

05 Неразрушающий контроль поверхности, слоев и концентрации носителей заряда в подложках и структурах SiC

© А.В. Марков, М.Ф. Панов, В.П. Растегаев, Е.Н. Севостьянов, В.В. Трушлякова

Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет „ЛЭТИ“,
197376 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: 19_ranov_59@mail.ru

Поступило в Редакцию 19 декабря 2018 г.
В окончательной редакции 19 декабря 2018 г.
Принято к публикации 6 июня 2019 г.

Неразрушающими бесконтактными методами исследованы карбидокремниевые подложки и эпитаксиальные структуры. Параметры нарушенного поверхностного слоя и шероховатости определены методами эллипсометрии и атомно-силовой микроскопии. Концентрация свободных носителей заряда определена методом ИК спектроскопии. Толщины в многослойной эпитаксиальной структуре на SiC определены с помощью ИК спектроскопии и растровой электронной микроскопии.

Ключевые слова: слой, отражение, интерференция, шероховатость, эллипсометрия.

DOI: 10.21883/JTF.2019.12.48484.435-18

В технологическом цикле создания приборов на основе карбида кремния и постростового контроля готовых пластин с эпитаксиальными слоями карбида кремния на карбидокремниевой подложке важнейшими операциями являются, во-первых, контроль поверхности подложек, во-вторых, контроль концентрации свободных носителей заряда в подложках, в-третьих, контроль толщин эпитаксиальных слоев приборных структур. Наибольшей оперативностью среди группы известных способов контроля характеризуются неразрушающие бесконтактные методы. В настоящей работе продемонстрирована эффективность контроля параметров подложек и структур на основе SiC (политип 4H) такими бесконтактными методами, как отражательная эллипсометрия, ИК спектроскопия, атомно-силовая микроскопия, растровая электронная микроскопия.

Важнейшим бесконтактным методом исследования поверхности является оптическая микроскопия [1]. Но она не применима к исследованию шероховатости при высоких классах обработки поверхности, как позволяющая визуализировать объекты с размером только более длины волны. Для измерения толщин с ее помощью требуется осуществление фокусировки света на обеих границах слоя, и следовательно, требуют заметной разницы показателей преломления слоя и подложки. Эллипсометрия [2,3] характеризуется высокой точностью и чувствительностью. Она эффективна при толщинах от десятков ангстрем до приблизительно микрона, иначе говоря, чувствительна к слоям нанометровых толщин. Атомно-силовая методика также способна контролировать рельеф поверхности на субнанометровом уровне [4]. ИК спектроскопическая методика применима, прежде всего, при определении концентрации свободных носителей заряда [5,6]. Спектроскопия используется также и при определении толщин слоев по спектральной

интерференции в слоях, толщина которых лежит в диапазоне от единиц до сотен микрон, и наблюдение ее возможно при совпадении реальных составляющих показателей преломления n слоя и подложки, но различии мнимых, т.е. их коэффициентов экстинкции k [7]. (Под комплексным показателем преломления понимают $N = n - ik$.)

ИК спектроскопия, эллипсометрия, атомно-силовая микроскопия: контроль глубины нарушенного слоя и шероховатости

Для получения поверхности карбидокремниевой подложки, пригодной для дальнейших производственных операций, необходимо выполнение шлифовки и полировки поверхности. После любой абразивной обработки в результате ударного воздействия зерен на обрабатываемую поверхность остается нарушенный слой той или иной глубины. Нарушенный слой оказывает существенное влияние на электрофизические характеристики готовых полупроводниковых приборов. Из-за этого глубину нарушенного слоя стараются свести к минимуму перед дальнейшими этапами производства.

Качество обработки поверхности подложек SiC контролировалось тремя бесконтактными оптическими методами.

Пластины, имеющие разное качество обработки, исследовались методом ИК спектроскопии на приборе Nicolet-6700 при диаметре луча 2–3 mm. На рис. 1 представлены спектры отражения при нормальном падении света для трех пластин: 1 — непосредственно после резки кристалла, 2 — после шлифовки пастой с размером зерна 7–5 μm и 3 — после полировки пастой с размером зерна 1–0 (менее 1 μm). Класс обработки

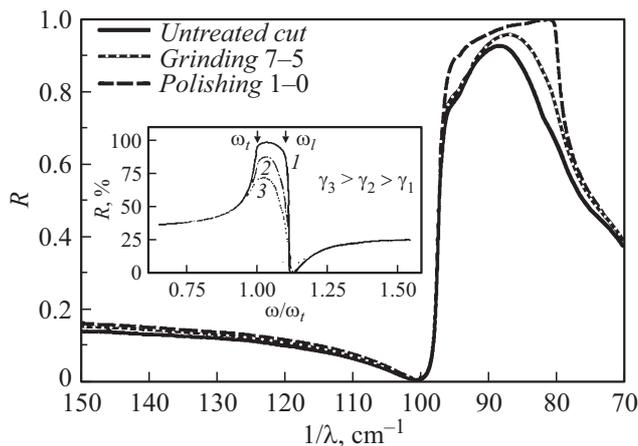


Рис. 1. Спектры коэффициента отражения подложек с разным качеством обработки поверхности.

поверхности влияет на форму спектральных кривых. Все спектры отражения имеют форму, качественно близкую к форме теоретического спектра, полученного в рамках одноосцилляторной модели.

В области аномальной дисперсии — в полосе „остаточных лучей“ (между частотами колебаний поперечного и продольного оптических фононов ω_t и ω_l), где теоретический показатель преломления должен быть чисто мнимый, а коэффициент отражения равным единице, наблюдается характерный максимум отражения. Причем форма максимума тем более близка к теоретической („квадратной“), чем качественнее обработана поверхность. С увеличением „развитости“ поверхности делается меньше коэффициент отражения и более сглаженным становится максимум его экспериментального спектра в полосе „остаточных лучей“. Аналогичные изменения теоретического спектра происходят в теории дисперсии при увеличении параметра материала Γ (см. параметр Γ_T в формуле (1)), называемого коэффициентом затухания фоновых колебаний [8]. (Изменение теоретического спектра при варьировании коэффициента затухания фоновых представлено на вставке рис. 1.) Логично предположить, что такой фактор, как большая толщина нарушенного слоя, является фактором затухания фоновых, что и объясняет изменение формы экспериментального спектра в области остаточных лучей.

При исследовании глубины нарушенного слоя методом отражательной эллипсометрии применялась модель, рассматривающая нарушенный слой (и, в частности, шероховатость подложки) как наличие поверхностного слоя с показателем преломления, отличающегося от объемного значения для SiC в меньшую сторону. Данное приближение не учитывает возможного наличия градиента показателя преломления между нарушенным слоем и объемом пластины, но характеризуется простотой и оперативностью. Численные значения показателя преломления и толщины нарушенного слоя для различной степени обработки поверхности получены из эллипсо-

метрических измерений методом Холмса [2]. Этот метод основан на утверждении о вещественности толщины при решении комплексного основного уравнения эллипсометрии. Толщина нарушенного слоя в зависимости от размера зерна и метода обработки ($10\text{--}7\mu\text{m}$ — шлифовка, $5\text{--}3$, $1\text{--}0$, $0.25\text{--}0\mu\text{m}$ — полировка [9]) составляла от нескольких сотен до нескольких десятков ангстрем. Эллипсометрические измерения проводились на длине волны 0.633 nm при диаметре луча около 2 mm . Номограмма эллипсометрических углов Ψ и Δ для нарушенного слоя с характерным для него показателем 2.4 на подложке SiC приведена на рис. 2. Там же на встроенном графике, для примера, показана номограмма для структуры Si–SiO₂. На номограммах указаны точки, которые соответствуют толщинам нарушенных слоев. Номограммы показывают, что нанослои исследуемых структур „SiC–нарушенный слой“ не попадают в ситуацию с высокой степенью неопределенности одного из эллипсометрических углов (Δ), в отличие от такой классической структуры, как Si–SiO₂ (линия номограммы для тонких слоев этой структуры почти параллельна оси угла Ψ). Это подтверждает надежность и достоверность результатов эллипсометрического определения сверхтонких нарушенных слоев на карбиде кремния.

В табл. 1 представлены данные о размере зерна паст шлифовки и полировки и соответствующие средние по пластинам диаметром $5\text{--}7\text{ cm}$ результаты эллипсометрических измерений. Уменьшение толщины нарушенного слоя коррелирует с уменьшением размера зерна.

Шероховатость поверхности контролировалась с помощью метода атомно-силовой микроскопии (АСМ). На рис. 3 представлены микрофотографии рельефа характерных участков поверхности трех пластин, подвергнутых шлифовке пастой с размером зерна $10\text{--}7\mu\text{m}$ и полировке пастой с размером зерна $1\text{--}0\mu\text{m}$, а также

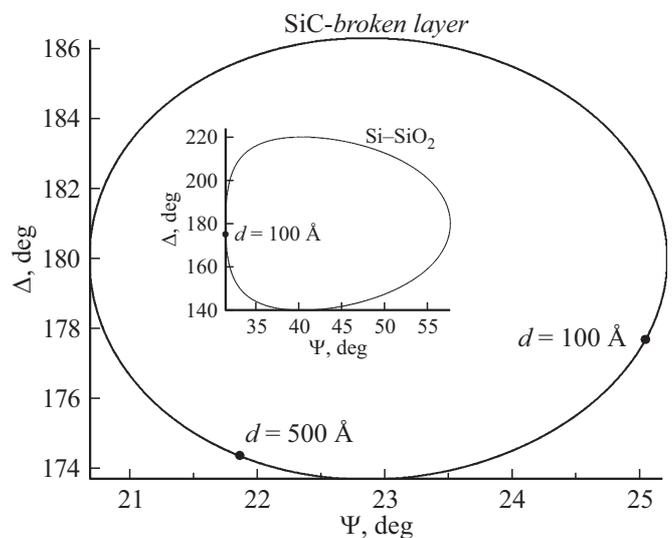
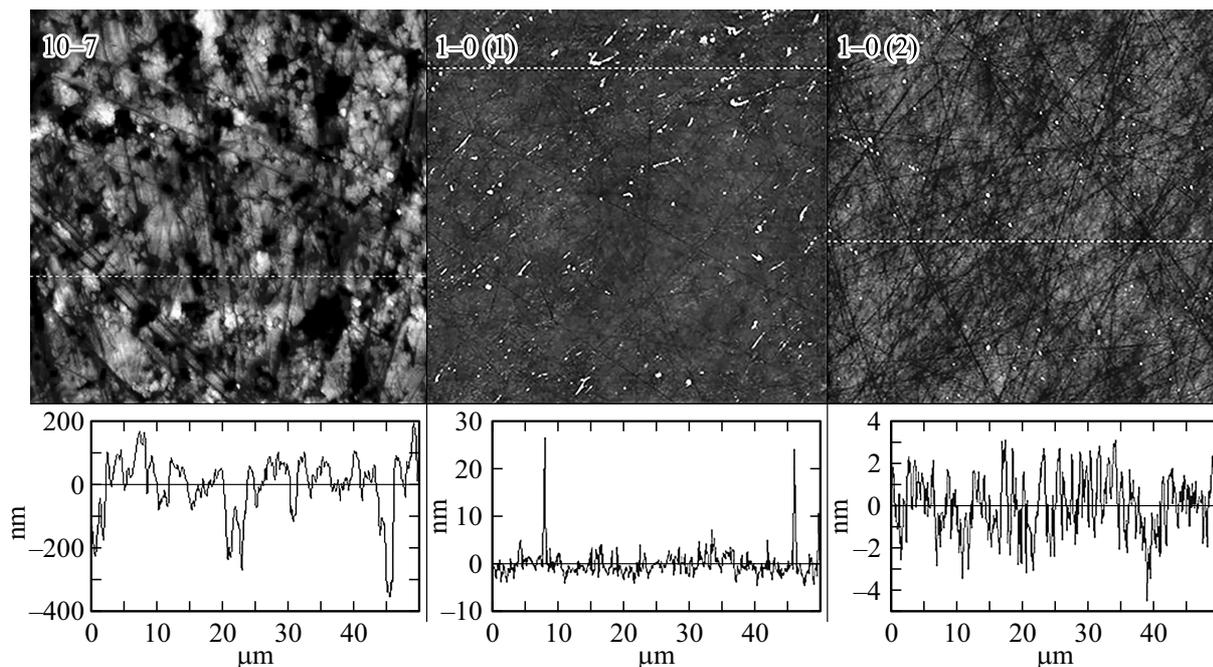


Рис. 2. Номограмма эллипсометрических углов Ψ и Δ для нарушенного слоя на SiC и для структуры Si–SiO₂ для угла падения 50° .

Таблица 1. Результаты эллипсометрических измерений для различных классов обработки поверхности подложек SiC

Размер зерна пасты, μm	Толщина слоя, \AA	Показатель преломления слоя
10–7	669	2.410
5–3	452	2.440
1–0	127	2.481
0.25–0 (2 h обработки)	105	2.486
0.25–0 (4 h обработки)	87	2.308

**Рис. 3.** Результаты исследования рельефа поверхности подложек методом АСМ.

профили рельефа поверхности в области указанных пунктиром сечений. На рис. 3 в разных масштабах приведены данные по двум подложкам после обработки пастой 1–0. Первая из них характеризуется большим разбросом размера шероховатости вследствие того, что присутствуют остатки алмазной полирующей пасты.

Толщина нарушенного слоя, представленная как рельеф поверхности, в целом коррелирует с толщиной нарушенного слоя, определенной эллипсометрическим методом. Однако имеет место небольшое, но систематическое расхождение результатов величины визуализированной шероховатости и эллипсометрически измеренной толщины нарушенного слоя. Для поверхности, обработанной шлифовкой (паста с зерном 10–7 μm), средняя толщина нарушенного слоя (по данным эллипсометрии) и глубина рельефа (шероховатость по данным АСМ) имеют близкие величины — несколько сотен ангстрем, но шероховатость несколько больше эллипсометрически измеренной толщины нарушенного слоя. Для поверхностей же, подвергнутых дополнительной полировке (паста с зерном не более 1 μm), наоборот,

эллипсометрически измеренная толщина нарушенного слоя превышает среднюю шероховатость. Связано это, очевидно, с тем, что в разной степени обработанные подложки характеризуются различной степенью неоднородности распределения показателя преломления по глубине. А эта неоднородность не учитывается в однослойной модели структуры.

ИК спектроскопия: контроль концентрации свободных носителей заряда

Определение концентрации свободных носителей заряда в подложке SiC политипа 4Н выполнено с помощью обработки спектра отражения в области среднего и дальнего ИК диапазона. Для этого проводилось моделирование спектра отражения в диапазоне частот, включающем область остаточных лучей (область однофононного резонанса, для SiC — 1200–600 cm^{-1}) и область плазмонного резонанса (в SiC — 800–60 cm^{-1}).

Таблица 2. Параметры подложек SiC, определенные по спектрам отражения

Образец	$1/\lambda_p, \text{cm}^{-1}$	γ, s^{-1}	n, cm^{-3}
<i>a</i>	180	400	$7.08 \cdot 10^{17}$
<i>b</i>	500	430	$5.46 \cdot 10^{18}$

При моделировании спектра отражения использована классическая диэлектрическая функция, предполагающая, что вклады систем фотонов и электронов являются независимыми и аддитивными [5,6,8]

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty \left[\frac{\omega_L^2 - \omega^2 - i\omega\Gamma_L}{\omega_T^2 - \omega^2 - i\omega\Gamma_T} - \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i\gamma)} \right]. \quad (1)$$

Здесь ϵ_∞ — оптическая диэлектрическая постоянная; ω_T и ω_L — частота колебаний поперечных продольных фононов; ω_p — частота плазмонного резонанса; γ — коэффициент рассеяния плазмонов; Γ_T и Γ_L — коэффициенты затухания оптических фононов с поперечной и продольной поляризациями. Первый член выражения для ϵ характеризует вклад фононов и получен с помощью лоренцевской осцилляторной модели, а второй представляет собой вклад свободных носителей заряда и получен в теории Друде.

Коэффициент отражения при нормальном падении определяется как

$$R(\omega) = \left| \frac{\sqrt{\epsilon(\omega)} - 1}{\sqrt{\epsilon(\omega)} + 1} \right|^2. \quad (2)$$

Частота плазмонного резонанса в теории Друде связана с концентрацией свободных носителей заряда n соотношением

$$\omega_p = \sqrt{\frac{4\pi n e^2}{\epsilon_\infty m^*}}, \quad (3)$$

где m^* — эффективная масса свободных носителей заряда, для карбида кремния политипа 4H, равная $2.7 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$.

Для политипа 4H карбида кремния диэлектрическая проницаемость в оптическом диапазоне $\epsilon_\infty = 6.78$, $\omega_T = 797 \text{ cm}^{-1}$; $\omega_L = 966.4 \text{ cm}^{-1}$, а значения γ , Γ_T , Γ_L , ω_p зависят от концентрации свободных носителей заряда. Но так как в формирование спектра отражения изменение значений и Γ_T и Γ_L не вносят существенного вклада (вносят изменение в значение R меньше одного процента), для упрощения вычислений они фиксировались: $\Gamma_L = 6 \text{ cm}^{-1}$, $\Gamma_T = 6.5 \text{ cm}^{-1}$ [10].

На рис. 4 приведены экспериментальные спектральные зависимости коэффициента отражения подложек карбида кремния с различным значением плазмонного резонанса (точечные линии), а также зависимости, полученные аппроксимацией (формулы (1), (2)) с использованием указанных выше параметров (сплошные линии). В случае низкой концентрации носителей (рис. 4,а)

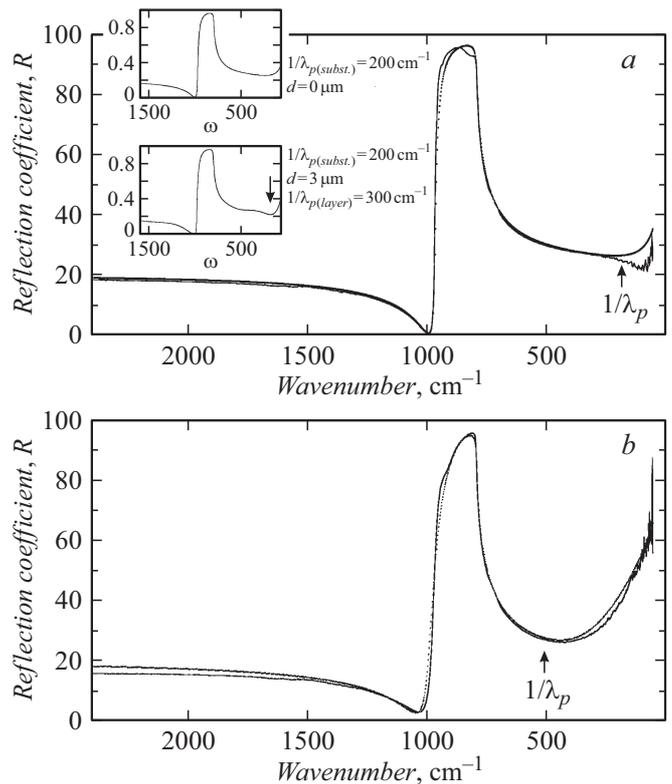


Рис. 4. Спектры отражения подложек SiC с низкой (а) ($n = 7.08 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$) и высокой (б) ($n = 5.46 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) концентрациями свободных носителей. На вставках — изменение теоретического спектра при „добавлении“ тонкого слоя толщиной d на поверхность подложки. Спектры во вставках рассчитаны для подложки и слоя с плазмонными минимумами $1/\lambda_p$, равными соответственно 200 и 300 cm^{-1} .

спектральное положение частоты плазмонного резонанса практически совпадает с низкочастотным минимумом коэффициента отражения. В случае же высоких концентраций (рис. 4,б) этого совпадения нет, и определение значения ω_p возможно только с помощью аппроксимации. Определенные экспериментально параметры γ и ω_p и рассчитанный с использованием формулы (3) параметр n для исследованных подложек приведены в табл. 2.

Спектральная зависимость на рис. 4,а отличается хорошим совпадением экспериментальной и подгоночной зависимостей, за исключением небольшого минимума вблизи 100 cm^{-1} (указано стрелкой со звездочкой). Одно из возможных объяснений — наличие тонкого карбидокремниевого слоя на поверхности с большей, чем в объеме, концентрацией носителей. Для подтверждения на вставке рис. 4,а приведены два теоретических спектра коэффициента отражения: SiC без слоя и со слоем, имеющим большее значение $1/\lambda_p$ по сравнению с подложкой. При этом в виде дополнительного минимума в низкочастотной области проявляется спектральная интерференция в слое (указано стрелкой со звездочкой).

Таблица 3. Технологические параметры исследованной эпитаксиальной структуры

Элемент структуры	Подложка (1)	Слой 1 (2)	Слой 2 (3)	Слой 3 (4)	Слой 4 (5)
Тип проводимости	p	p^+	p^-	n^-	n^+
Концентрация примеси, cm^{-3}	$\sim 10^{15}$	$2 \cdot 10^{19}$	$6 \cdot 10^{15}$	$6 \cdot 10^{15}$	$1 \cdot 10^{19}$
Толщина, μm	—	2.3	15	2	2

ИК спектроскопия, растровая электронная микроскопия: контроль толщины слоев эпитаксиальных структур

Карбид кремния в области ближнего ИК диапазона в спектральной области величиной от нескольких сотен до полутора тысяч обратных сантиметров характеризуется практически полной прозрачностью и мало меняющейся амплитудой спектральной интерференции в слоях [7]. Поэтому в этой области фазовые условия отражения на границах раздела между слоем и подложкой, а также между слоями, меняются очень слабо. К тому же в этой области у карбида кремния почти постоянен показатель преломления. Таким образом, для расчета толщин слоев карбида кремния применимо соотношение

$$d = \frac{1}{2n \Delta\sigma}, \quad (4)$$

где $\Delta\sigma$ — спектральное расстояние между соседними максимумами (минимумами) интерференции, а n — показатель преломления слоя в указанном спектральном диапазоне.

В качестве примера рассматриваются результаты исследования приборной эпитаксиальной структуры, послойное описание которой по данным технологического процесса приведено в табл. 3.

Технологические данные толщин слоев были проконтролированы с помощью растровой электронной микроскопии на приборе Quanta Inspect. Торцев эпитаксиальной структуры, подготовленный шлифовкой, а также механической и химической полировкой, представлен на рис. 5. Толщины слоев, наблюдаемые на рис. 5, хорошо согласуются с данными табл. 3.

Спектр отражения структуры со стороны эпитаксиальных слоев приведен на рис. 6. В спектральной зависимости в ближней и средней ИК областях нашли отражение две визуально наблюдаемые интерференции: с малым периодом и огибающая с большим периодом биений (рис. 6). Проведено спектральное исследование участка периодической функции коэффициента отражения в диапазоне $1500\text{--}3000 \text{ cm}^{-1}$ с использованием программы LabView. Спектральное исследование выполнялось путем проведения фурье-преобразования спектра отражения и использования формулы (4). Результат приведен на рис. 7. В данном случае частота колебаний функции спектральной интерференции есть величина,

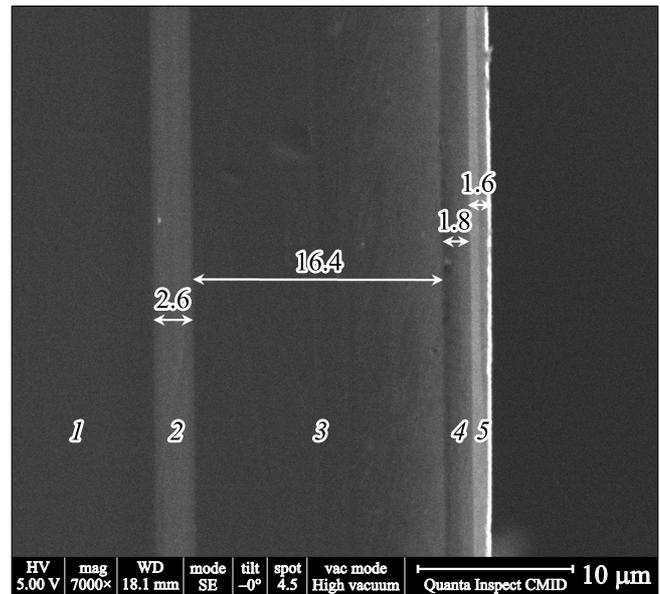


Рис. 5. Торцев четырехслойной эпитаксиальной структуры на SiC, наблюдаемый с помощью растровой электронной микроскопии: 1 — подложка, 2–5 — слой.

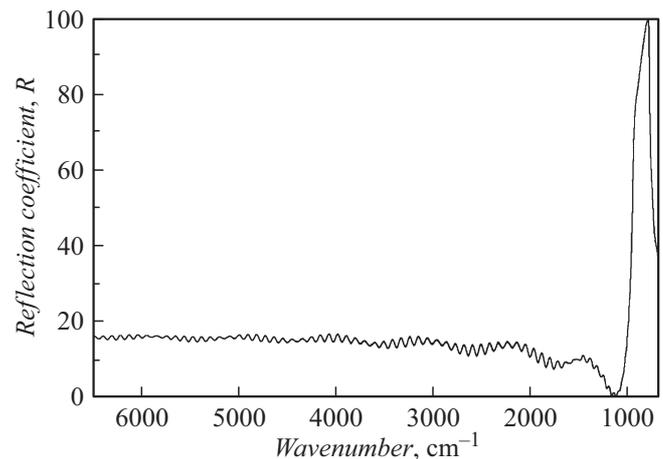


Рис. 6. ИК спектр отражения многослойной эпитаксиальной структуры на SiC.

пропорциональная толщине слоя (слоев) структуры, и именно в толщинах слоев отградуирован график функции фурье-образа спектра.

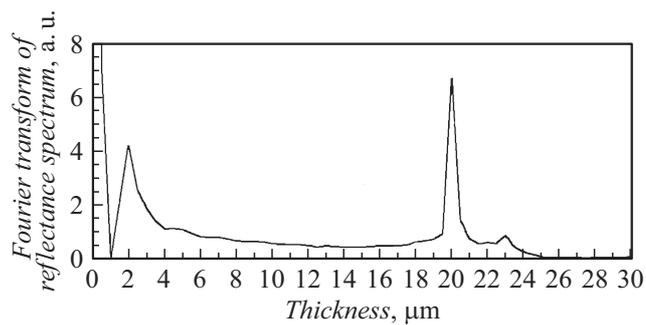


Рис. 7. Определение толщин слоев с помощью фурье-анализа ИК спектра отражения.

Частотный анализ спектра, дающий значения эпитаксиальных слоев данной структуры, показывает, что в спектральной интерференции проявились слои толщиной 20 и 2 мкм. Логично предположить, что эти результаты приблизительно соответствуют суммарной толщине всех слоев, а также толщине сильно легированного верхнего слоя (n^+ с концентрацией $1 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$).

Структура эпитаксиального слоя отличается от структуры монокристаллической подложки, что создает соответствующую оптическую границу и приводит к наблюдению общеструктурной интерференции. А проявлению интерференции в отдельном тонком слое объяснение можно дать следующее. Как отмечено в работе [7], фазовая скорость распространения света в материале с ненулевой проводимостью зависит от последней через квадратичную поправку. По оценкам эта поправка вносит заметный вклад, позволяющий создать отражающую поверхность на границе слоев, лишь при концентрации свободных носителей заряда порядка 10^{18} см^{-3} (и того же порядка концентрациях примеси) в материале карбида кремния n -типа. Для p -карбида кремния, легированного, например, алюминием, такая концентрация носителей достигается лишь при еще больших концентрациях примеси из-за требования более высокой величины ионизации примеси (неполная ионизация) и низкой величины подвижности носителей заряда (дырок). В результате, многослойную структуру, в которой отсутствуют n^+ -слои, по спектральной интерференции можно наблюдать только как однородный материал.

В работе продемонстрирована характеристика подложек и эпитаксиальных структур несколькими бесконтактными методами, среди которых эллипсометрия, ИК спектроскопия, атомно-силовая микроскопия, rastрoвая электронная микроскопия. Показаны возможности методов при определении структурных и электронно-кинетических параметров субмикронных слоев и нанослоев.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках ОКР „Создание промышленного эпитаксиального производства карбидокремни-

евых многослойных структур для отечественного электронного приборостроения“ (Шифр „Ресурс-К“) по заказу Минобрнауки, проводимой как IX очередь Комплексного проекта по созданию высокотехнологичного производства в соответствии с Постановлением Правительства РФ № 218 от 09.04.2010 г.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Лучинин В.В. Анализ кристаллов интегральных схем. С.-Пб: С.-ПбГЭТУ „ЛЭТИ“, 2016. 328 с.
- [2] Димитров Д.Ц., Лучинин В.В., Мошников В.А., Панов М.Ф. // ЖТФ. 1999. Т. 69. Вып. 4. С. 129–131.
- [3] Лучинин В.В., Панов М.Ф. // Микроэлектроника. 2002. Т. 31. Вып. 2. С. 129–134.
- [4] Голоудина С.И., Лучинин В.В., Пасюта В.М., Криштаб М.Б., Панов М.Ф., Розанов В.В., Склизкова В.П., Кудрявцев В.В., Бакланов М.Р. // Нано- и микросистемная техника. 2015. Вып. 12 (149). С. 9–14.
- [5] Nakashima S., Harima H. // J. Appl. Phys. 2004. Vol. 95. P. 3541–3546.
- [6] Narita K., Hijikata Y., Yaguchi H. et al. // Jpn. J. Appl. Phys. 2004. Vol. 43. N 8A. P. 5151–5156.
- [7] Панов М.Ф., Растегаев В.П., Корлякова С.А. // ЖТФ. 2014. Т. 84. Вып. 8. С. 151–153.
- [8] Уханов Ю.И. Оптические свойства полупроводников. М.: Наука, 1977. 368 с.
- [9] Бочкин О.И., Брук В.А., Никифорова-Денисова С.Н. Механическая обработка полупроводниковых материалов. М.: Высшая школа, 1977. 152 с.
- [10] Palik E.D. Handbook of optical constants of solids. San Diego: Academic, 1998. 999 p.