

Лабораторная работа № 2
**Изучение операций контроля и видов брака процесса
формирования эпитаксиальных пленок кремния**

Цель работы: ознакомление с процессами получения эпитаксиальных пленок кремния, получение навыков определения основных видов и причин брака, а также контроля операции эпитаксии кремния.

Теоретические сведения

Эпитаксией (от греческого «эпи» – «на», «таксис» – «упорядочение») называется рост монокристалла одного состава на монокристалле отличного состава. В микроэлектронике часто эпитаксией называют ориентированный рост монокристаллической пленки на поверхности монокристалла, т.е. просто достраивание монокристаллической подложки. При этом составы подложки и пленки обычно отличаются (например, природой и количеством примесей), что делает правомочным использование термина «эпитаксия» для таких технологий.

В настоящее время технология создания эпитаксиальных структур активно развивается как в виде гомо- или автоэпитаксии (кремний на кремнии в производстве полупроводниковых интегральных схем), так и в виде гетероэпитаксии (кремний на диэлектрике (например, сапфире) в технологии полупроводниковых приборов и гибридных схем, а также микро- и наногетероструктуры в квантовой и оптической электронике (например, многослойные системы на основе соединений и твердых растворов класса $A^{III}B^V$)). Для получения эпитаксиальных структур используются газофазные методы (гидридно-хлоридная эпитаксия кремния), МОС (металлорганические соединения)-гидридная эпитаксия соединений $A^{III}B^V$, жидкофазные методы при кристаллизации пленок из насыщенных растворов-расплавов, а также вакуумные методы, использующие конденсацию атомно-молекулярных пучков в вакууме (молекулярно-лучевая эпитаксия).

В технологиях получения полупроводниковых приборов и интегральных схем формирование биполярных структур в эпитаксиальных слоях (а не в объеме подложки), позволило разрешить проблему создания некомпенсированных функциональных слоев (с заданным типом и уровнем проводимости) на определенной подложке при одновременной изоляции функциональной структуры р-п-переходом. Определенное сочетание удельного сопротивления и типа проводимости кремниевой подложки и эпитаксиальной пленки позволило разрешить проблему сочетания высокого напряжения пробоя коллекторного перехода, хороших частотных свойств и малой рассеиваемой мощности в транзисторе. В результате выход годных приборов и схем увеличился в несколько раз и приблизился к 98%. Эпитаксиальные структуры благодаря их чистоте (отсутствие углерода и кислорода), совершенству, гибко регулируемому составу используются также и при создании интегральных схем на МОП и КМОП-структурах.

Наибольшее промышленное значение имеет процесс эпитаксиального наращивания кремния (чаще легированного в соответствии с заданными

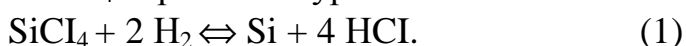
требованиями) на кремниевые пластины. При этом толщина пленок составляет 0,2÷10 мкм (максимально до 100-200, когда возможно прирастание подложки к подложкодержателю), удельное сопротивление – 0,01÷10 Ом·см, что соответствует концентрации активной примеси $10^{14} \div 10^{17}$ см⁻³. Марка эпитаксиальной структуры обозначается в виде дроби, например (в технологии интегральных схем) :

$$100 \frac{7KЭФ0,3 / 2,5KЭС30}{200KДБ10(111)},$$

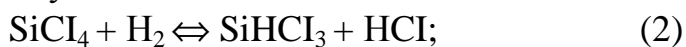
что обозначает *эпитаксиальный кремниевый слой* электронного типа толщиной 7 мкм с удельным объемным сопротивлением 0,3 Ом·см (легирован фосфором) на *кремниевой пластине*, ориентированной по плоскости (111), толщиной 200 мкм диаметром 100 мм с сопротивлением 10 Ом·см, а также *скрытый слой* толщиной 2,5 мкм с поверхностным удельным сопротивлением 30 Ом/ .

В производственной практике самое широкое распространение получили методы эпитаксии кремния из газовой фазы, которые чаще осуществляются в вертикальных реакторах. В качестве источника кремния в таких гидридно-хлоридных методах можно использовать 4 соединения (таблица 1): тетрахлорид кремния, трихлорсилан, дихлорсилан и силан, а в качестве источника примеси – гидриды соответствующих элементов (фосфин, арсин, диборан и др.)

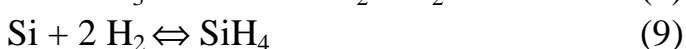
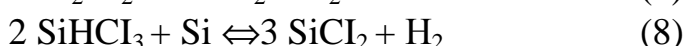
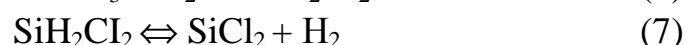
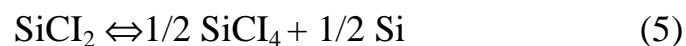
В основе получения кремния лежат реакции восстановления кремнийсодержащих соединений или разложения гидрида. Наиболее распространенным остается процесс восстановления тетрахлорида кремния. В этом случае паро-газовая смесь образуется при пропускании водорода через испаритель с SiCl₄, где поддерживается температура, необходимая для обеспечения заданного парциального давления тетрахлорида в смеси. Суммарный процесс восстановления SiCl₄ отражается уравнением:



В реакторе возможно протекание следующих стадий:



а также побочных процессов:



Технологические параметры эпитаксиального получения кремния

Источник кремния	Диапазон скорости роста, мкм/мин	Диапазон температуры, °С	Энергия активации, эВ
SiCl ₄	0,4–1,5	1150–1250	1,6–1,7
SiHCl ₃	0,4–2	1100–1200	0,8–1
SiH ₂ Cl ₂	0,4–3	1050–1150	0,3–0,6
SiH ₄	0,2–0,3	950–1050	

Вероятность такого большого числа взаимодействий в системе SiCl₄ + H₂ обусловлена тем, что по направлению движения газового потока реагентов концентрация SiCl₄ уменьшается, а концентрация промежуточных продуктов восстановления SiCl₄ (SiHCl₃, SiH₂Cl₂) и HCl увеличивается.

При разработке технологии получения пленок заданного состава и степени совершенства структуры с однородным распределением толщины по площади поверхности подложки необходимо осуществить выбор по следующим факторам:

- состав газовой смеси (источник кремния и примесей);
- температура;
- газодинамические условия роста;
- природа (состав, дефектность) и состояние поверхности подложки;
- скорость осаждения пленки и др.

В **состав газовой смеси** хлоридного метода выращивания кремния входит кремнийсодержащий компонент (SiCl₄), газ-восстановитель (H₂), который одновременно выполняет функцию газа-носителя, и источник активной примеси (PCl₃, H₂B₆, AsH₃ и др.)

Характеризуя природу источника кремния, отметим, что хлоридные методы менее критичны к состоянию поверхности и содержанию окислителей в атмосфере реактора в сравнении с силановым методом. При этом использование дихлорсилана позволяет достичь более высоких скоростей роста пленки при пониженной температуре. По этой причине в наиболее современных реакторах индивидуального (поштучного) наращивания эпитаксиального кремния используют именно SiH₂Cl₂. В случае наименее активного тетрахлорида кремния понижаются требования к подготовке поверхности подложки, содержанию окислителей в реакторе, а также уменьшается дефектность получаемых пленок. Минимальной скоростью роста характеризуется плоскость (111). Силановый процесс позволяет получать наиболее чистые пленки и наименьшее автолегирование. В этом методе скорость роста пленки не зависит от кристаллографической ориентации пластины, поскольку реакция разложения силана в условиях наращивания является необратимой. Однако, силан склонен к разложению, что приводит к загрязнению пластин и стенок реактора кремниевыми кристаллитами. Кроме того, он самовоспламеняется при содержании в газовой смеси более 2%.

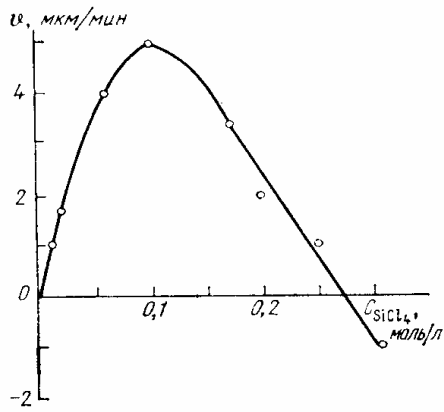


Рис.1. Зависимость скорости роста эпитаксиального кремния от концентрации SiCl_4 при 1170°C .

Концентрация кремнийсодержащего компонента в газовой смеси определяет скорость роста пленки (рис.1). При высоких содержаниях SiCl_4 на поверхности подложки происходит стравливание кремния согласно реакции (10). Важным параметром является соотношение $\text{SiCl}_4 : \text{H}_2$. Максимальный выход кремния (около 100 %) обеспечивается при мольном соотношении водорода и тетрахлорида свыше 200:1. При соотношении ниже 5:1 осаждение почти не происходит в результате конкурирующего протекания реакций (10) и (8).

Легирование эпитаксиальных структур возможно как с использованием жидких при обычных условиях источников (хлориды соответствующих элементов), так и газообразных (гидриды соответствующих элементов).

Хлориды активных элементов имеют давление пара, близкое к давлению пара SiCl_4 , что упрощает расчеты паро-газовой смеси. Однако, при выборе следует учитывать коэффициент превращения $K_{\text{п}}$, равный отношению концентрации компонента в слое и растворе. Поэтому при получении высокоомных слоев (концентрация менее 10^{15} см^{-3}) лучше вместо PCl_3 ($K_{\text{п}}=1$) использовать SbCl_3 ($K_{\text{п}}=0,002$). Использование гидридов соответствующих элементов для легирования позволяет улучшить однородность пленок, поскольку в этом случае концентрация примеси в пленке почти не зависит от температуры. Ввиду высокой токсичности гидридов используются их смеси с водородом или аргоном (0,001-5 %).

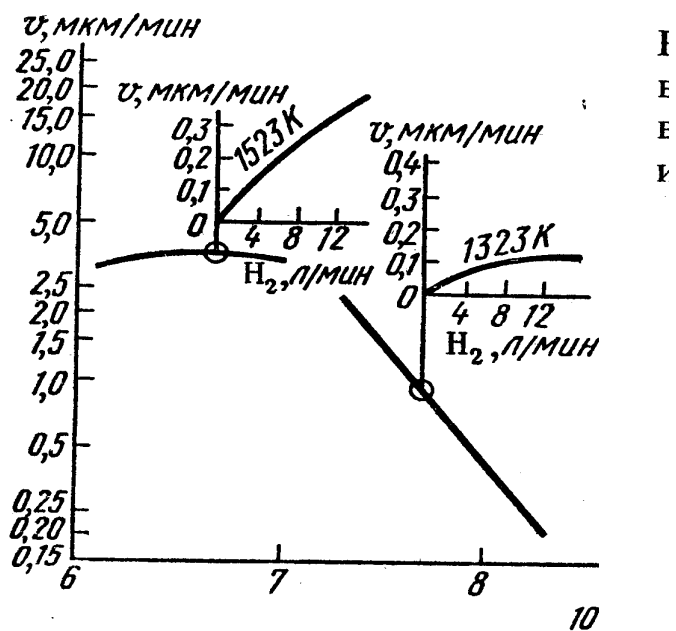


Рис. 2. Температурная зависимость скорости роста эпитаксиального кремния в хлоридном методе.

$$10^4/T, \text{K}^{-1}$$

При выборе температуры эпитаксиального наращивания пленки (рис.

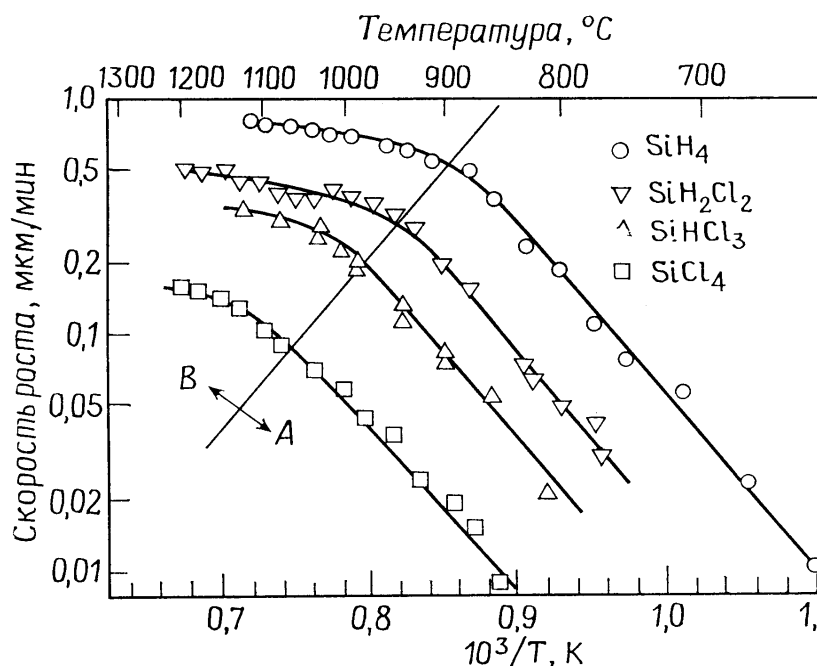


Рис. 3. Температурная зависимость скорости роста эпитаксиального кремния для различных источников кремния.

температуры процесса в пределах рабочего диапазона (1300 – 1500 К) происходит переход из области А (рис. 3) кинетического контроля (лимитирует реакция (3) – диссоциативная адсорбция трихлорсилана) в область диффузионного контроля В. Промышленные процессы при атмосферном давлении обычно проводят в области В для уменьшения влияния температуры на скорость роста пленок (рис. 3). Понижение температуры роста на 20 – 30 К, с одной стороны, приводит в ухудшению качества воспроизведения фотолитографических рисунков скрытых слоев на подложке, а с другой, – уменьшает число линий скольжения в пленке. Кроме температуры в зоне роста, большое значение для качества пленок имеют скорости нагрева и охлаждения пластин. Они составляют 100 – 50 К/мин для нагрева и 100-70 К/мин для охлаждения.

Газодинамические условия эпитаксии определяются скоростью движения газовой смеси относительно подложкодержателя с пластинами, которая при прочих равных условиях (диаметр реактора (около 80-100 см), вязкость и плотность газа) прямо пропорциональна числу Рейнольдса. Ламинарный режим течения газа обеспечивают скорости порядка нескольких десятков см/с.

Перед нанесением эпитаксиальной пленки кремниевые пластины, выступающие **подложками-затравками** в процессе газофазной эпитаксии, подвергаются многоступенчатой очистке с использованием и химических (органические, кислотные, щелочные реагенты, газофазное травление) и

2 и 3) следует учитывать, что низких (<1150 К) и высоких (>1650 К) температурах в системе, содержащей $\text{SiCl}_4 + \text{H}_2 + \text{Si} + \text{HCl}$, происходят процессы травления кремния, то есть равновесие (1) смещается в левую сторону. Это используется в технологии эпитаксиального наращивания для газового травления кремниевых подложек с целью дополнительной очистки непосредственно в эпитаксиальном реакторе перед выращиванием монокристаллической пленки. При изменении

физических (гидромеханические, ультразвуковые) способов обработки. Важное значение имеет состав и дефектность кремниевой пластины, поскольку трудно получить эпитаксиальный слой с дефектностью более низкой, чем подложка по причине прорастания дефектов.

Скорость эпитаксиального наращивания кремния определяется практически всеми факторами, упомянутыми выше (источник кремния (табл. 1), состав газовой смеси (рис. 1 и 2), температура (рис. 2 и 3), скорость потока и др.). Стремление увеличить производительность процесса за счет скорости на практике необходимо согласовывать с условиями получения качественных монокристаллических слоев.

Показателями качества эпитаксиальных пленок являются совершенство структуры (малое число дефектов), отсутствие посторонних примесей, заданный тип и уровень удельного сопротивления, равномерность пленки по составу (сопротивлению) и толщине, минимальное смещение топологического рельефа и автолегирование. Некоторые виды брака, встречающиеся в хлоридной технологии получения эпитаксиальных пленок кремния приведены в таблице 2.

Таблица 2

Некоторые виды и причины брака эпитаксиальных структур

N п/п	Вид брака	Характеристика	Причины
1	2	3	4
1.	Окисление поверхности кремния	Изменение цвета пластины в желто-голубо-фиолетовую гамму	Неудовлетворительная подготовка газовой смеси, загрязнение кислородом
2.	Приплавившиеся частицы	характерные неровности на поверхности	Наличие посторонних частиц в реакторе, и на поверхности пластины
Продолжение таблицы 2			
1	2	3	4
3.	Неоднородность и несоответствие толщины пленки	Отклонения по толщине и концентрации свыше допусков	Нарушение заданного состава газовой смеси и температурного режима
4.	Линии скольжения (КЗЛС (коэффициент заполнения линиями скольжения) в норме <30%)	Проявление линий скольжения (при высоком содержании в виде звезды Давида) после селективного травления	Повышенная скорость нагрева или охлаждения, повышенная температура роста пленки
5.	Дефекты упаковки (плотность)	Характерные фигуры травления после	Механические и химические загрязнения

	дефектов < 100 см ²)	селективного травления ((111)- треугольники, (100) - прямоугольники)	на поверхности подложки и в реакторе, повышенная дефектность кремниевых подложек
6.	Поликремний	Матовая поверхность или пятна с бело-серым оттенком	Нарушение температурного режима, загрязнения в реакторе (N ₂), контакт нерабочей поверхности пластины с подложкодержателем в результате прогиба (отжиг механических напряжений в подложке)
7.	Свирл-дефектность	винтовые матовые области	Повышенная дефектность кремниевых подложек
8.	Дислокации (плотность дислокаций < 100 см ⁻²)	Однотипные ямки травления в виде затушеванных (черных) треугольников	Повышенная дефектность кремниевых подложек, повышенные температурные градиенты, пластические деформации
9.	Нарушение четкости фотолитографического рисунка (рельеф скрытых слоев)	Искривление границ рельефа топологического рисунка подложки («сугробы»)	Заниженная температура роста пленки
10.	Механические дефекты	Царапины, точки, сколы, загибы	Прирастание пластины к подложкодержателю, субъективный фактор

Выполнение работы

Оборудование: пинцет; источник сфокусированного света; металлографический микроскоп МЕТАМ-1 в комплекте с микрометром.

Материалы: образцы эпитаксиальных структур на монокристаллических подложках кремния различного типа (подготовленные к структурным исследованиям в производственных условиях).

Выполнение задания заключается в исследовании предложенных кремниевых пластин с нанесенным эпитаксиальным слоем кремния, а также подборе и расчете технологических параметров формирования таких структур. Работа включает следующие этапы:

1. Определение параметров исходных кремниевых пластин по базовому и дополнительным срезам с использованием приложения 1.

2. Исследование предложенных пластин визуально с помощью оптического микроскопа. Определение и описание типа установленных дефектов и видов брака с использованием таблицы 2 и измерение характерных геометрических размеров дефектных областей.

3. Анализ причин и способов устранения установленных видов брака. Заполнение таблицы данных 3.

Таблица 3

№ п/п	Эскиз и маркировка пластины	Тип проводимости, природа и концентрация примеси	Характеристика (изображение и размеры) дефекта	Вид брака	Причины и способы устранения брака
1.					

4. Получение задания для разработки технологического цикла наращивания эпитаксиальной пленки кремния. Шифровка эпитаксиальной структуры.

5. Выбор основных технологических параметров (состав газовой смеси, температура, скорость роста) процесса выращивания пленки заданной толщины с использованием таблицы 1 и рисунков 1 - 3.

6. Расчет продолжительности процесса с учетом подготовительных, основных и заключительных стадий.

7. Расчет расходов (л/мин) всех компонентов газовой смеси (источник кремния, источник примеси, газ-восстановитель, газ-носитель в соответствующих случаях) для стадии выращивания эпитаксиальной пленки.

Контрольные вопросы

1. Эпитаксиальные процессы в интегральной технологии (назначение, возможности). 2. Разновидности эпитаксии (газовая, жидкостная, молекулярно-лучевая). 3. Химические основы хлоридно-гидридного метода эпитаксиального наращивания кремния. 4. Технологические особенности различных методов получения кремниевых пленок (источники кремния и примеси, температура, скорости и др.). 5. Виды брака эпитаксии кремния. 5. Порядок подбора и расчета и технологических параметров получения эпитаксиальных легированных слоев кремния.

Литература

1. Пичугин И.Г., Таиров Ю.М. Технология полупроводниковых приборов. – М.: Высшая школа, 1984. – с. 131-178. 2. Черняев В.Н. Технология производства интегральных микросхем и микропроцессоров. – М.: Высшая школа, 1987. – с. 140 – 163. 3. Тех-нология СБИС / Под ред. Зи С. – В 2-х кн., кн.1. – 1986. – с.72 – 119.