

# FÉLVEZETŐ EGYKRISTÁLYOK FELÜLETI RONCSOLT RÉTEG SZERKEZETÉNEK VIZSGÁLATA

## A CSISZOLÁS HATÁSA

RÓZSA ÉVA

HÍRADÁSTECHNIKAI IPARI KUTATÓ INTÉZET, BUDAPEST

és

STEFÁNIAY VILMOS

EGYESÜLT IZZÓLÁMPA ÉS VILLAGOSSÁGI RT. FÉNYFORRÁSKUTATÁSI FŐOSZTÁLYA

[Beérkezett 1969. március 4-én]

A szerzők a félvezető egykristályok felületén csiszolás hatására keletkezett roncsolt réteg szerkezetével, kiterjedésével és vizsgálati módszereivel foglalkoznak. Beszámolnak röntgendiffrakciós eljárásokkal végzett vizsgálataikról, amelyek során  $\{111\}$  orientációjú germánium és szilícium lemezeken tanulmányozták a roncsolt réteg szerkezetét, ill. vastagságát. Hasonlóképpen röntgendiffrakciós úton mérték a szeleteken kialakult mechanikai hatás okozta görbület mértékét és beszámolnak arról, hogy összefüggéseket találtak a görbületi sugár nagysága és a csiszoló eljárás minősége között.

### I. Bevezetés

Kísérletileg bizonyított tény, hogy kedvező villamos paraméterekkel rendelkező félvezető eszközök gazdaságos előállításához sík felületű, adott vastagságú és orientációjú, lehetőleg tökéletes kristályszerkezetű és nagyméretű kristályszeletek („wafer”-ek) szükségesek. Miután a kiinduló anyag általában egykristályos öntecsekben áll rendelkezésre, a szükséges formát vágással, majd a felület megmunkálásával alakítjuk ki.

Tekintettel arra, hogy a félvezető alapanyagok kemény rideg kristályok, megmunkálásuk koptató, csiszoló módszerekkel lehetséges. Az egyes műveletek — a vágás, a csiszolás, a polírozás — technológiai kivitele eltérő, de az egész folyamatra jellemző, hogy fokozatosan egyre finomabb átmérőjű szemcsékkel végzik a megmunkálást.\* A mechanikai műveleti sor közbenső fokozatának, a csiszolásnak a célja, hogy a vágás, ill. a darabolás folytán keletkezett roncsolt felületi réteget eltávolítsa és egyúttal létrehozza a síkpárhuzamos felületet. Ennek megfelelően a csiszolószemcsék átmérője is közepes, az 5–15  $\mu\text{m}$  közötti mérettartományba tartozik, viszont a vágásnál használatos csiszolóanyag szemcseátmérője 60–70  $\mu\text{m}$  és a polírozóanyagok általában 0,5  $\mu\text{m}$ -nél kisebbek.

Annak ellenére, hogy a csiszolás előzetes, illetve közbenső művelet, nagyon fontos szerepe van a felületkezelési folyamat tökéletes megvalósítása

\* A különböző csiszolóanyagok szerkezetével kapcsolatban E. MENDEL és E. W. JENSEN [1] dolgozatára, a különböző megmunkálási megoldásokkal kapcsolatban W. P. PHARO [2] és E. MENDEL [3] összefoglaló tanulmányára utalunk.

szempontjából. A követelmények is igen szigorúak, mert az esetleg visszamaradó mechanikai károsodások a felület előkészítését, illetve az egész gyártási folyamat eredményességét kockáztathatják.

A csiszolt félvezető felületek vizsgálatát a planáris technológia során felmerült fokozott igények tették időszerűvé. A korszerű félvezető eszközöknél az egyre növekvő alkatrészsűrűség (1 mm<sup>2</sup>-es felületen kialakított tranzisztorok, diódák és ellenállások száma) megvalósításához egyre nagyobbak a követelmények a felületi megmunkálás minőségével szemben.

Ebben a dolgozatban a félvezető egykristályok felületén a csiszolás hatására keletkezett roncsolt réteg szerkezetével, kiterjedésével és vizsgálati módszereivel kívánunk foglalkozni. A részletes tárgyaláshoz elengedhetetlenül szükséges, hogy összefoglaljuk és csoportosítsuk az idevonatkozó nagyszámú és egymásnak gyakran ellentmondó irodalmi adatokat.

A továbbiakban közöljük saját kísérleteink eredményeit és beszámolunk a röntgendiffrakciós eljárásokkal végzett vizsgálatainkról, amelyek során {111} kristálytani orientációjú Ge és Si lemezeken figyeltük meg a roncsolt réteg szerkezetét, ill. vastagságát. Hasonlóképpen röntgendiffrakciós úton mértük a szeleteken kialakult mechanikai hatás okozta görbület mértékét és beszámolunk arról is, hogy összefüggéseket találtunk a görbületi sugár nagysága és a csiszoló eljárás minősége között.

## II. Irodalmi áttekintés

### 1. *A félvezető egykristályokon csiszolás hatására kialakult roncsolt réteg szerkezete*

A felület mechanikai megmunkálása során a csiszolószemcsék kisebb-nagyobb darabokat tördelnek ki a kristálytömbből. A kitöredezett részek hasadással, ill. kagylós töréssel válnak el a felülettől és eközben a még összefüggő egykristályos felület is sérüléseket szenved. Végeredményben a kialakult roncsolt struktúra összetett és egymástól nehezen elválasztható rétegekből áll. Ha a csiszolás után kialakult szerkezetet némileg idealizálva ábrázoljuk (1. ábra), úgy a következő rétegeket különböztetjük meg:

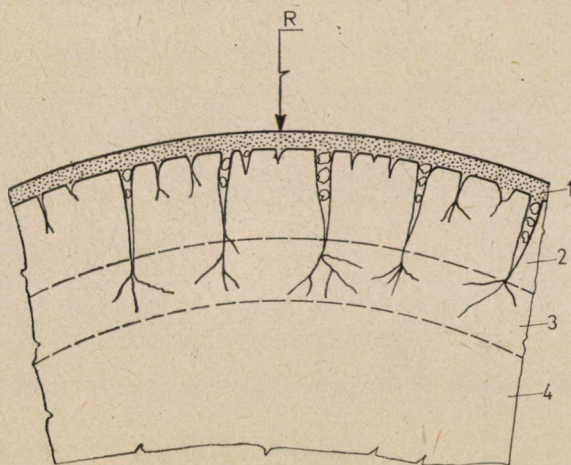
A felületet polikristályos törmelék borítja keveredve a csiszolószemcsékkel (1).

Alatta töredezett, repedezett szerkezetű, de már egykristályosnak tekinthető réteg következik (2). A repedéseket a már említett törmelék tölti ki. A repedések, ill. a beszorított csiszolószemcsék hatására a réteg térfogata megnő. Bizonyos kritikus méretnél kisebb szeletvastagság esetén ez a térfogatnövekedés az egykristályos szeletet meggörbíti. Ezzel a jelenséggel a továbbiakban részletesen foglalkozunk.

Az egyes blokkok orientációja a kristály egészétől kissé eltérő, és az átlagos eltérés mértéke az alkalmazott megmunkálás függvénye. H. POSER [4]

1—2°-os orientáció-szórást mért vágás után a germánium szeleteken, ezzel szemben a szerzők csiszolt Si-lemezekén 3 szögperces maximális eltéréseket mértek.

A töredezett réteg alatt plasztikusan, ill. rugalmasan deformált rész található (3). Az átmeneten R. STICKLER és G. R. BOOKER [5] transzmissziós elektrondiffrakciós vizsgálatnál diszlokációkat észlelt. Az egyedi diszlokációk a repedésekhez csatlakoznak, vagy ha a csiszolószemcsék  $1\ \mu\text{m}$ -nél nagyobbak voltak, összefüggő hálózatot alkottak. A diszlokációk keletkezési mechanizmusa



I. ábra. Csiszolt egykristály vázlatos szerkezete ( $R$  a görbületi sugár): 1 polikristályos törmelék, 2 töredezett réteg, 3 rugalmasan-plasztikusan deformált réteg, 4 hibátlan szerkezetű egykristály

még nem tisztázott. E. N. PUGH és L. E. SAMUELS [6] erős mechanikai behatások után már szobahőmérsékleten is megfigyelték diszlokációk keletkezését germánium mintákon, és ezt a csúszási mechanizmussal magyarázták. Más feltevések szerint a megmunkálásnál keletkező erős helyi felmelegedések elérik a plasztikus deformációhoz szükséges hőmérsékletet [7]. (Si-nál a plasztikus deformáció alsó hőmérsékletarára kb.  $600\ ^\circ\text{C}$ , Ge-nál kb.  $350\ ^\circ\text{C}$ .)

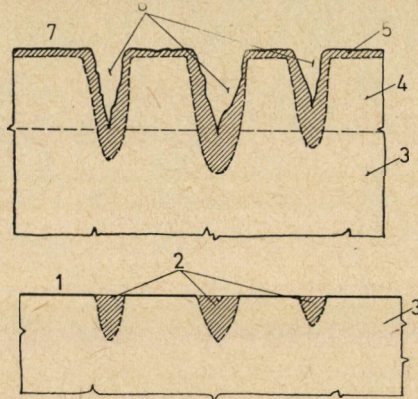
Röntgendiffrakciós topográfiával ilyen eredetű diszlokációkat nem sikerült kimutatni. Ennek oka feltehetőleg az, hogy a karcolások, valamint a repedések környezetében felhalmozódott rugalmas feszültség erős kontraszthatása dominál.

Mint említettük, a töredezett réteg térfogata megnő, a szelet a megmunkált felülettől tekintve konvex irányban görbül. A görbült felület forgási paraboloid formájú [8], de az eltérés a gömbfelülettől csekély, tehát jó közelítéssel a görbületi sugárral ( $R$ ) jellemezhető. A görbület hatására a roncsolt réteg belső határfelületén rugalmas feszültség keletkezik, amely a sérült réteg eltávolítása után megszűnik, és a szelet visszanyeri eredeti sík állapotát [9].



A töredezett és a feszültséges, diszlokációkat tartalmazó részek együttesen alkotják a roncsolt réteget. J. W. FAUST [7] szerint a kitöredezett réteg a roncsolt réteg vastagságának egytizede, E. N. PUGH és L. E. SAMUELS [10] szerint a teljes vastagság egynegyede.

Hibás csiszolási technológia vagy gondatlan megmunkálás esetében a roncsolt réteg vastagságát többszörösen meghaladó mélységű karcok keletkeznek. A karcok mélysége elérheti a 15–20  $\mu\text{m}$ -t. A karcok okozta roncsolás ennél mélyebbre is behatolhat és a polírozó eljárások után is esetleg rejtve maradhat (2. ábra). Ilyen esetben a felület optikailag tökéletesnek látszik, de



2. ábra. A mélyebb karcolások környezetében a polírozás után is maradnak rejtett kristályhibák (1 polírozott felület, 2 sérült kristályrészek, 3 ép kristály, 4 a polírozásnál eltávolított réteg, 5 sérült réteg, 6 karcok, 7 csiszolt felület)

ennek ellenére hibás, és a károsodott részek veszélyeztetik a következő műveletek eredményességét (3. ábra). A karcolásokat okozhatják pl. nagyobb csiszolószemcsék, vagy pedig — és ez az általánosabb eset — a szeletek széleiről letöredezett anyagrészek. Célszerű tehát a csiszoló eljárásoknál a szeletek széleit körkörösén megmunkálni annak érdekében, hogy a kitöredezés elkerülhető legyen.

## 2. A roncsolt réteg hatása a félvezető eszközök működésére

A roncsolt réteg hatása a félvezető eszközök működésére a következő:

a) A mechanikai feszültségek a szeletet ért hőkezelések (epitaxiás növesztés, diffúzió stb.) hatására diszlokációkká alakulnak át. Az eredeti kristályszerkezet közben romlik és a diszlokációsűrűség több nagyságrenddel megemelkedik.

b) A csiszolás közben a repedésekbe beékelődött csiszolószemcsék nem kívánt szennyezéseket visznek a kristályrácba.

c) Megváltozik a kisebbségi töltéshordozók felületi rekombinációjának sebessége és a kívánt villamos paraméterek nem érhetőek el.

d) A diffúziós és ötvözéses folyamatok a repedések mentén fokozottabban mennek végbe, az átmenet határvonala tehát nem egyenes vonalú és ennek hatására megnő a zajszint, ill. átütések keletkeznek.

e) Az epitaxiás növekedés a hibás részeknél tökéletlenül megy végbe, pl. ikernövekedés következhet be és rétegződési hibák keletkeznek.

f) A görbült felület önmagában is megnehezíti az egyes technológiai műveletek tökéletes végrehajtását, pl. a planáris technológiában a fotográvirózásnál szükséges maszkolást.

### 3. A roncsolt réteg vastagságát meghatározó paraméterek

A felületi megmunkálás következtében kialakuló roncsolt réteg vastagságát, ill. szerkezetét az alkalmazott technológia paraméterei határozzák meg. Tekintsük át tehát J. W. FAUST [7] összefoglaló tanulmánya alapján ezeknek a paramétereknek a hatását, kiegészítve a megmunkálandó alapanyag saját-ságaival:

a) A csiszolópor szemcseátmérője és a sérült réteg vastagsága között Si és Ge egykristályok esetében lineáris összefüggés figyelhető meg. FAUST szerint Ge felületen a roncsolt réteg vastagsága a szemcseméret 70%-a, Si felületen pedig 15%-a.

b) A csiszolópor anyaga is befolyásolja az eredményt. A használatos csiszolóanyagok: az alundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), a szilíciumkarbid (SiC) és a gyémántpor. Az  $\text{Al}_2\text{O}_3$  és a gyémántpor szemcséi közel gömb alakúak, a SiC viszont hengeres.

c) Adott szemcseméretű csiszolópor esetén a csiszolás kivitelezési módjától is lényegesen függ a sérült réteg vastagsága. Pl. a rögzített szemcsék vastagabb, a szabadon mozgó szemcsék vékonyabb roncsolt réteget hoznak létre. A csiszolótárcsa forgási sebessége, az alkalmazott nyomás, a tárcsa anyaga mind lényeges paramétere a csiszolási technológiának. A sok változó igen megnehezíti az irodalomban közölt eredmények összehasonlítását és értékelését.

d) A szuszpendáló közeg és a hőmérséklet befolyása is kimutatható. A szuszpendáló anyag általában víz. Maró keverékek (pl. borkősav vizes oldata) használata csökkenti, a hőmérséklet emelése pedig növeli a roncsolt réteg vastagságát.

e) Adott csiszolási technológia esetén is lényeges eltérés figyelhető meg különböző alapanyagok csiszolásakor. Bár konkrét összefüggést nem ismerünk, de megállapítható, hogy általában keményebb anyagokon vékonyabb roncsolt réteg keletkezik.

f) Az azonos alapanyagokon kialakult roncsolt réteg vastagsága orientációtól függő. Feltételezhető, hogy az alakítás közben elsősorban hasadás játszódik le, és a hasadás a legtömöttebb {111} síkokon következik be. A hasadás

szempontjából azok az  $\{111\}$  síkok a kedvezőek, amelyek a kristályfelülettel kis szöveget zárnak be. A lehetséges hasadási síkok az  $\{111\}$  felülettel  $0^\circ$ - és  $70,5^\circ$ -os, az  $\{100\}$  felülettel  $54,75^\circ$ -os és az  $\{110\}$  felülettel  $35,27^\circ$ -os és  $90^\circ$ -os szöveget zárnak be.\*

A kísérleti eredmények is igazolták azt a feltételezést, hogy a roncsolt réteg vastagsága az  $\{111\}$ , az  $\{110\}$  és az  $\{100\}$  kristálytani orientációk sorrendje szerint növekszik.

#### 4. A roncsolt réteg vastagságának mérési módszerei

Láttuk, hogy a roncsolt réteg vastagságát a számos nehezen kézben tartható technológiai tényező befolyásolja. Ezzel magyarázható a roncsolt réteg vastagságáról az irodalomban található sok ellentmondó adat. Az eltérések visszavezethetők egyrészt a mérési módszerek különbözőségére, valamint a csiszolás technológiai megoldásának eltérő voltára. Mi sem jellemzőbb a kérdésre, mint R. STICKLER és J. W. FAUST [11] dolgozata, amelyben a két szerző hosszas viták után arra a következtetésre jutott, hogy mindkettőjük mérése korrekt, de az egyikük módszerével azt a mélységet határozták meg, amennyire a sérülés maximálisan behatolt az alapanyagba, a másik módszerrel viszont a sérült rész átlagos mélységét mérték. Ezek a tények azt a felismerésünket támasztják alá, hogy a csiszolással megmunkált felületet a roncsolt réteg vastagsága, ill. szerkezete szempontjából minden egyes kutatóhelyen külön ajánlatos megvizsgálni.

Az általában alkalmazott vizsgálati eljárások a következők lehetnek:

a) Az *optikai módszerek* (interferencia és fáziskontraszt mikroszkópia) gyorsak, kis beruházást jelentenek és eléggé elterjedtek. A megfigyeléseket általában rövid idejű kémiai maratás vagy dekorációs eljárás előzi meg. A roncsolt réteg vastagsága ferde csiszolatok készítése után közvetlenül is meghatározható. Ezt a módszert többen is alkalmazták [3, 10, 12–15].

b) Szokásos, elsősorban a polírozott felületek *elektronmikroszkópos* vizsgálata. A felvételek replika alkalmazásával készülnek, 5000–30 000-szeres nagyításokkal [16, 17].

c) A kristályrács szerkezetéről a legtöbb információt a *diffrakciós módszerekkel* kapjuk. A hibás rácsrészek különböző kontrasztfeltételek hatására kimutathatók vagy elválaszthatók a hibátlan tartományoktól.

Jó felbontóképességük folytán igen előnyösek az *elektrondiffrakciós* módszerek. A felvétel készítési módja lehet felületi reflexiós, ill. transzmissziós. A transzmissziós technikával a még vizsgálható réteg azonban rendkívül vékony, így Si esetében kb.  $2 \mu\text{m}$ . Ezáltal a mintakészítés nehézkes és a meg-

\* Az  $\{111\}$  felületeken a hasadás mindkét említett síkon végbemehet, természetesen a felülettel párhuzamos síkokon nagyobb valószínűséggel, az  $\{110\}$  felületnél a  $90^\circ$ -os hasadás nem valószínű.

figyelhető térfogat is kicsiny. Alkalmazása elsősorban a kutatásban indokolt [18].

H. POSER a kristályszerkezetet lépcsősen maratott mintákon vizsgálta *felületi reflexiós technikával*. A felvételeken az ún. Kikuchi-vonalak megjelenése volt a tökéletes kristályfelület kritériuma. Ily módon a minták felületének ismert mélységű fokozatos maratásával a roncsolt réteg vastagsága nagy biztonsággal megállapítható [4].

A *röntgendiffrakciós* eljárások gyors és roncsolásmentes mérésekre adnak lehetőséget, tehát az üzemi gyártásellenőrzés céljaira is alkalmasak [19].

A *röntgendiffrakciós topográfiával* az egykristály „hibatérképét” készíthetjük el. Egyidejűleg több nyégyzetcentiméteres felületről készíthetünk felvételt, akár 2–3 mm vastag kristályszeletről is. A felbontás azonban korlátozott, kb. 2–5  $\mu\text{m}$  a még elkülöníthető pontok távolsága. A felvételeken a felületi, ill. térfogati hibák is jól megkülönböztethetők [18, 20–22].

Ha a teljes kristályfelületről egy átlagos, a minőségre jellemző mérőszámot kívánunk meghatározni, ez az ún. *diffrakciós görbe* („rocking curve”) felvétele útján lehetséges. Hasonló eredménnyel jár a *dinamikus hatások* mérése is. A mérések általában az integrált intenzitás, az anomális abszorpciós és az extinkciós effektusok változásainak nyomankövetésére irányulnak. Segítségükkel a kristályrács tökéletlenségei „számszerűen” és fokozatosan követhetők, pl. ismételt maratások hatása vizsgálható [9, 14, 18, 23–27].

d) A roncsolt réteg vastagságára jellemző adatok birtokába juthatunk, ha a réteg különböző fizikai hatásait vizsgáljuk. Célravezető pl. a *villamos jellemzők*, mint pl. a felületi rekombináció sebességének mérése [28].

e) Többen vizsgálták a *marási sebesség változását* a roncsolt réteg vastagságának függvényében. A marást állandó hőmérsékleten azonos időtartamig végezve mérték az eltávolított anyagmennyiséget. Ha a marási sebesség állandóvá vált, a felületen a kristályszerkezet már tökéletesnek tekinthető. A módszer reprodukálhatósága kb. 2% és más mérési módszerekkel is kielégítően egyezik [7, 12, 14, 29].

f) A csiszolt felület minősége igen jól jellemezhető a csiszolás okozta *görbületi sugár mérésével*. A mérés történhet optikai úton [30–33] vagy pl. röntgendiffrakciós módszerekkel [34, 35].

### III. Kísérleti módszerek

A csiszolt félvezető felületekre vonatkozó vizsgálatainkat röntgendiffrakciós módszerekkel végeztük, mégpedig az egyedi hibák vizsgálatát Lang-típusú röntgendiffrakciós topográfiával. A röntgentopográfias vizsgálatainkról más helyen már részletesen beszámoltunk [22]. Ebben a dolgozatunkban is szeretnénk kiemelni a módszer érzékenységét, mert ilyen módon viszonylag egyszerű eszközökkel egyedi diszlokációk is jól megfigyelhetők.



A kristályszeletek felületi minőségéről értékes információkat kaptunk a roncsolt réteg hatására keletkezett *görbület mérésével*. Az általánosan ismert mérési, optikai mechanikai eljárások helyett egy általunk kialakított diffrakciós mérési módszert alkalmaztunk [35]. Módszerünk lényege (röviden összefoglalva) az, hogy széles, de megközelítőleg párhuzamos röntgensugár-nyalábbal megvilágított kristályszeleten megfelelő beállítás után a karakterisztikus komponensek keskeny nyalábok formájában reflektálódnak. A reflexiós helyzet rögzítése után a szeletet saját síkjával párhuzamosan elcsúsztatva, a reflektált vonalak helyzete változatlan, ha az elcsúsztatás vonalán belül a *reflektáló síkok orientációja változatlan* marad. Ha orientációváltozás van, a reflektált vonalak ezzel arányosan elvándorolnak. Az elcsúsztatás távolságán ( $h$ ) belül fellépő  $\varepsilon$  orientációeltérést a  $K_{\alpha,2}$  komponensek ismert szögfelbontásához viszonyítottuk. A leképezés fotóemulzióra történik, melynek helyzete rögzített (eltérés pl. a Lang-típusú topográfától).

Ha az orientációeltérés a lemezen folyamatos, a szelet gömbfelület mentén görbült és a görbületi sugár  $R = h/\varepsilon$ . A módszer közepes pontosságú, de gyors és teljesen roncsolásmentes. A felvételekészítés az értékelésekkel együtt mindössze 5–10 percet vesz igénybe. A szeletek felületi kialakítása nem befolyásolja a mérési pontosságot, eltérően az optikai vagy mechanikai módszerektől.

Az általunk alkalmazott berendezésen pl. 20 mm átmérőjű szeleten minimalisan 10 szögmásodperces orientációeltérések mérhetőek és ez kb. 200 m-es görbületi sugárnak felel meg. A csiszolt felületek hatására keletkezett görbületi sugár ennél lényegesen kisebb;  $R = 1-3$  méter.

A görbületmérések céljaira készült felvételeinkről további, *az egykristályfelületre jellemző adatok* is nyerhetőek. Ugyanis a karakterisztikus vonalak távolsága, ill. eltolódása a görbületre, a vonalak szélessége pedig a kristályrács minőségére jellemző.

A felvételeket Mo-anódú  $1 \times 1$  mm effektív fókuszfelületű *Philips* gyártású sugárforrással készítettük 50 kV és 20 mA gerjesztés mellett. A fókuszszelet távolság 1300 mm, film-szelet távolság a topográfias felvételeknél 10 mm, a görbületméréseknél kb. 60 mm volt.

A reflektáló síkok az  $\{111\}$  orientációjú mintákon a felületre merőleges  $\{110\}$  síkok voltak. A felvételeket *Ilford L 4/100*  $\mu\text{m}$ -es emulzióra, ill. *Gaevert D 7-es* és *D 4-es* filmre készítettük.

#### IV. A kísérleti eredmények

Kísérleteinkhez  $\{111\}$  orientációjú Si és Ge szeleteket alkalmaztunk. Külön mérési sorozatban vizsgáltuk a különböző csiszolási technológiákat és a különböző csiszolóanyagok hatását. Si lemez felületét 600-as szitaszámú



alfa-korund vizes szuszpenziójával állótárcsán kézzel csiszolva, a *roncsolt réteg vastagságát* 6—8  $\mu\text{m}$ -nek találtuk. A 250  $\mu\text{m}$  vastag, mindkét oldalán csiszolt, majd az egyik felületén mart Si szeleteken mért görbületet az I. táblázatban tüntettük fel. Mindkét oldalán csiszolt, majd az egyik felületén mart 500  $\mu\text{m}$  vastag germánium szeleteken mért görbületi sugarat a II. táblázatban foglaltuk össze.

I. táblázat

Csiszolt felületű Si kristálylemezek görbülete

A csiszolás módja	A csiszolópor		Görbületi sugár, R [m]
	anyaga	szemcsemérete [szitaszám]	
Lapmaster technológiával csiszolva*	SiC	600	2,0
	SiC	800	2,9
Forgó acéltárcsán kézzel csiszolva	SiC	600	1,45
Állótárcsán egyenként kézzel csiszolva	SiC	600	1,8
	SiC	800	1,5
	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$	500	1,3
	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$	800	1,1

\* A Lapmaster technológia lényege, hogy forgó öntöttvas csiszolótárcsán az ellentétes irányban forgó szelettartó szerszám, rögzítő gyűrű irányítására, bolygó mozgást ír le. A szerszámra a megmunkálandó szeleteket folyadék (pl. glicerin) segítségével illesztik és a csiszolás folyamán állandó vizes szuszpenziót adagolnak. A Lapmaster síkcsiszoló berendezést a Payne Prod. Int. Lim. angol cég gyártja.

II. táblázat

Csiszolt felületű Ge lemezek görbülete

A csiszolás módja	A csiszolópor		Görbületi sugár, R [m]
	anyaga	szemcsemérete [szitaszám]	
Lapmaster technológiával csiszolva	SiC	500	2,5
	SiC	600	3,0
	SiC	800	3,7
Állótárcsán egyenként kézzel csiszolva	SiC	500	2,5
	SiC	600	3,0
	SiC	800	3,0

## V. Az eredmények értékelése

Röntgendiffrakciós topográfias módszerrel végzett vizsgálataink alapján megállapítottuk, hogy a csiszolás által létrehozott rácshibák összefüggő kontrasztként figyelhetők meg a felvételeken (4. ábra). A roncsolt réteg a szelet maratása után eltűnik és megjelenik a kristály diszlokációhálózata (5. ábra).

Roncsolt réteg vastagságának meghatározásán kívül a csiszolási eljárás minősítésére alkalmasnak találtuk a csiszolás okozta görbület mérését is.

Mindkét felületén csiszolt szeleten természetesen görbület nem mérhető, a két ellentétes hatás kiegyenlíti egymást. Az egyik felületről pl. kémiai-mechanikai polírozással eltávolítva a roncsolt réteget, a szelet rugalmasan deformálódik. Vizsgálatainkat általában ilyen módon kialakított mintákon végeztük és ez megegyezik a planáris technológia műveleti sorában alkalmazott egykristályos szeletek szokásos kiindulási állapotával. A görbület a szeletek mindkét oldalának lemarása után eltűnt, a szelet visszanyeri eredeti sík voltát.

Az 1. és 2. táblázatban feltüntetett eredmények jól egyeznek C. WENZEL [30] adataival, aki  $12 \mu\text{m}$  átmérőjű szemcsékkel végzett csiszolás után 2,5 m-es görbületi sugarat és W. DASH [33] eredményeivel, aki 1,2 m-es görbületi sugarat mért optikai úton.

Állótárcsán kézzel csiszolva a szeleteket a kisebb szemcseátmérőjű csiszolóanyaggal lényegesen *hosszabb* idő szükséges egyenletes csiszolt felület kialakításához. Ez a tény okozza azt a látszólagos ellentmondást, hogy kisebb szemcseátmérőjű porokhoz kisebb görbületi sugár tartozik.

A germánium felületén csiszolás után vastagabb roncsolt réteg alakul ki, minthogy azonban a szeletek is vastagabbak voltak, a görbületi sugár értéke nagyobb. Feltehetően a vastagabb roncsolt réteggel magyarázható az a tény, hogy az eltérő minőségű csiszolóanyagok hatása Ge esetében a görbületnél kevésbé nyilvánul meg, a roncsolt réteg bizonyos fokig „védi” az alapkristályt a csiszolószemcsék közvetlen hatásától.

A görbületi sugár, ill. a roncsolt réteg vastagságának ismeretében közelítő számítást végeztünk a felületi rétegben kialakult átlagos feszültség meghatározására, figyelembe véve a görbület forgási paraboloid jellegét [8]. Számításunkhoz a következő összefüggést használtuk:

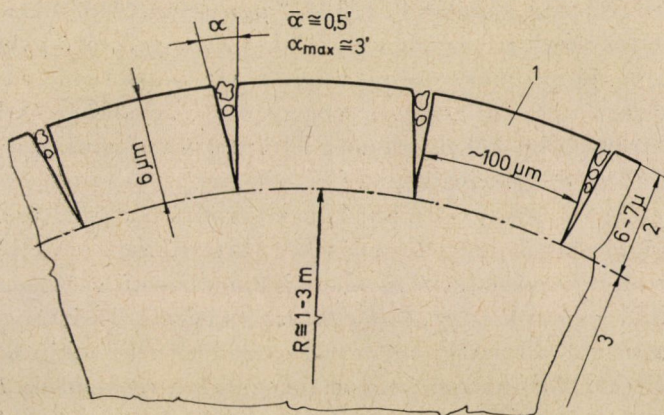
$$\sigma_{\text{film}} \cong \frac{E}{(1-\nu)^3} \cdot \frac{(t_{\text{substr.}})^2}{t_{\text{film}}} \cdot \frac{1}{2R},$$

ha  $t_{\text{substr.}} \gg t_{\text{film}}$ .

Az egyenletben a következő jelöléseket használtuk:  $E$  a kristályhordozó Young modulusa;  $\nu$  a Poisson-szám;  $t_{\text{substr.}}$  és  $t_{\text{film}}$  az alapkristály, ill. a roncsolt réteg vastagsága;  $R$  a görbületi sugár. A szorzat első tagja  $\{111\}$  orientációjú kör alakú Si szeletet feltételezve  $7,684 \cdot 10^{11}$  dyn/cm<sup>2</sup>. Továbbá pl.  $t_{\text{substr.}} = 220 \mu\text{m}$ ,  $t_{\text{film}} = 6 \mu\text{m}$ ,  $R = 2$  m paramétereket véve, az egyenlet alapján  $\sigma_{\text{film}} = 1,5 \cdot 10^9$  dyn/cm<sup>2</sup>.

Az átlagos feszültség megközelíti J. R. PATEL és A. R. CHAUDHURI által mért  $\sigma_{\text{max}} = 6 \cdot 10^9$  dyn/cm<sup>2</sup> értéket [36], amely a Si szobahőmérsékleten mért folyási határa. A helyi feszültségcsúcsok természetesen az átlagosnál jóval nagyobbak lehetnek és elérhetik az említett határértékeket is.

A görbületi sugarat vagy pontosabban az ismert távolságon belüli orientáció eltérést ismerve, következtetéseket vonhatunk le az egyedi blokkokra töredezett részek közötti kristálytani orientáció eltérésekkel kapcsolatban. A számításnál feltételeztük, hogy a blokkok azonos méretűek és az orientáció eltérés egyenletesen oszlik meg közöttük (6. ábra). A blokkok szélessége a topográfiai felvételek alapján kb.  $100\ \mu\text{m}$ -nek vehető. Ha  $R = 1$  méter a görbületi sugar, az egyedi blokkok között kb.  $0,5$  szögperc az átlagos orientáció különbség.



6. ábra. A csiszolás hatására eltérően orientált „blokkok” alakulnak ki (1 töredezett „blokkok”; 2 roncolt réteg; 3 ép kristály)

A diffrakciós vonalak szélesedése alapján ennél az átlagos szögeltérésnél nagyobb, kb. 3 perces eltéréseket mértünk. A különbség feltehetően abból adódik, hogy a blokkok között az orientáció különbség nem egyenletesen oszlik meg. Ezért is hangsúlyozni kívánjuk, hogy a 6. ábrán bemutatott modell csupán közelítő képet szolgáltat és csak a tényleges helyzet vázlatos szemléltetésére alkalmazható.

A görbületmérések céljaira készült felvételek alapján értékes információkat kaptunk a szeletek felületének hibaszerkezetéről is.

Tekintsünk meg egy olyan felvételt, amelyen egy Si egykristály szelet különböző minőségű felületi részlete látható (7. ábra). A minták hátoldala közel tökéletes szerkezetű, a vizsgált felület egy részét roncolt réteg borítja, a másik része pedig hibamentes. A hibamentes felületről reflektálódó  $K_{a1}$  és  $K_{a2}$  komponensek szélességét a sugárnyaláb divergenciája, a karakterisztikus vonalak spektrális szélessége és a kristályrács minősége határozza meg. Mint-hogy ezen a felületen a kristályrács közelítőleg tökéletes volt, és a spektrális szélesség elhanyagolhatóan kicsiny, kiterjedésüket elsősorban a sugárnyaláb divergenciája határozza meg. A hibás részeken, ahol a kristályrács torzulásokat tartalmazott, a vonalak jelentősen kiszélesedtek. A szelet szélei felé ez a hatás

még erősebb, tehát ezeken a részeken a megmunkálás közben keletkezett hibák fokozottabbak. (Geometriai vagy egyéb diffrakciós hatások ezt nem okozhatják, mert a hibátlan részeken a kiszélesedés nem jelentkezik.) Az anomáliát a szeletek széleire érkező „friss” csiszolószemcsék és a csiszolószerszámoknak a vízszintes iránytól való esetleges eltérései (pl. kézi csiszolás) okozzák. Si egykristályon a csiszolt felület minőségét különböző mélységekben tanulmányozhatjuk, a felület rétegenkénti lemarását (ún. lépcsős marást) alkalmazva. Ezt a kísérletünket a 8a. és 8b. ábrásorozaton mutatjuk be.

A karakterisztikus vonalak 0, 1, 3, 4, 7  $\mu\text{m}$ -es mart lépcsőket hidaltak át. A számszerű értékelések érdekében a vonalakat Zeiss gyártású gyorsfotométerrel mértük ki, majd grafikusán ábrázoltuk. A vízszintes tengelyen a reflexiós szög relatív változásait, a függőleges tengelyen a feketedés értékeket ábrázoltuk. A fotomeétrált görbékkel egyidejűleg feltüntettük a karakterisztikus vonalak egyikének ( $K_{\alpha 1}$ ) diffrakciós képét.

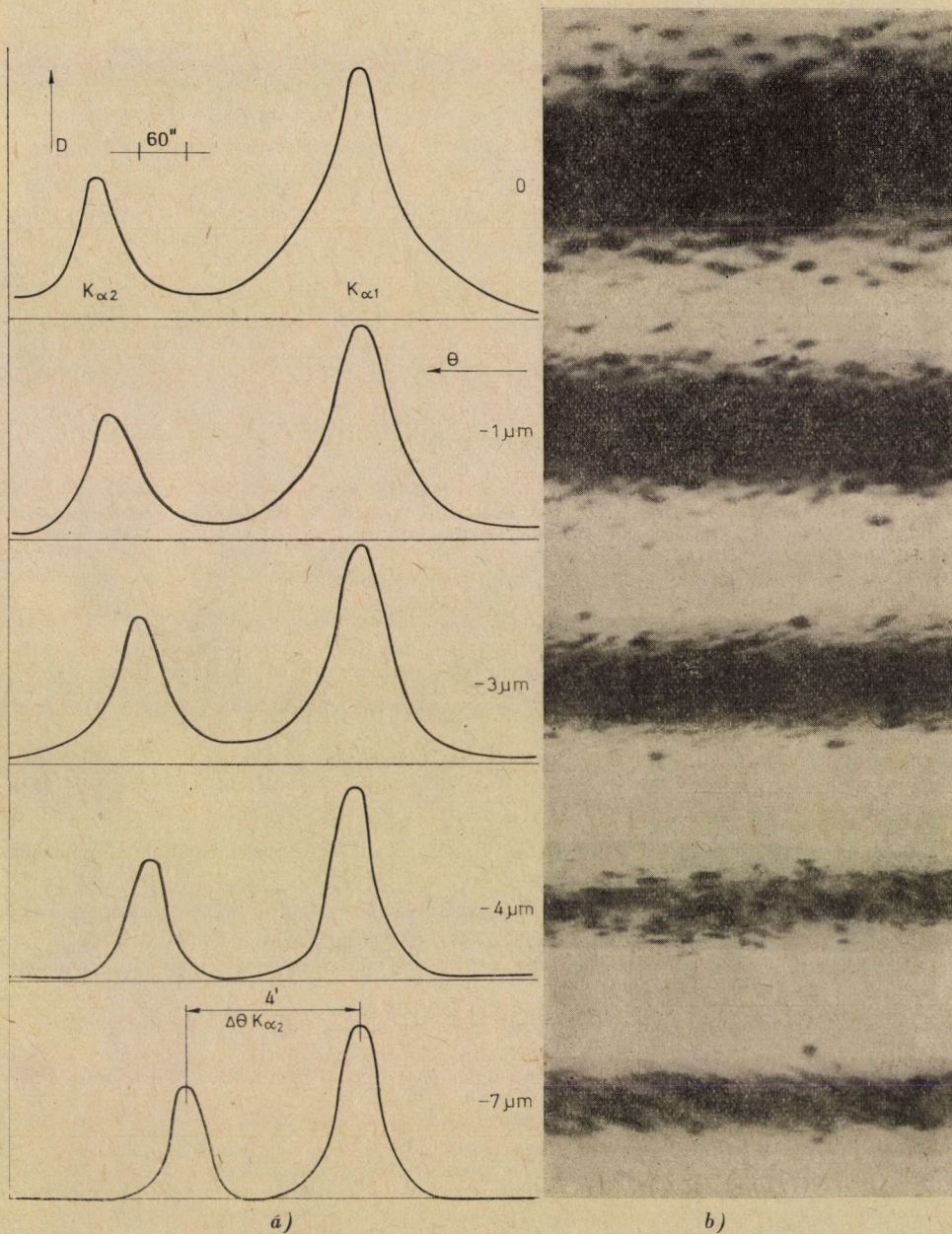
Az összefüggő roncsolt réteg kb. 4  $\mu\text{m}$  eltávolítása után eltűnik, de a meglevő pontszerű rácshibák helyi torzulásokra (kitöredezett gödrök) mutatnak. Ezt a megfigyelést alátámasztja az alapszint ugrásszerű csökkenése is. 7  $\mu\text{m}$  eltávolítása után a gödrök nagy része eltűnt, megjelenik a kristálytömb eredeti diszlokációs hálózata, a kristályfelület már „tökéletesnek” tekinthető. A vonalak távolsága (görbület) hasonlóképpen fokozatosan csökken és 7  $\mu\text{m}$ -es lépésnél eléri a sík kristálylemezen elméletileg is indokolt  $K_{\alpha 1,2} \approx 4$  szögperces értéket [Si ( $\bar{2}20$ ) reflexió,  $\text{MoK}_\alpha$  sugárzás].

A görbület méréséhez készített felvételeinkben több esetben felfigyelünk a szeleten rejtve maradt mikrorepedésekre is. A repedést a nem kielégítően végzett csiszolás okozta. A repedések környezetében eltorzulnak a karakterisztikus vonalak (9. ábra), vagy pedig az alapszint a feszültségtér hatására megemelkedik, vagyis a feszültségmező diffrakciós képe megjelenik a felvételen (10. ábra). Hasonlóképpen az ilyen típusú felvételek alapján becsülhető az alapanyag-diszlokáció sűrűsége, természetesen a Lang-felvételekhez viszonyítva rosszabb felbontással.

## VI. Következtetések

Az idevonatkozó irodalom áttanulmányozása és saját vizsgálataink alapján arra a következtetésekre jutottunk, hogy a csiszolási eljárások jellemzésére közölt adatok a roncsolt réteg vastagságára vonatkozóan csak adott technológiával elvégzett és mások által nehezen vagy alig reprodukálható felületi megmunkálásokra érvényesek. Az egyes műveletek, így a csiszolás kivitelezésénél is az irodalmi adatok gépies felhasználása helyett a minősítéshez mindenképpen szükséges saját vizsgálati módszereket kialakítani. A vizsgálat történhet vagy egyszerűen optikai módszerekkel, vagy igényesebb diffrakciós mód-





8. ábra. A roncsolt réteg fokozatos eltávolításával arányosan csökken a karakterisztikus vonalak távolsága és szélessége; az ábrán a karakterisztikus vonalak fotometrált görbéi (a) és a  $K_{\alpha 1}$  vonal egy részletének fotomásolata (b) látható

szerekkel. Nem elégedhetünk meg azonban egy jellemző, pl. a roncsolt réteg átlagos vastagságának meghatározásával. A vizsgálatokat ki kell terjeszteni a roncsolt réteg egyenletességének, a különböző helyi behatások pl. karcok hatásának és a roncsolt réteghordozó kristály kölcsönhatásainak tanulmányozására. Ez utóbbi paraméter a szelet görbületére vonatkozó vizsgálatokat is magában foglalja. Vizsgálataink alapján kidolgoztuk azokat az ellenőrzési módszereket, amelyekkel a csiszolt félvezető felületeinket egyértelműen minősíteni tudjuk, és a roncsolt réteg vastagságán és egyenletességén kívül a szelet görbülségét mint paramétert is tekintetbe vesszük.

\*

Köszönetünket fejezzük ki SZÉP IVÁNNAK és GADÓ PÁLNAK értékes tanácsaikért, megjegyzéseikért, valamint ZOLTAI GYULÁNAK a csiszolási kísérletekben való aktív közreműködéséért.

#### IRODALOM

1. MENDEL, E.—JENSEN, E. W.: *Semicond. Prod.* **8** (1965), 29.
2. PHARO, W. P.: *US Gov. Res. Rept.* AD 264 249.
3. MENDEL, E.: *Solid-State Techn.* **10** (1967), 10.
4. POSER, H.: *I.H.T. Mitteilungen* **2** (1963), 62.
5. STICKLER, R.—BOOKER, G. R.: *Phil. Mag.* **8** (1963), 859.
6. PUGH, E. N.—SAMUELS, L. E.: *Phil. Mag.* **8** (1963), 301.
7. FAUST, I. W.: *Electrochem. Techn.* **2** (1964), 339.
8. GLANG, R.—HOLMWOOD, R. A.—ROSENFELD, R. L.: *Rev. Sci. Instr.* **36** (1965), 7.
9. RENNINGER, M.: *Crystallography and Crystal Perfection* (Ed. RAMACHADRAN, G. N.) Academic Press, New York 1963; 145.
10. PUGH, E. N.—SAMUELS, L. E.: *J. Electrochem. Soc.* **111** (1964), 1431.
11. STICKLER, R.—FAUST, I. W.: *Electrochem. Techn.* **4** (1966), 399.
12. MENDEL, E.—JACOBSEN, H. R.: *Semicond. Prod.* **8** (1965), 38.
13. BOGENSCHÜTZ, A. F.—LANGHEINRICH, W.—MESSINGER, W.: *Metalloberfläche* **18** (1964), 193.
14. BUCK, F. M.—MCKIM, F. S.: *J. Electrochem. Soc.* **103** (1957), 539.
15. GUTSCHE, H. W.: Surface Damage in Si (előadás). IEEE Mikroelektronikai Szimposium, Clayton (Miss.) 1967.
16. NOGGLE, T. S.—STIEGLER, I. O.: *J. Appl. Phys.* **30** (1959), 1279.
17. BOGENSCHÜTZ, A. F.—MENDEL, E.—MEIERAN, E. S.: *J. Appl. Phys.* **36** (1965), 2544.
18. STICKLER, R.—MEIERAN, E. T.: *Trans. AIME* **242** (1968), 413.
19. AULEYTNER, I.: *X-ray Methods in the Study of Defects in Single Crystals*. Pergamon Press, New York 1967.
20. SCHWUTTKE, G. H.: *US Gov. Res. Rept.* AD 608 335 (1965), 91.
21. SACCOCIO, E. J.—KKEOWN, W.: *J. Appl. Phys.* **38** (1967), 2702.
22. RÓZSA, É.—STEFÁNYAI, V.: *Tungstam Techn. Mitt.* (közlés alatt).
23. KNUDSEN, J. F.: *Advances in X-ray Analysis* (7. kötet). Plenum Press, New York 1964; 159.
24. WEISSMANN, S.: *Acta Cryst.* **7** (1954), 729.
25. AOKI, H.—MARUYAMA, S.: *J. Phys. Soc. Japan* (1965), 731.
26. KATO, I.—SHINOZAKI, T.—GOTO, K.: *Toshiba Rev.* **19** (1964), 1272.
27. GADÓ, P.—NÉMETHNÉ SALLAY, M. (előadás): I. Magyar Röntgendiffrakciós Konferencia, Dobogókő 1960.
28. KCKELVEY, J. P.—LONGINI, R. L.: *J. Appl. Phys.* **25** (1954), 634.
29. GATOS, H. C. et al.: *J. Electrochem. Soc.* **108** (1961), 645.
30. WENZEL, CH.: *SCP and SST* **10** (1967), 40.
31. TALONI, A.—HANEMAN, A.: *Surface Science* **8** (1967), 323.
32. RÓZSA, É.—STEFÁNYAI, V.: X-ray Topographic Investigation on Mechanically Treated Silicon Wafers (előadás). IV. Magyar Röntgendiffrakciós Konferencia, Esztergom 1968.
33. DASH, C. W.: *J. Appl. Phys.* **29** (1958), 228.

34. HOLLOWAY, H.—BOBB, L. C.: *J. Appl. Phys.* **39** (1968), 2467.  
35. STEFÁNIAY V.: *Mérés és Automatika* **17** (1969), 217.  
36. PATEL, J. R.—CHANDHURI, A. R.: *J. Appl. Phys.* **34** (1963), 2788.

**Untersuchung der zerstörten Schichtstruktur an der Oberfläche von Halbleiter-Einkristallen.** Die Verfasser beschäftigen sich mit der Struktur und der Ausdehnung der an der Oberfläche von Halbleiter-Einkristallen beim Schleifen entstehenden zerstörten Schicht und den diesbezüglichen Untersuchungsmethoden. Sie berichten über ihre röntgen-diffraktometrischen Untersuchungen der Struktur, bzw. der Stärke der zerstörten Schicht auf Germanium und Siliziumplättchen der Orientation  $\{111\}$ . Ähnlicherweise maßen sie röntgen-diffraktometrisch die unter der Wirkung von mechanischen Einflüssen entstandene Krümmung der Plättchen und berichten darüber, daß sie zwischen der Größe des Krümmungsradius und der Qualität des Schleifverfahrens Zusammenhänge fanden.

**Investigation of the Destroyed Layer Structure on the Surface of Semiconductor Monocrystals.** The authors deal with the structure and the extent of the layer destroyed by grinding on the surface of semiconductor monocrystals and the related investigation methods. They present the results of their X-ray diffractometric examinations of the structure and the thickness of the damaged layer on  $\{111\}$ -oriented germanium and silicon plates. In a similar way they measured by X-ray diffractometry the curvature of the slices caused by mechanical action and report on relationships between the radius of curvature and the quality of the grinding operation.