezystywności w obszarach międzywarstwowych bez potrzeby kolejnego

przekompensowywania materiału. W stosunku do techniki dyfuzyjnej metoda ta pozwoli również na skrócenie czasu wytwarzania gotowego przyrządu. Przykładem może być wykonana struktura diody o szybkozmiennej pojemności typu  $p^+n^+n^+$ . Otrzymany profil rezystywności przedstawiono na rysunku 7.



Rys. 6. Porównanie profili rezystywności przed i po wygrzaniu warstw otrzymanych metodą jedno- i dwutemperaturową /proces jednotemperaturowy  $T=1180^\circ\text{C}$ ,  $d=14 \mu\text{m}$ ,  $v=0,8 \mu\text{m}/\text{min}$ . proces dwutemperaturowy  $T_1=1180^\circ\text{C}$ ,  $d_1=0,65 \mu\text{m}$ ,  $v_1=0,248 \mu\text{m}/\text{min}$   $T_2=1080^\circ\text{C}$ ,  $d_2=14 \mu\text{m}$ ,  $v_2=0,8 \mu\text{m}/\text{min}$ .



Rys. 7. Struktura diody pojemnościowej otrzymana za pomocą dwutemperaturowej metody nakładania warstwy epitaksjalnej / $T_2=1080^\circ\text{C}$ /.

3. Opanowanie technologii nakładania warstw epitaksjalnych o dużym gradiencie rezystywności w obszarze podłoże-warstwa, w przypadku stosowania podłoży domieszkowanych łatwo sublimującymi pierwiastkami /P, B, As/.

Autorzy pragną podziękować mgr Barbarze Surmie /Zakład Badań Materiałów Półprzewodnikowych ONPMP/ za wykonanie pracochłonnych pomiarów profili rezystywności oraz docentowi H.Ziencikowi /Zakład Badań Strukturalnych WAT/ za pomoc w badaniach struktury warstw epitaksjalnych.

#### LITERATURA

1. Langer P.H. i in.: J.Electrochem. Soc. 121, 563-57, 1974
2. "Vapour Growth and Epitaxy" - Proc. II Int.Conf.Jeruzalem /Izrael/, North-Holland Publ.Co., Amsterdam, 241-248, May 1972
3. Александров Л.Н.: Проблемы эпитаксии полупроводниковых плёнок, изд. Наука, Новосибирск, 58-106, 1972
4. Nakanuma S.: IEEE Trans.Electron.Dev., ed.-13, 7, 578-589, 1968
5. Gupta D.C. i in.: J.Electrochem. Soc. 116, 1561-1565, 1969
6. Mazur R.G. i in.: J.Electrochem. Soc. 113, 255-259, 1966
7. Morris B.L.: J.Electrochem. Soc. 121, 422-426, 1974
8. Ziencik H.: Rentgenograficzna zmodyfikowana metoda obracanego kryształu do badań struktury krystalograficznej cienkich warstw. Dodatek do Biuletynu nr 2: /246/, WAT, Warszawa 1973