

УДК 3937

DOI: 10.18384/2949-5067-2023-3-33-42

МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ ТОЛЩИНЫ ЭПИТАКСИАЛЬНОГО СЛОЯ КРЕМНИЯ

Захарова Т. И.*Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы
117198, г. Москва, ул. Миклухо-Маклая, д. 6, Российская Федерация***Аннотация**

Цель. Обзор разрушающих и неразрушающих методов контроля толщины эпитаксиального слоя кремния (Si). Определение параметров тонкой плёнки является важной задачей для физики конденсированного состояния. Приведены современные способы контроля, такие как сферический шлиф, эллипсометрия и ИК-Фурье спектроскопия, слабо представленные в научной литературе.

Процедура и методы. Проанализирован практический опыт и изложены основные результаты.

Результаты. Обобщены основные подходы к определению толщины эпитаксиальных слоёв.

Теоретическая значимость заключается в углублённом рассмотрении метода определения толщины эпитаксиальной плёнки Si и глубины залегания p-n перехода сферическим шлифом.

Ключевые слова: кремний, эпитаксиальный слой, метод контроля, ИК-Фурье спектроскопия, сферический шлиф, эллипсометрия

METHODS FOR CONTROLLING THE THICKNESS OF THE EPITAXIAL SILICON LAYER

T. Zakharova*Peoples' Friendship University of Russia named after Patrice Lumumba
ulitsa Miklukho-Maklaya 6, Moscow 117198, Russian Federation***Abstract**

Aim. Review of destructive and non-destructive methods for controlling the thickness of the epitaxial silicon layer (Si). The determination of thin film parameters is an important problem for condensed matter physics. Modern methods of control, such as spherical slot, ellipsometry and IR-Fourier spectrometry, which are poorly represented in the scientific literature, are given.

Methodology. Practical experience is analyzed and the main results are presented.

Results. The main approaches to determining the thickness of epitaxial layers are summarized.

Research implications. A method for determining the thickness of the Si epitaxial film and the depth of the p-n junction with a spherical strip is considered in depth.

Keywords: control method, IR-Fourier spectrometry, spherical slot, ellipsometry, epitaxial layer, silicon

Введение

Для производства электронных компонентов таких, как диоды, транзисторы, полупроводниковые лазеры, используются эпитаксиальные структуры. Важно знать основные параметры структур, чтобы конструировать на их основе качественные приборы. К основным характеристикам эпитаксиальных пластин относят толщину эпитаксиального слоя, удельное сопротивление, линии скольжения, дефекты упаковки и крупные дефекты. Наиболее важными параметрами для физиков и технологов является толщина и удельное сопротивление эпитаксиального слоя; именно от этих параметров зависит выбор режимов в последующих операциях. Для определения толщины эпитаксиального слоя кремния используют разрушающие и неразрушающие методы, такие как: сферический шлиф, ИК-Фурье спектроскопия, эллипсометрия. У каждого метода измерения есть свои особенности и ограничения, которые рассмотрены ниже. Ряд факторов определяют выбор метода контроля: степень разрушающего воздействия, точность измерений, свойства материала.

Исследование эпитаксиальных структур является одним из векторов развития физики конденсированного состояния. Появились и стали доступны более совершенные детекторы инфракрасного диапазона спектра, которые лежат в основе подавляющего большинства приборов, измеряющих толщину эпитаксиального слоя кремния. С помощью них можно контролировать толщину с высокой точностью. Создаются математические модели, которые дают меньшую погрешность измерений.

Сферический шлиф

Данным методом можно определять не только толщину наращенного слоя, но и величину диффузионных слоёв. Сферический шлиф относится к разрушающему методу контроля. Методика измерений заключается в следующем. На установке по изготовлению сферического шлифа делается шар-шлиф. Диаметр шара зависит от конструкции установки и от толщины структуры [1]. На шар кладётся небольшое количество алмазной пасты, которая и будет являться материалом, осуществляющим шлифовку, затем пластину или её осколок крепят на столик (может быть как вакуумное крепление, так и с помощью клеящих материалов). Следующий шаг – установка столика с пластиной на шар с абразивным материалом в точку, где планируется будущая лунка, затем следует включение механизма вращения шара. Время шлифовки зависит от скорости вращения и толщины эпитаксиального или диффузионного слоя. Контроль диффузионного слоя проводится по залеганию р-п перехода. После проведения процедуры происходит окрашивание шлифа, если металлургическая граница не имеет выраженного контраста. Химическое окрашивание требуется для визуализации границы р-п перехода или эпитаксиального слоя с подложкой. Существует несколько составов для

химического окрашивания сферического шлифа в зависимости от исследуемого материала и типа структуры.

Для эпитаксиальных структур, имеющих переход типа n-p или p-n, рекомендовано использовать травитель на основе плавиковой кислоты (HF) с добавлением азотной (HNO_3); концентрация азотной кислоты совсем маленькая, достаточно нескольких капель. Этот раствор быстро становится непригодным, срок его годности составляет 10–15 суток. Существенным недостатком является наличие радужных переливов на шлифе, что затрудняет определение границы раздела двух типов проводимости. Чтобы этого избежать используют чистую плавиковую кислоту и освещение лунки. Для эпитаксиальных структур типа n-p⁺ и p-p⁺ химический проявитель имеет другой состав: плавиковая кислота + перекись водорода в соотношении 2 к 1. Для этого же типа структур можно применить раствор для окраски на основе плавиковой кислоты с добавлением азотной кислоты и нескольких капель азотнокислого серебра (AgNO_3). Существуют также уже готовые многокомпонентные травители, пример такого – травитель Райта. Им можно травить любой тип кремниевой структуры.

После проявления границ раздела идёт определение толщины эпитаксиального или диффузионного слоя. Для этого структуру со шлифом помещают под микроскоп со специальным окуляром, имеющим шкалу. Оператор подсчитывает количество делений, составляющих хорду, проведённую по касательной к внутренней окружности. Границей внутренней окружности является, либо p-n переход, либо граница слой – подложка, либо диффузионный слой [2]. Затем по этим данным по формуле (1) определяется толщина эпитаксиального слоя. Длину хорды также можно определить с помощью современных оптических микроскопов, имеющих встроенные инструменты. На рис. 1 изображён сферический шлиф с обозначенной хордой, диаметр шара 150 мм, для окраса использовался травитель Райта, фотография получена с помощью оптического микроскопа.

$$h = \frac{l^2 * k^2}{4 * D}, \quad (1)$$

где h – толщина эпитаксиального слоя, l – длина хорды, k – цена деления окуляр-микрометра, D – диаметр шара.

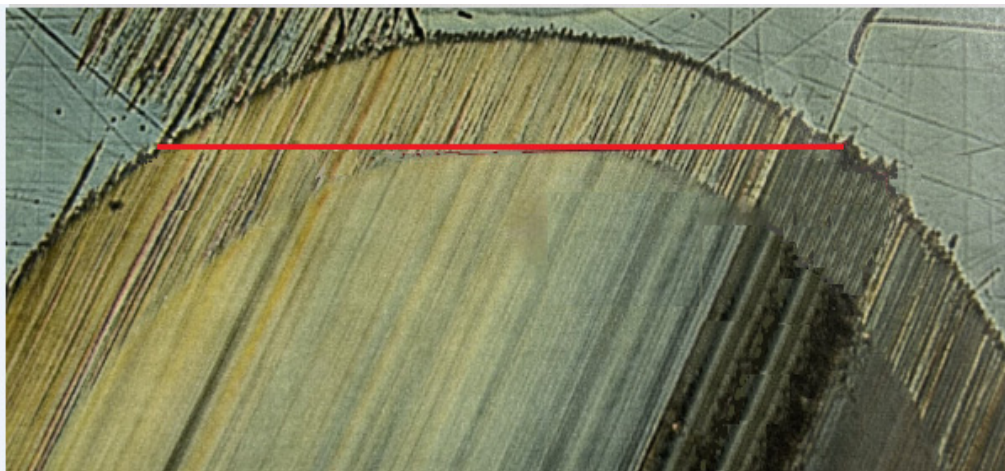


Рис. 1 / Fig. 1. Фотография сферического шлифа на пластине эпитаксиального кремния, сделанная с помощью оптического микроскопа / A photograph of a spherical slot on an epitaxial silicon wafer taken with an optical microscope

Источник: данные автора

Существует ещё один способ определения толщины эпитаксиального слоя кремния h с помощью сферического шлифа, для расчёта по формуле (2) потребуется измерить диаметр лунки D_1 и диаметр вписанной концентрической окружности D_2 , которая соответствует границе раздела контролируемого слоя с последующим слоем. В расчёте также участвует диаметр сферического шлифа D [1]. На рис. 2 показана схема измерения сферического шлифа.

$$h = \frac{D_1^2 - D_2^2}{4 \cdot D}, \quad (2)$$

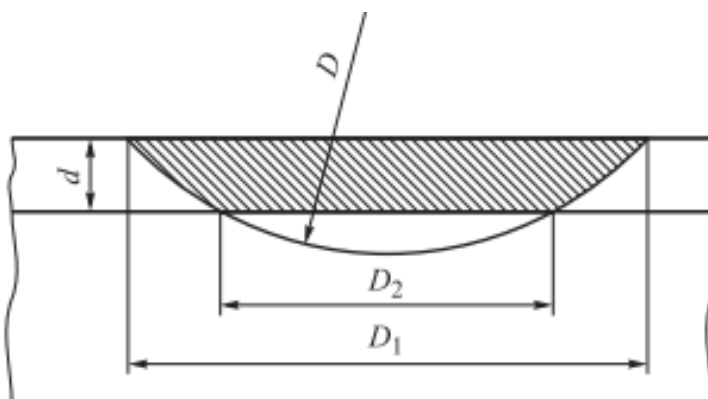


Рис. 2 / Fig. 2. Схема определения толщины эпитаксиального слоя по формуле (2) / Scheme for determining the thickness of the epitaxial layer according to the formula (2)

Источник: [1, с. 33].

Основным недостатком данного метода является погрешность измерения, связанная с человеческим фактором. Ограниченность применения метода сферического шлифа обусловлена контрастностью проявления слоёв. Для образования границы, структура должна быть разнотипная (n-p или p-n) или разница в концентрации легирующей примеси в слоях должна составлять несколько порядков для однотипных структур (n-n и p-p). Также погрешность измерений может возникать из-за несферичности шлифа. Измерения данным методом трудоёмки и занимают много времени. Сферический шлиф является основным промышленным методом контроля толщины эпитаксиальных плёнок кремния.

Достоинствами метода является – простота, дешевизна установки, возможность контролировать однородность толщины слоя.

Эллипсометрия

Этот оптический метод определения толщины эпитаксиального слоя-имеет высокую точность. Относится к неразрушающим методам контроля. Эллипсометрия подходит для измерения только оптически прозрачных плёнок, кремний прозрачен для излучения в диапазоне примерно от 1,5 до 25 мкм. Метод является непростым и не подходит для входного контроля на производстве. Снятие спектра на эллипсометре не составит труда, а для расшифровки его потребуется специалист. Использование данного метода подходит для лабораторных исследований тонких плёнок.

Основными элементами эллипсометра являются источник излучения с поляризатором, гониометр, анализатор и координатный столик. В эллипсометрии измеряют изменение поляризации при отражении света от структуры материала или его прохождении через неё. Изменение поляризации представлено в виде двух компонент – амплитуд и разности фаз. Измеряемый отклик зависит от оптических свойств и толщины каждого материала.

Поскольку эллипсометрия основана на соотношении двух измеренных величин, она очень точна и воспроизводима. Метод относительно нечувствителен к рассеянию и флуктуациям, также не требует постоянной калибровки с использованием эталонного образца [3]. С помощью эллипсометрии можно определить показатель преломления, коэффициент поглощения и толщину слоя. Есть возможность измерять отдельные слои или даже сложные многослойные структуры толщиной от десятков ангстрем. Метод также применим для характеристики состава, кристалличности, шероховатости, концентрации легирующего вещества и других свойств материала, связанных с изменением оптического отклика [4; 5]. К преимуществам метода относится быстрота измерений, возможность интегрировать данный метод в ростовой процесс. Эллипсометрия не боится высоких температур, вакуума и агрессивных сред.

С помощью эллипсометрии проводятся измерения оптических свойств тонких плёнок аморфного кремния, нанесённого на стекло [6]. Авторы статьи

[7] смогли разрешить проблему измерения толщины плёнок кремнезема на прозрачных подложках методом спектрально-интерференционной эллипсометрии, точность определения параметра превысила 1 нм. В процессе изготовления интегральных схем диоксид кремния образуется на кремниевой пластине для предотвращения диффузии примесей. Толщина слоя имеет решающее значение для последующего процесса легирования и производительности схемы. Кроме того, в процессе экспонирования в литографической машине точное измерение толщины плёнки позволяет подобрать режимы и повысить чувствительность литографии. Поэтому работа имеет высокую практическую ценность и теоретический вклад в развитие физики конденсированного состояния. В статье [8] методом ИК-эллипсометрии изучают тонкие плёнки кремния (5–12 нм) на границе раздела кремний-жидкость.

Основными недостатками метода являются сложность интерпретации результатов измерений и подбор модели отражающей системы. На рынке представлен широкий выбор приборов с автоматическим программным обеспечением, которое помогает ускорить время интерпретации результатов.

Чаще всего эллипсометрию комбинируют с другими методами исследования, более подробно это рассматривается в статьях [9;10].

ИК-Фурье спектроскопия

В инфракрасном диапазоне длин волн нашли распространение интерференционные спектрометры с преобразованием Фурье. С помощью данного метода, являющегося неразрушающим, можно определить металлургическую толщину эпитаксиального слоя кремния на подложках из сапфира или кремния. Получение оптического спектра исследуемого образца происходит в два этапа. На первом этапе приёмник излучения регистрирует интерферограмму, затем с помощью математических Фурье-преобразований интерферограммы восстанавливается спектральный состав излучения. Основой Фурье-спектрометра является двухлучевой интерферометр Майкельсона, который состоит из полупрозрачного светоделителя и двух плоских зеркал [11]. С помощью этого оптического прибора, работающего в инфракрасном спектре, можно получать не только значение величины эпитаксиального слоя кремния, но и концентрацию междоузельного кислорода, концентрацию углерода замещения, концентрацию легирующих примесей (бора и фосфора).

Как и в случае эллипсометрии, эпитаксиальный слой должен быть прозрачен в использованном интервале длин волн. Условием получения интерференционного спектра отражения является отличие оптических постоянных слоя и подложки. На этом принципе строится определение толщины слоя. Чтобы это условие выполнялось, эпитаксиальный слой должен быть сильно легированный, а подложка, наоборот, должна иметь малую концентрацию свободных носителей. В этом случае ИК-излучение проходит сквозь слой и отражается от подложки.

В интерференционной картине существуют помехи (затухающие колебания), связанные со спектром излучения материала, из которого изготовлен источник, на практике не существует идеальных полихроматических источников.

Инфракрасная спектрометрия с преобразованием Фурье активно развивается и находит применение при исследовании полимерных плёнок, что подробно описано в статье [12].

Достоинства метода заключаются в скорости измерений (определение толщины в одной точке занимает порядка 30 секунд) и в небольшой погрешности измерений.

Заключение

Проведён обзор разрушающих и неразрушающих методов контроля толщины эпитаксиального слоя Si, которые применяются как при проведении научно-исследовательских работ, так и в условиях производства. Выбор метода измерений зависит от толщины слоя, его физических свойств и точности измерений. Сферический шлиф имеет ограничение по минимальной толщине определения слоя в 0,1 мкм, эллипсометрическими методами имеется возможность измерять слои толщиной порядка 10 А, но есть трудности при измерении достаточно толстых слоёв более 2 мкм. ИК-Фурье спектрометрия с помощью отечественных приборов может определять слои толщиной 2,5 мкм, зарубежные разработки дают возможность измерять эпитаксиальные слои толщиной 0,5 мкм. Повысить предел измерений сферическим шлифом (0,1 мкм) не представляется возможным, в отличие от оптических методов. С помощью разработок новых более чувствительных детекторов и повышения точности математических преобразований и моделей можно повысить предел измерений.

Для исследовательских лабораторий оптимальным методом измерений является эллипсометрия, она даёт более точные и полные сведения о толщине материала. На производстве незаменимым остаётся метод сферического шлифа и ИК-Фурье спектрометрия.

Кремний является базовым полупроводником в микроэлектронном производстве. Важно точно знать толщину эпитаксиальной плёнки кремния для контроля качества и управления производственным процессом, а также для теоретических исследований, которыми занимается физика конденсированного состояния.

В развивающейся области многослойных полупроводниковых структур важно проводить контроль одной из основных характеристик – толщины эпитаксиальных слоёв. Для этого необходимо изучать и развивать методы контроля и исследования, рассмотренные в этой обзорной статье. Кремний был и остаётся базовым проводником для производства компонентной электронной базы. Развитие кремниевой технологии продолжается и по сей день. Большинство российских микроэлектронных предприятий работают именно на этом полупроводниковом материале.

Статья поступила в редакцию 12.08.2023 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. Анализ разрушающих методов измерения и контроля толщины тонких пленок / Шупенев А.Е., Панкова Н. С., Коршунов И. С., Григорьянц А. Г. // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2019. № 3 (708). С. 32–34. DOI: 10.18698/0536-1044-2019-3-31-39.
2. Controlled Doping Methods for Radial p/n Junctions in Silicon Micropillars / Elbersen R., Tiggelaar R. M., Milbrat A., Mul G., Gardeniers H., Huskens J. // Advanced Energy Materials. 2015. Vol. 5. Iss. 6. P. 1–8. DOI: 10.1002/aenm.201401745.
3. Handbook of Ellipsometry / eds. Tompkins H. G., Irene E. A. Norwich, NY: William Andrew Publishing, 2005. 902 p.
4. Measurement of stress-optic coefficients for metals in the visible to near-infrared spectrum with spectroscopic ellipsometry / Sun X., Wang S., Li L., Huo Z., Wang L., Li C., Wang Z. // Optics and Lasers in Engineering. 2023. Vol. 161. P. 107362. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2022.107362.
5. Modeled optical properties of SiGe and Si layers compared to spectroscopic ellipsometry measurements / Kriso C., Triozon F., Delerue C., Schneider L., Abbate F. et al. // Solid-State Electronics. 2017. Vol. 129. P. 93–96. DOI: 10.1016/j.sse.2016.12.011.
6. Spectroscopic ellipsometry study of non-hydrogenated fully amorphous silicon films deposited by room-temperature radio-frequency magnetron sputtering on glass: Influence of the argon pressure / Márqueza E., Blanco E., García-Vázquezb C., Díazb J. M., Sagar E. // Journal of Non-Crystalline Solids. 2020. Vol. 547. P. 120305. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2020.120305.
7. Spectral interference ellipsometry for film thickness measurement on transparent substrate / Zhang J., Shi L., Zhang R., Chen J., Wu G. // Optics and Lasers in Engineering. 2023. Vol. 171. P. 107819. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2023.107819.
8. Structure and chemical analysis in thin films by in situ IR ellipsometry / Hinrichs K., Sun G., Rappich J., Furchner A. // Encyclopedia of Solid-Liquid Interfaces / eds. K. Wandelt, G. Bussetti. USA: Elsevier, 2023. P. 514–520. DOI: 10.1016/B978-0-323-85669-0.00019-2.
9. The microstructure and optical properties of p-type microcrystalline silicon thin films characterized by ex-situ spectroscopic ellipsometry / Zhang He, Zhang X., Hou G., Wei C., Sun J. et al. // Thin Solid Films. 2012. Vol. 521. P. 17–21. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.03.081.
10. Combined ellipsometry and X-ray related techniques for studies of ultrathin organic nanocomposite films / Krämer M., Roodenko K., Pollakowski B., Hinrichs K., Rappich J. et al. // Thin Solid Films. 2010. Vol. 518. Iss. 19. P. 5509–5514. DOI: 10.1016/j.tsf.2010.04.033.
11. Инфракрасная фурье-спектроскопия / Ефимова А. И., Зайцев В. Б., Болдырев Н. Ю., Кашкаров П. К. М.: Физический факультет МГУ, 2008. 133 с.
12. Xu J., Gowen A. A. Time series Fourier transform infrared spectroscopy for characterization of water vapor sorption in hydrophilic and hydrophobic polymeric films // Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. 2021. Vol. 250. P. 119371. DOI: 10.1016/j.saa.2020.119371.

REFERENCES

1. Shupenev A. E., Pankova N. S., Korshunov I. S., Grigoryants A. G. [An analysis of destructive methods of thin films thickness measurement]. In: *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroyeniye* [Proceedings of Higher Educational Institutions. Machine Building], 2019, no. 3 (708), pp. 32–34. DOI: 10.18698/0536-1044-2019-3-31-39.

2. Elbersen R., Tiggelaar R. M., Milbrat A., Mul G., Gardeniers H., Huskens J. Controlled Doping Methods for Radial p/n Junctions in Silicon Micropillars. In: *Advanced Energy Materials*, 2015, vol. 5, iss. 6, pp. 1–8. DOI: 10.1002/aenm.201401745.
3. Tompkins H. G., Irene E. A., eds. *Handbook of Ellipsometry*. Norwich, NY, William Andrew Publishing, 2005. 902 p.
4. Sun X., Wang S., Li L., Huo Z., Wang L., Li C., Wang Z. Measurement of stress-optic coefficients for metals in the visible to near-infrared spectrum with spectroscopic ellipsometry. In: *Optics and Lasers in Engineering*, 2023, vol. 161, pp. 107362. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2022.107362.
5. Kriso C., Triozon F., Delerue C., Schneider L., Abbate F. et al. Modeled optical properties of SiGe and Si layers compared to spectroscopic ellipsometry measurements. In: *Solid-State Electronics*, 2017, vol. 129, pp. 93–96. DOI: 10.1016/j.sse.2016.12.011.
6. Márqueza E., Blanco E., García-Vázquez C., Díaz J. M., Saugar E. Spectroscopic ellipsometry study of non-hydrogenated fully amorphous silicon films deposited by room-temperature radio-frequency magnetron sputtering on glass: Influence of the argon pressure. In: *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2020, vol. 547, pp. 120305. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2020.120305.
7. Zhang J., Shi L., Zhang R., Chen J., Wu G. Spectral interference ellipsometry for film thickness measurement on transparent substrate. In: *Optics and Lasers in Engineering*, 2023, vol. 171, pp. 107819. DOI: 10.1016/j.optlaseng.2023.107819.
8. Hinrichs K., Sun G., Rappich J., Furchner A. Structure and chemical analysis in thin films by in situ IR ellipsometry. In: *Wandelt K., Bussetti G., eds. Encyclopedia of Solid-Liquid Interfaces*. USA, Elsevier, 2023, pp. 514–520. DOI: 10.1016/B978-0-323-85669-0.00019-2.
9. Zhang He, Zhang X., Hou G., Wei C., Sun J. et al. The microstructure and optical properties of p-type microcrystalline silicon thin films characterized by ex-situ spectroscopic ellipsometry. In: *Thin Solid Films*, 2012, vol. 521, pp. 17–21. DOI: 10.1016/j.tsf.2012.03.081.
10. Krämer M., Roodenko K., Pollakowski B., Hinrichs K., Rappich J. et al. Combined ellipsometry and X-ray related techniques for studies of ultrathin organic nanocomposite films. In: *Thin Solid Films*, 2010, vol. 518, iss. 19, pp. 5509–5514. DOI: 10.1016/j.tsf.2010.04.033.
11. Efimova A. I., Zaitsev V. B., Boldyrev N. Yu., Kashkarov P. K. *Infrakrasnaya fur'yе-spektrometriya* [Infrared Fourier spectrometry]. Moscow, Faculty of Physics of Lomonosov Moscow State University Publ., 2008. 133 p.
12. Xu J., Gowen A. A. Time series Fourier transform infrared spectroscopy for characterization of water vapor sorption in hydrophilic and hydrophobic polymeric films. In: *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2021, vol. 250, pp. 119371. DOI: 10.1016/j.saa.2020.119371.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРЕ

Захарова Татьяна Ивановна – магистрант Инженерной академии Российского университета дружбы народов имени Патриса Лумумбы;
e-mail: tatyana.z94@icloud.com

INFORMATION ABOUT THE AUTHOR

Tatyana I. Zakharova – Master's Degree Student, Peoples' Friendship University of Russia named after Patrice Lumumba;
e-mail: tatyana.z94@icloud.com

ПРАВИЛЬНАЯ ССЫЛКА НА СТАТЬЮ

Захарова Т. И. Методы контроля толщины эпитаксиального слоя кремния // Вестник Государственного университета просвещения. Серия: Физика-Математика. 2023. № 3. С. 33–42.

DOI: 10.18384/2949-5067-2023-3-33-42

FOR CITATION

Zakharova T. I. Methods for controlling the thickness of the epitaxial silicon layer. In: *Bulletin of State University of Education. Series: Physics and Mathematics*, 2023, no. 3, pp. 33–42.

DOI: 10.18384/2949-5067-2023-3-33-42