

# **Badanie jednorodności oporności krzemowych warstw epitaksjalnych**

## **1. WSTĘP**

Krzemowe warstwy epitaksjalne są obecnie podstawowym materiałem stosowanym do wyrobu przyrządów półprzewodnikowych. Kontrola procesu technologicznego tych warstw opiera się w zasadzie na pomiarach:

- a/ oporności właściwej warstwy,
- b/ grubości warstwy,
- c/ detektów strukturalnych.

Wymienione wyżej parametry nie określają jednoznacznie przydatności materiału do wytwarzania przyrządów mikroelektronicznych: od materiału takiego wymagana jest duża jednorodność oporności właściwej, zarówno na powierzchni, jak i w głąb warstwy epitaksjalnej. W procesie wzrostu krzemowych warstw epitaksjalnych z fazy gazowej zachodzą różne zjawiska, które mogą prowadzić do niejednorodności oporności właściwej.

Należą do nich:

- 1/ zjawisko samodomieszkowania, polegające na tym, że atomy domieszki wyparowują z podłoża, a następnie odkładają się w warstwie epitaksjalnej;
- 2/ niejednorodne domieszkowanie z fazy gazowej w procesie narastania warstwy;
- 3/ dyfuzja domieszek z podłoża do warstwy.

Dla ustalenia i kontroli procesu epitaksji celowe są badania rozkładu oporności właściwej w warstwach epitaksjalnych. Badania tego typu mają również duże znaczenie dla ustalenia zmian zachodzących w warstwach epitaksjalnych w czasie obróbek termicznych podczas wytwarzania przyrządów.

Prace badawcze prowadzono głównie z punktu widzenia poznania rozkładu oporności zarówno na powierzchni, jak i w głąb warstw oraz ustalenia metod pomiarowych umożliwiających kontrolę wytwarzanych warstw. Badania polegały na pomiarze rozptyłu oporu oraz na analizie zjawiska fotowoltaicznego w niejednorodnym materiale. Biorąc pod uwagę zjawisko fotowoltaiczne J. Swiderski z Instytutu Technologii Elektronowej opracował metodę pomiaru oporności właściwej warstw epitaksjalnych. Metoda ta wymaga bardzo czułej aparatury, skomplikowana jest przy tym interpretacja wyników.

Metoda rozptyłu oporu jest w praktyce łatwiejsza, łatwo też może zostać zautomatyzowana.

W pracach [6-13] przedstawiono możliwości niektórych eksperymentalnych metod badania rozkładu oporności właściwej warstw epitaksjalnych oraz zakresy ich stosowania. Umożliwiają one określenie rozkładu oporności właściwej warstw epitaksjalnych metodami pośrednimi poprzez badania pojemności na złączu Schottky'ego, falowego oporu w falowodzie z badaną próbką i zmian pól magnetycznych w różnych ośrodkach.

## 2. POMIAR OPORNOŚCI METODĄ ROZPTYŁU OPORU

Pomiar oporności materiału półprzewodnikowego metodą rozptyłu oporu związany jest z pomiarem oporu kontaktu  $R_s$ , jaki tworzy przewodząca półsfera wciśnięta w jednorodny półnieskończony płaski obszar o oporności  $\mathcal{S}$ . Dla takiej konfiguracji kontaktów, przy założeniu, że powierzchnią styku jest kulisty dysk o promieniu  $a$ , opór kontaktu wyraża się wzorem

$$R_s = \frac{\mathcal{S}}{4a}, \quad (1)$$

gdzie:

- $a$  - promień dysku,
- $\mathcal{S}$  - oporność materiału półprzewodnikowego,
- $R_s$  - opór rozptyłu.

W rzeczywistości, na skutek występowania wielu dodatkowych efektów towarzyszących takiemu pomiarowi oraz trudności w określaniu powierzchni styku metalu z półprzewodnikiem, niemożliwe jest wyliczenie bezpośrednio z tego wzoru. W praktyce wartość tę można wyznaczyć po uprzednim sporządzeniu krzywej kalibracji, poprzez wykonanie serii pomiarów na materiale jednorodnym o znanej oporności. Zastosowanie tej metody do pomiaru rozkładu oporności w głębi warstw epitaksjalnych możliwe jest dzięki temu, że rzeczywista powierzchnia styku składa się z wielu mikrokontaktów, z których największe mają średnicę 1  $\mu\text{m}$ . Dla opisanej powyżej konfiguracji kontaktów, spadek potencjału wystąpi głównie na głębokości 2-3 promieni mikrokontaktów. W takiej sytuacji obarczone błędem będą pomiary w obszarze warstwy przejściowej warstwa-podłoża [1]. W przypadku pomiaru cienkich warstw konieczne jest uwzględnienie czynników korekcyjnych, i wówczas wzór 1 przybiera postać 2:

$$R_s = \frac{\mathcal{S}}{4a} F \left[ \frac{t}{a}; \frac{\mathcal{S}_1}{\mathcal{S}_2} \right], \quad (2)$$

gdzie:

- $t$  - grubość warstwy,
- $F \left[ \frac{t}{a}; \frac{\mathcal{S}_1}{\mathcal{S}_2} \right]$  - funkcja parametru  $\left( \frac{t}{a} \right)$  i  $\left( \frac{\mathcal{S}_1}{\mathcal{S}_2} \right)$ ,
- $\mathcal{S}_1$  - oporność warstwy,
- $\mathcal{S}_2$  - oporność podłoża.

Dokładna analiza [4, 5] wykazała, że w przypadku izolującego podłoża  $\frac{\mathcal{S}_1}{\mathcal{S}_2} \rightarrow \infty$ , funkcja  $F \left[ \frac{t}{a}; \frac{\mathcal{S}_1}{\mathcal{S}_2} \right]$  jest większa od jedności i rośnie gwałtownie przy stosunku  $\frac{t}{a} \leq 5$ .

W przypadku warstw typu  $n/n^+$  lub  $p/p^+$ , wartość funkcji  $F\left[\frac{t}{a}; \frac{S_1}{S_2}\right]$  jest mniejsza od jedności prawie w całym mierzonym obszarze. Zmierzone wartości  $J$  w przybliżeniu odzwierciedlają więc faktyczny profil, który ze względu na to, że  $F\left[\frac{t}{a}; \frac{S_1}{S_2}\right] \leq 1$ , jest w rzeczywistości zawsze "ostrzejszy" niż to wynika z pomiarów, w których nie uwzględniono czynnika poprawkowego.

### 3. BADANIE NIEJEDNORODNOŚCI OPORNOŚCI METODĄ POMIARU WEWNĘTRZNEGO EFEKTU FOTOWOLTAICZNEGO

Metoda ta wynika z powstawania napięcia na granicach obszaru oświetlonego, w którym występuje gradient koncentracji domieszek. Teoria tego zjawiska opracowana została przez Tauca [2] oraz Łaszkoniewa i Romanowa [3] dla różnych geometrii obszaru oświetlonego w badanym materiale. Wynika z niej, że mierzone napięcie  $U_{fv}$  jest jednoznaczną funkcją wartości  $\frac{dx}{ax}$  w oświetlonym obszarze. Powyższa zależność jest oczywiście słuszna przy wprowadzeniu wielu dodatkowych założeń, a między innymi przy założeniu, że w badanym materiale nie ulegają zmianie droga dyfuzji i ruchliwość nośników, oraz że badany materiał jest jednorodny w głąb. Do badania gradientu oporności warstw epitaksjalnych użyto światła o długości fali, dla której współczynnik absorpcji jest rzędu  $10^4 \text{ cm}^{-1}$ , czyli głębokość wnikania jest  $\leq 1 \mu\text{m}$ . Pomiar bezwzględnych zmian oporności może być określony po przecechowaniu układu pomiarowego stosując próbki o znanym gradiencie oporności.

### 4. APARATURA I PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Pomiarów efektu fotowoltaicznego dokonywano przy użyciu światła białego, bądź światła monochromatycznego w długości fali około  $0,55 \mu\text{m}$ . Średnica  $d$  plamki świetlnej była zmieniana w granicach  $1-0,05 \mu\text{m}$ , w zależności od wielkości mierzzonego efektu. Napięcie fotowoltaiczne mierzono za pomocą woltomierza selektywnego z detekcją fazową o czułości  $0,1 \mu\text{V}$  /przy pełnym wychyleniu skali/.

Pomiaru napięcia rozptywu dokonano przy użyciu sond z węgliku wolframu, zaostzonych pod kątem  $25^\circ$ . Ślady mikrokontaktów miały średnicę  $d=1 \mu\text{m}$ , a promień całego śladu po sondzie wynosił od 4 do  $6 \mu\text{m}$ . w zależności od wielkości stosowanego nacisku, który zmieniał się w granicach 25–50 g. Pomiarów dokonywano przy zastosowaniu układu stałoprądowego, przy jednoczesnym zabezpieczeniu, by spadek napięcia między sondami napięciowymi nie przekroczył 10 mV, eliminując tym samym pojawienie się efektów termicznych.

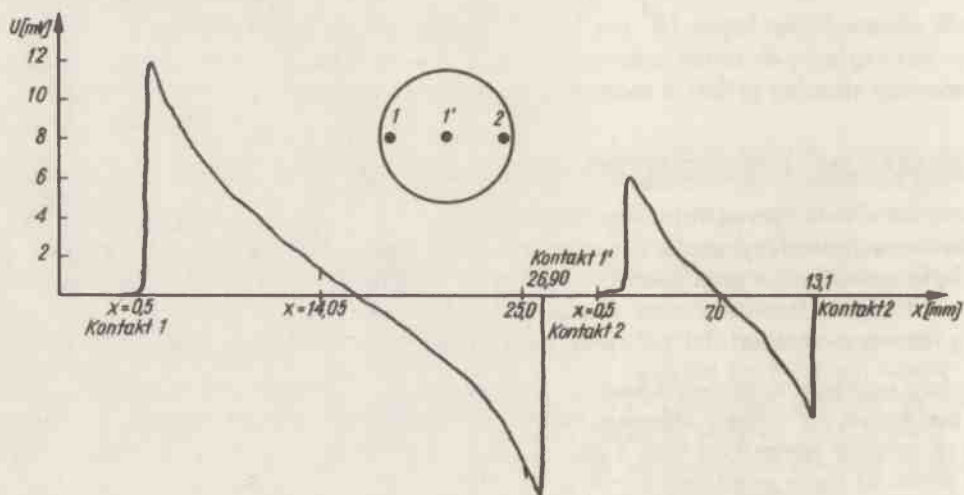
Pomiary rozkładu oporności w głąb warstw epitaksjalnych przeprowadzono na szlifach skośnych wykonanych pod kątem  $1^\circ 30'$  przy użyciu pasty diamentowej o gradacji  $1 \mu\text{m}$  i proszku alundowego o gradacji  $0,3 \mu\text{m}$ .

### 5. BADANIE NIEJEDNORODNOŚCI OPORNOŚCI NA POWIERZCHNI WARSTW EPITAKSJALNYCH

Badanie rozkładu oporności oraz gradientu oporności na powierzchni warstw epitaksjalnych przeprowadzono stosując metodę rozptywu oporu i metodę wykorzystującą zjawisko wewnętrznego efektu fotowoltaicznego.

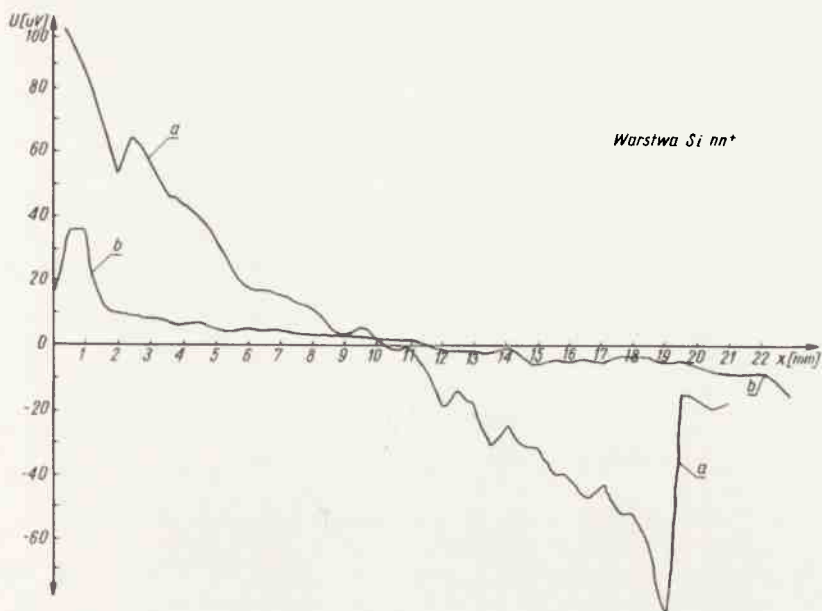
Warstwy epitaksjalne osadzone na podłożu typu p wykazywały bardzo duży /rzędu 10-100 mV/ efekt fotowoltaiczny. Amplituda fotonapięcia zmieniała znak w pobliżu środka płytki. Obserwowane zjawisko mogło być sumą dwóch efektów: objętościowego zjawiska fotowoltaicznego związanego z gradientem koncentracji nośników oraz podłużnego zjawiska fotowoltaicznego.

Badania przeprowadzone na warstwie osadzonej w tym samym procesie epitaksji, ale na podłożu  $n^+$  /tzn. w przypadku, gdy nie występuje podłużny efekt fotowoltaiczny/ wykazały, że wartość efektu zmniejszyła się  $10^3$  razy. Świadczy to o tym, że w przypadku warstw n/p mierzymy głównie podłużny efekt fotowoltaiczny, który nie jest funkcją gradientu oporności, a jego przebieg jest taki sam, bez względu na geometrię kontaktów /rys. 1/. Ponieważ w tych badaniach źródłem światła było światło monochromatyczne o długości fali  $\lambda = 0,55 \mu\text{m}$ , dla którego głębokość wnikania w mierzoną warstwę była rzędu 1-2  $\mu\text{m}$ , otrzymane wyniki świadczą o tym, że długość drogi dyfuzyjnej nośników generowanych pod wpływem światła w pobliżu powierzchni warstwy jest, jak zwykle, większa od grubości warstwy epitaksjalnej. Zależność ta jest prawdziwa dla większości standardowych warstw epitaksjalnych, dlatego metody tej nie można stosować do badania gradientu oporności w warstwach osadzonych na podłożu przeciwnego typu.

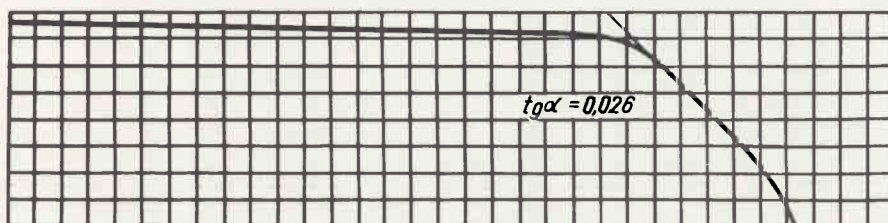


Rys. 1. Rozkład efektu fotowoltaicznego  
a/ przy konfiguracji kontaktów 1-2, b/ przy konfiguracji kontaktów 1'-2

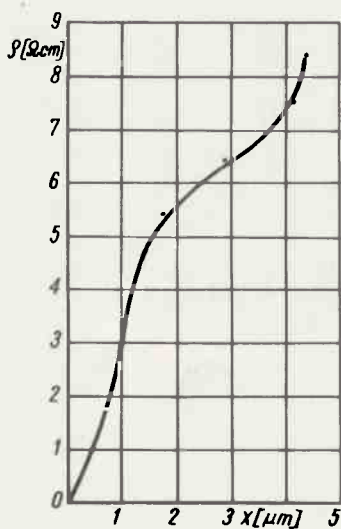
Pomiary rozkładu gradientu oporności na powierzchni warstw epitaksjalnych typu  $n/n^+$  wykonano przy użyciu takiej samej techniki pomiarowej, ale przy stosowaniu światła białego. Wartość mierzonego w tym przypadku napięcia fotowoltaicznego była rzędu setnych części mikrowolta. Na rysunku 2 przedstawiono jeden z takich przebiegów. Ponieważ głębokość wnikania fotonów w tym przypadku jest znacznie większa, mierzone napięcie jest wartością sumaryczną z całej głębokości warstwy.



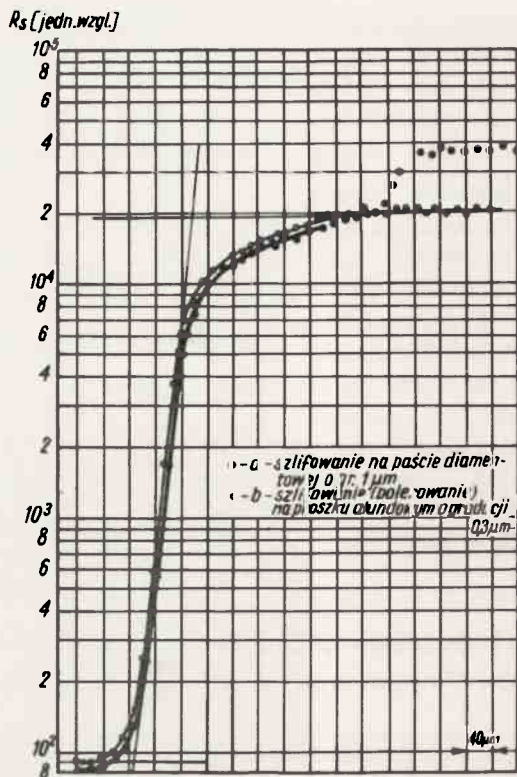
Rys. 2. Rozkład efektu fotowoltaicznego wzdłuż średnicy płytki zmierzony w dwóch prostopadłych kierunkach na warstwie n/n<sup>+</sup> przy użyciu światła białego



Rys. 8. Profil skośnego szlif



Rys. 10. Zależność rozkładu oporności właściwej od jakości szlif przy pomiarach metodą fotowoltaiczną



Rys. 9. Zależność rozkładu oporu rozptyłu od jakości szlif skośnego  
 a/ szlif przygotowany na paście diamentowej o gradacji ziarna 1 μm, b/ szlif przygo-  
 towany na paście diamentowej o gradacji ziarna 0,3 μm



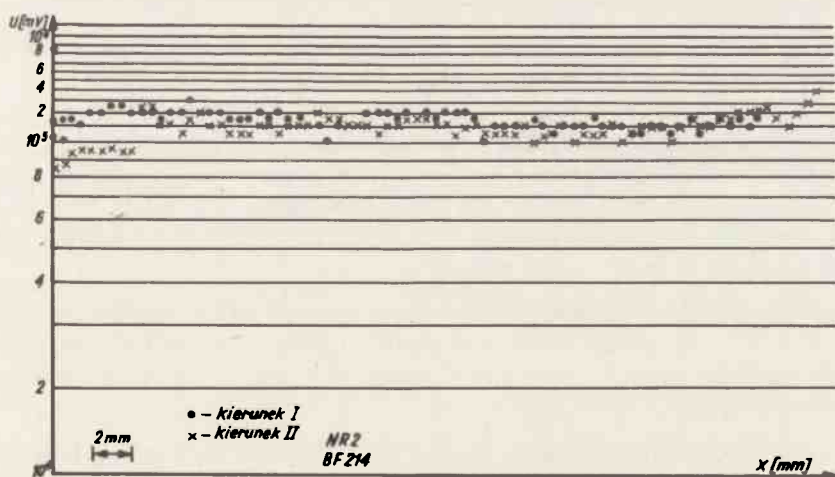
Rys. 11. Półautomatyczne stanowisko do pomiaru szerokości warstwy rozmytej metodą  
 rozptyłu oporu

Przeprowadzone na materiale podłożowym badanie efektu fotowoltaicznego, mające na celu sprawdzenie jaki procent mierzonego efektu pochodzi z podłoża, wykazało, że wartość napięcia fotowoltaicznego w materiale podłożowym kształtowała się poniżej czułości metody. Mierzony efekt pochodzi głównie z obszaru przejściowego warstwa-podłoże. Ponieważ w materiale podłożowym istnieje pewien gradient oporności wzdłuż średnicy, w obszarze przejściowym warstwa-podłoże będzie występować pewna składowa gradientu oporności w kierunku przesuwania się plamki świetlnej, dając tym samym składową mierzonego napięcia fotowoltaicznego. Wartość efektu fotowoltaicznego przy użyciu światła monochromatycznego o długości fali  $\lambda = 0,55 \mu\text{m}$  była poniżej czułości stosowanej aparatury, nie udało się więc stwierdzić tą metodą w jakim stopniu mierzony efekt pochodził tylko z obszaru przejściowego warstwa-podłoże.

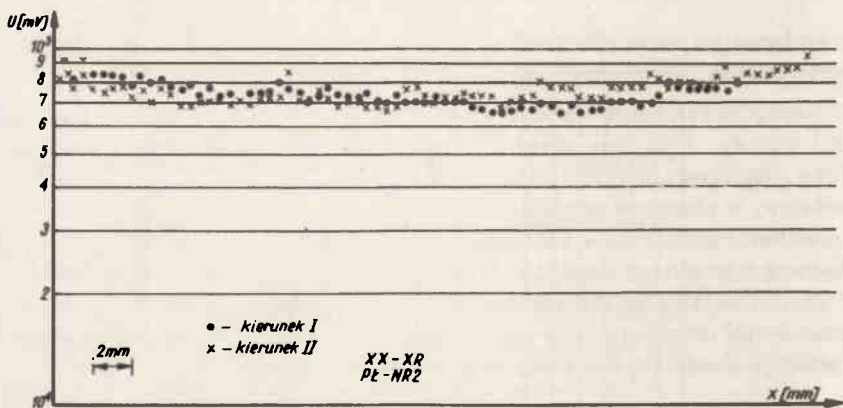
Pomiary rozkładu oporności wykonane metodą rozptywu oporu wykazują, że w obszarze przypowierzchniowym warstwy są raczej jednorodne, chociaż obserwuje się pewne zmiany oporności w obszarach brzegowych płytki. Rysunki 3 i 4 ilustrują przebiegi oporności produkowanych w ONPMP typowych warstw typu  $n/n^+$  i  $p/p^+$ .

Z przeprowadzonych badań wynika również, że metoda fotowoltaiczna nie może być stosowana do pomiaru rozkładu gradientu oporności w warstwach osadzonych na podłożach przeciwnego typu. Zastosowanie jej do pomiarów rozkładu gradientu oporności na powierzchni warstw typu  $n/n^+$  lub  $p/p^+$  jest możliwe, aczkolwiek wymaga bardzo czułej aparatury, mającej źródło światła monochromatycznego o odpowiednio dużym natężeniu i umożliwiającą pomiar napięcia rzędu  $10^{-8}$  V.

Jako źródło światła można stosować dla krzemu laser He-Ne, emitujący promieniowanie o długości  $0,6328 \mu\text{m}$ , którego głębokość wnikania fotonów wynosi około  $2 \mu\text{m}$ . Zaletą tej metody jest jej nieniszczący charakter, wadą natomiast - konieczność kalibracji oraz występowanie efektu fotowoltaicznego na kontakcie metal-półprzewodnik. Z pomiarów należy wyeliminować obszar leżący w odległości mniejszej od długości drogi dyfuzyjnej nośników mniejszościowych do kontaktu. Metoda rozptywu oporu jest metodą niszczącą i może być użyta tylko do weryfikacyjnej kontroli warstw.



Rys. 3. Rozkład oporności właściwej na warstwie  $n/n^+$  wykonany metodą rozptywu oporu w dwóch prostokątnych kierunkach



Rys. 4. Rozkład oporności właściwej na warstwie p/p<sup>+</sup> wykonany metodą rozptywu oporu w dwóch prostopadłych kierunkach

## 6. POMIAR ROZKŁADU OPORNOŚCI W GŁĘB WARSTW EPITAKSYJALNYCH

Pomiary rozkładu oporności w głąb warstw epitaksjalnych wykonano głównie metodą rozptywu, a wyniki porównano z wynikami uzyskanymi metodą fotowoltaiczną i metodą C-V. Wyniki te porównano również z wynikami pomiarów przeprowadzonych na tych samych warstwach w CSRS i w Wielkiej Brytanii w firmie Ferranti /metodą rozptywu oporu/.

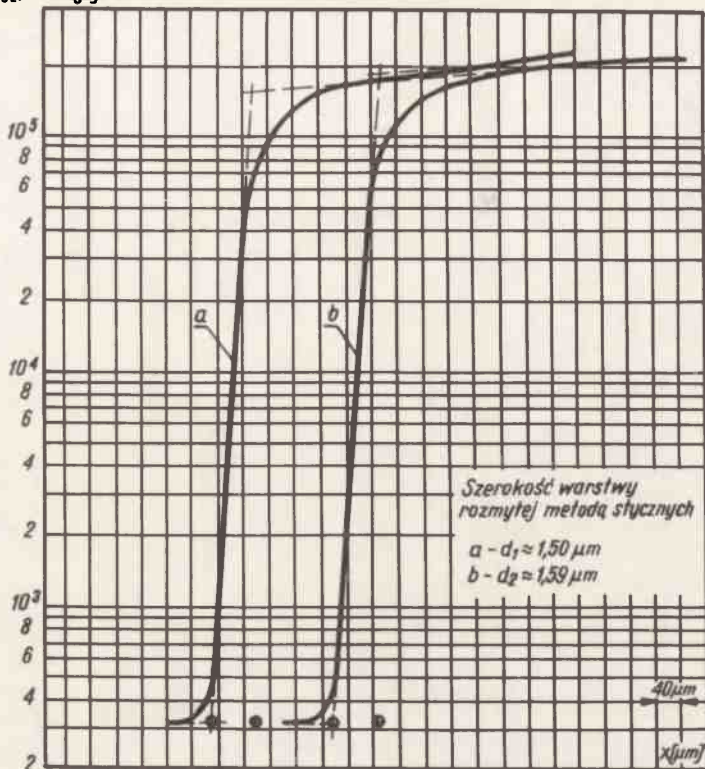
Na rysunku 5 przedstawiono rozkład napięcia rozptywu w głąb jednej ze standardowych warstw epitaksjalnych. Ponieważ metoda ta jest metodą niszczącą powtarzalność wyników, można je sprawdzić wykonując pomiary na dwóch blisko siebie leżących ścieżkach pomiarowych, tak jak to pokazano na rys. 5. Odległość między ścieżkami wynosiła 20  $\mu\text{m}$ .

Szerokość warstwy rozmytej określona jest jako odległość między punktami przecięcia się stycznej do krzywej, w obszarze maksymalnego gradientu oporności, ze styczną wyznaczającą wartość napięcia rozptywu na podłożu i przy powierzchni warstwy /rys. 6/. Parametr ten może charakteryzować jakość warstwy w przypadku, gdy rozkład oporności w warstwie jest taki, jak na rys. 7. W przypadku gdy obszar narastania oporności w warstwie uzyskuje wartość żądaną i można go podzielić na dwa obszary: "szybkiego" i "powolnego" wzrostu oporności, parametr ten nie będzie wielkością charakteryzującą w pełni jakość warstwy.

Przy określaniu szerokości warstwy rozmytej dużą uwagę należy zwrócić na dokładne określenie kąta szlif, który w decydujący sposób wpływa na wynik końcowy. Na rysunku 8 przedstawiono profil, z którego wystarczająco dokładnie można określić kąt szlif w każdym punkcie.

Wszystkie przytoczone tutaj rozkłady oporności, wykonane metodą rozptywu oporu, mają na osi rzędnych wykresów odłożoną oporu rozptywu  $R_p$ , który jest proporcjonalny do mierzonej oporności właściwej  $\rho$ .





Rys. 5. Rozkład napięcia rozptywu na szlifie z warstwą epitaksjalną

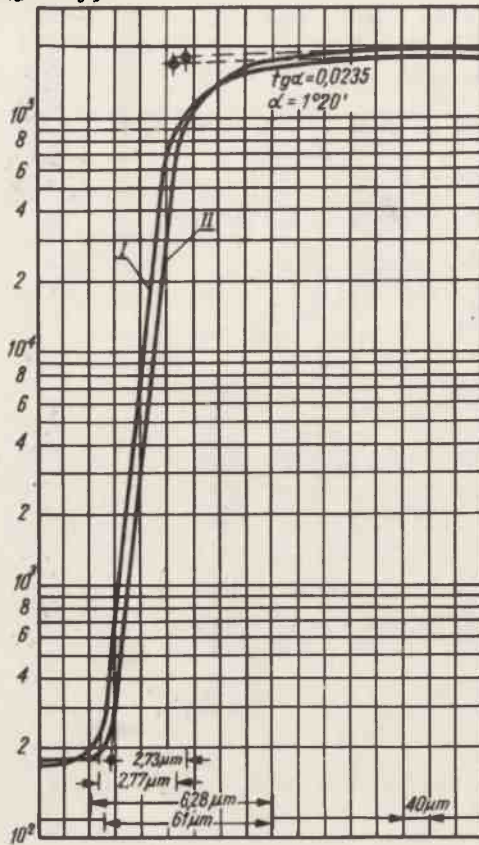
Dla wyznaczenia bezwzględnych wartości należałoby sporządzić krzywą kalibracji  $R_s = f(\xi)$ .

Należy zaznaczyć, że nieodpowiednia obróbka szlifu prowadzi do wyników, które można błędnie zinterpretować. Wtedy, szczególnie w pobliżu krawędzi powierzchni szlifu z powierzchnią warstwy, może pojawić się obszar zbyt mocno zdeformowany, w wyniku czego może wystąpić przebieg taki, jaki przedstawił na rys. 9 /krzywa a/. Odpowiednia obróbka tego szlifu prowadzi do uzyskania poprawnego wyniku /rys. 9, krzywa b/. Błędna interpretacja, wynikająca ze złej obróbki szlifu, może zaistnieć szczególnie przy pomiarach metodą fotowoltaiczną, która jest bardzo czuła na zmiany szybkości rekombinacji powierzchniowej. W większości pomiarów wykonanych tą metodą obserwowany jest "pozorny" wzrost oporności w pobliżu powierzchni warstwy /rys. 10/. W tych przypadkach należy stosować metody kompensujące wpływ stanu powierzchni /np. odpowiednie utlenianie, pomiar odbicia itp/.

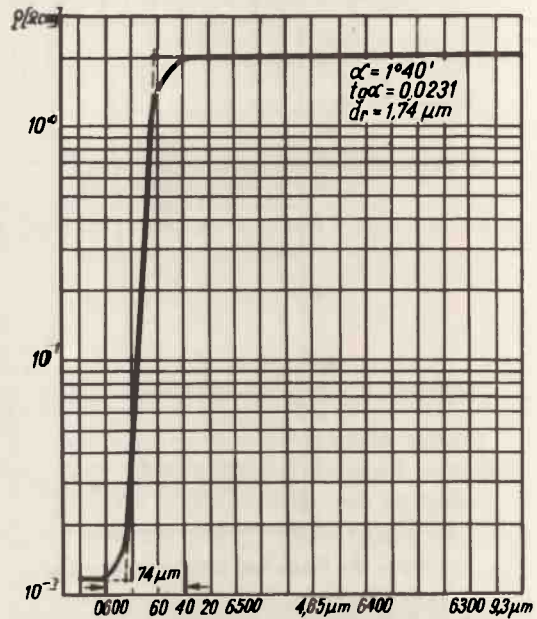
Dla określenia bezwzględnej wartości oporności zarówno metodą rozptywu oporu, jak i metodą fotowoltaiczną, konieczna jest krzywa kalibracji. W przypadku stosowania metody rozptywu oporu, krzywą kalibracji sporządza się na jednorodnych warstwach krzemowych osadzonych na podłożach przeciwnego typu, po uprzednim pomiarze oporności właściwej wykonanym metodą czteropunktową. Dla metody fotowoltaicznej - na warstwach ze szlifem o znanym gradiencie oporności.

Należy zaznaczyć, że stosowanie metody fotowoltaicznej dla określenia szerokości warstwy rozmytej nastęrczą wiele trudności. Niezbędna jest wówczas bardzo czuła aparatura, a sama interpretacja wyników jest skomplikowana. Równocześnie jest to metoda bardzo pracochłonna i może być stosowana na niewielką skalę laboratoryjną.

$R_s$  [jedn. wzgl.]



Rys. 6. Szerokość warstwy rozmytej w warstwie epitaksjalnej



Rys. 7. Typowy rozkład oporności w głąb warstwy epitaksjalnej

Metoda rozptywu oporu jest znacznie mniej czuła i umożliwia względnie szybkie wykonanie pomiaru, a interpretacja wyników nie jest skomplikowana. Metodę tę można stosować do badania jakości warstw krzemowych na skalę produkcyjną.

Na podstawie przeprowadzonych w ONPMP badań, w Przemysłowym Instytucie Elektroniki opracowano konstrukcję i wykonano model półautomatu do badania szerokości warstwy rozmytej. Automatyczne sterowanie umożliwia zaprogramowanie od 1 do 1000 punktów pomiarowych. Podnoszenie i opadanie igły oraz przesuw stolika odbywa się automatycznie. Blok pomiarowy umożliwia rejestrowanie na pisaku X-Y oporu rozptywu w skali logarytmicznej. Skok punktu pomiarowego od 5 do  $25 \mu\text{m}$  - co  $5 \mu\text{m}$ , czas pomiaru jednego punktu - około 10 s. Ogólny wygląd stanowiska przedstawia rys. 11. Zakres mierzonego oporu wynosi  $1-10 \Omega$ . Stanowisko to umożliwia wyrzykową kontrolę warstw epitaksjalnych z bieżącej produkcji.

## Literatura

1. Grove A. S., Roder A., Sah C. T.: J. Appl. Phys. 36, 3, 802, 1965
2. Tauc J.: Ceskosl. J. Phys. 5, 178, 1955
3. Laskarev V. E., Romanov V. A.: Trudy Inst. Fiz. AN USSR 7, 50, 1955
4. Schumann P. A., Gardner E. E.: Solid-St. Electron. 12, 371, 1969
5. Bernard E.: J. Electrochem. Soc. 121, 3, 422, 1974
6. Bujko Ju. P.: PTE 5, 220, 1971
7. Bojcov Ju. P. Prochorov V. I.: ET 2, 1, 62, 1972
8. Ponomarev V. A.: ET 2, 3, 82, 1968
9. Bujko L. D. Femcer V. P.: ET 8, 4, 35, 1972
10. Bujko L. D.: PTE 4, 220, 1972
11. Lodbrohe P. H., Carrol J. E.: Int. J. Elektron 31, 2, 149, 1971
12. Ponomarev V. A.: ET 2, 3, 88, 1968
13. Gelder, Mand Nicolliau E.: J. Elektrochem. Soc. 118, 1, 138, 1971