



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208968
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
G 01 N 27/26

(22) Přihlášeno 30 03 79

(21) (PV 2168-79)

(40) Zveřejněno 30 01 81

(45) Vydáno 01 02 83

(75)

Autor vynálezu

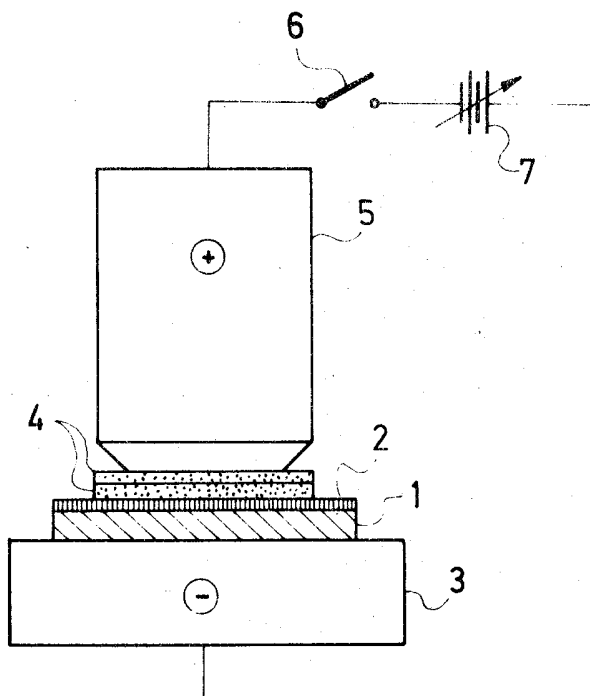
SKŘIVAN BORIS ing., ŘEHÁČEK VLADIMÍR a HÁJEK LEOŠ, PRAHA

(54) Způsob stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických vrstvách

Způsob stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických vrstvách na polovodičových nebo vodivých podložkách elektrickou cestou je nedestruktivní metoda, která umožňuje trvalý záznam poruch.

Účelem je zjistit pohotovou kontrolu těchto tenkých dielektrických vrstev, jejichž kvalita má rozhodující význam na dosažení požadovaných parametrů a spolehlivost zhotovovaných elektronických systémů pevné fáze.

Podle vynálezu se zkoušená destička s tenkou dielektrickou vrstvou umístí do elektrolytického článku, k jehož anodě se přiloží alespoň jedna membránová filtrační folie nasycená elektrolytem, k této folii se přiloží destička s tenkou dielektrickou vrstvou a nakonec katoda. Na elektrody tohoto článku se připojí stejnosměrné napětí a působením elektrického proudu se vylučuje měď v místech strukturních poruch v tenké dielektrické vrstvě. Měď se přenáší na membránovou filtrační folii, kde vytváří trvalý záznam, který je možno kdykoliv vyhodnotit.



Vynález se týká způsobu stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických vrstvách vyloučených na polovodičových nebo vodivých podložkách s přesnou indikací.

V technologii nových elektronických systémů pevné fáze mají klíčovou funkci dielektrické vrstvy o tloušťce od několika set do několika tisíc angströmů. Jsou to zejména tenké vrstvy tvořené termickým kyslíčkem křemičitým SiO_2 nebo vrstvy deponované z plynné fáze jako například nitrid křemíku Si_3N_4 , kyslíčnick hlinitý Al_2O_3 , kyslíčnick křemičitý SiO_2 , kyslíčnick tantalitý Ta_2O_5 , různá skla a podobně. Jejich elektrické, chemické a strukturální vlastnosti ovlivňují parametry a spolehlivost zhotovovaných elektronických systémů. Je proto nutné již při přípravě těchto vrstev kontrolovat jejich kvalitu, určit případné poruchy a učinit včas příslušné opravy v procesu. Častým nedostatkem jsou poruchy strukturální, způsobené póry, drobnými trhlinkami nebo přílišným zeslabením vrstvy. K jejich indikaci byla vypracována již řada fyzikálních a chemických metod, vyžadujících různý stupeň časové, materiálové nebo přístrojové náročnosti. Pro pohotovou servisní kontrolu pórů a mikrotrhlin v tenkých dielektrických vrstvách jsou vhodné nedestructivní elektrolytické nebo elektroforetické metody.

Známa je například metoda, kdy polovodičová destička s dielektrickou vrstvou je učiněna katodou v nádobce naplněné vhodnou dissociovatelnou organickou kapalinou, například metanolem, a do těsné blízkosti vrstvy je zavedena hrotová anoda například z platiny nebo wolframu. Po připojení potenciálu 10 až 100 V se vlivem elektrolyzy v místech pórů nebo mikrotrhlin v tenké dielektrické vrstvě objeví vodíkové bublinky. Tyto lze buď pouhým okem nebo pod lupou pozorovat a odhadnout tak kvalitu dielektrické vrstvy. Tuto metodu lze zjednodušit i tak, že místo nádoby je na destičku s tenkou dielektrickou vrstvou nanášena kapka elektrolytu a do té ponořen hrot anody. Metoda je nedestructivní, vyžaduje však bezprostřední vyhodnocení, neboť obraz strukturních poruch nelze uchovat pro pozdější další posouzení.

Další známý způsob je obdobný předchozího způsobu, je však použito měděné anody. U tohoto způsobu vznikají kolem pórů, mikrotrhlin nebo i zeslabených míst v tenké dielektrické vrstvě usazeniny koloidních částic solí mědi elektroforetickou cestou. Tyto částice vznikají elektrolytickou oxidací měděné anody, nabývají pozitivní náboj a vlivem potenciálního rozdílu migrují elektrolytem a usazují se na dielektrické vrstvě v oblastech, které mají vyšší negativní náboj, tedy v místech strukturních poruch. Úpravou měděné anody do tvaru pro rovnoměrné rozložení elektrického pole a reprodukovatelným nastavením potenciálu mezi dielektrickou vrstvou a anodou lze dosáhnout dobře srovnatelných výsledků. Se zvyšující se silou elektrického pole se částice solí mědi usazují i na méně zeslabených místech, při zachování elektric-

kého pole a prodloužení doby se místa s usazeninami zvýrazňují, jejich počet však neroste. Indikace vadných míst je v tomto případě na destičce s tenkou dielektrickou vrstvou trvalá a lze případně i bez mikroskopického zvětšení porovnávat kvalitu vrstev řady vzorků. Záznam je však možno uchovat pouze na měřené destičce. Při jejím dalším použití je nutno záznam odstranit.

Dalším známým způsobem patřícím mezi elektrolytické metody je metoda elektrografická, která využívá zbarvení redox činidla vlivem anodické oxidace. V tomto případě je destička učiněna anodou a na její povrch s dielektrickou vrstvou je přiložena membránová filtrační folie nasycená roztokem benzidinové sole. Folie je dále přitížena k celé ploše povrchu destičky kovovou katodou. Po přivedení poměrně nízkého potenciálu dojde k lokální anodické oxidaci bezbarvého benzidinu v místech, kde filtrační folie je v kontaktu se strukturními poruchami v tenké dielektrické vrstvě a nastane zde tmavě modré až černé vybarvení. Na odděleném filtru se tak získá replika strukturních poruch v tenké dielektrické vrstvě. Nevýhodou tohoto způsobu zjišťování poruch je skutečnost, že získané zobrazení odpovídá velikosti skutečnému rozměru trhlin a pórů v dielektrické vrstvě a je nutné mikroskopické vyhodnocení pod silným zvětšením. Získaný obraz strukturních poruch nelze zvýraznit ani zvětšit delší časovou expozicí nebo zvýšením potenciálu, neboť křemíková polovodičová destička se v oblasti poruch velmi rychle pokrývá tenkou kyslíčnickovou vrstvou, která brání dalšímu průběhu anodické oxidace a tím i reakci činidla na membránové filtrační folii. Celý proces je velmi choulostivý, indikace je citlivá na dokonalý přítlak filtrační folie k povrchu dielektrické vrstvy, na dokonalé smočení filtrační folie v roztoku činidla a v neposlední řadě je nutno povrch dielektrické vrstvy zbavit dokonale bublinek plynu zakotvených v pórech a trhlinkách, které by mohly separovat filtrační folii od dielektrické vrstvy a zabránit indikaci. Pokud je třeba provést kontrolu indikace poruch téhož vzorku, je nutno destičku s dielektrickou vrstvou preparovat předem slabým roztokem kyseliny fluorovodíkové NF, aby se zbavila tenké vrstvy anodického kyslíčnicku v místech poruch. Mimo tyto nevýhody je nutno při práci s benzidinovým činidlem dbát zvýšených bezpečnostních opatření pro jeho karcinogenní účinky.

U dalšího známého způsobu se vylučuje měď v poruchových místech dielektrické vrstvy na křemíkové podložce i v běžné kyselé mědicí lázni za použití měděné anody. Vyloučené krupičky mědi v pórech a trhlinkách dielektrické vrstvy mají zde však velmi malou přídržnost a po vyjmutí destičky z lázně, opláchnutí a osušení se velmi často od povrchu dielektrické vrstvy oddělí. Přímá kontrola destičky v lázni nebo při průběhu procesu je obtížná.

Uvedené nevýhody se odstraní způsobem stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických

vrstvách na polovodičových nebo vodivých podložkách elektrolytickou cestou podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že se působí stejnosměrným elektrickým napětím na destičku s tenkou dielektrickou vrstvou umístěnou do elektrolytického článku k jehož anodě se přiloží alespoň jedna membránová filtrační folie nasycená elektrolytem, k této folii se přiloží destička s tenkou dielektrickou vrstvou a nakonec katoda, načež se po připojení napětí na elektrody tohoto elektrolytického článku vylučuje měď v místech strukturních poruch v tenké dielektrické vrstvě a takto vyloučená měď se přenáší na membránovou filtrační folii, kde vytvoří trvalý záznam poruch.

Výhodou tohoto způsobu podle vynálezu je snadné hodnocení záznamu poruch na membránové filtrační folii i bez mikroskopického zvětšení. Měď přenesená do membránové filtrační folie je v jejím povrchu pevně zakotvena, takže po opláchnutí a osušení může být trvale uchována, aniž by došlo k narušení získaného záznamu. Při opakování procesu na stejném vzorku není nutno destičku zvlášť preparovat. Případné zbytky mědi v oblastech strukturních poruch nejsou na závadu. Provedení je jednoduché, rychlé, spolehlivé a obejde se bez nároků na zvláštní přístrojové vybavení.

Způsob bude dále blíže popsán na příkladovém provedení podle připojeného výkresu, který představuje sestavu elektrolytického článku se dvěma filtračními foliemi.

Křemíková nebo jiná polovodičová nebo i vodivá destička 1 s tenkou dielektrickou vrstvou 2 se položí na leštěný povrch katody 3, která je buď měděná nebo nerezová. Plocha katody 3 je o něco větší než plocha destičky 1. Spodní strana destičky 1 se zbaví jakékoliv nevodivé vrstvy, aby byl zaručen dobrý elektrický kontakt destičky 1 s katodou 3. Na povrch destičky 1 opatřený tenkou dielektrickou vrstvou 2 se položí dvě membránové filtrační folie 4, které mohou mít například tvar kotoučů. Folie se před položením dobře smočí v elektrolytu. Plocha membránové filtrační folie se volí o něco menší než plocha destičky 1, respektive menší než plocha tenké dielektrické vrstvy 2. Vhodné jsou například membránové filtrační folie na bázi nitrocelulózy s velikostí pórů 0,5 až 1 μm . Elektrolytem je běžná kyselá mědicí lázeň, tvořená vodným roztokem síranu měďnatého s přísadkou kyseliny sírové. Na membránové filtrační folie 4 se položí měděná anoda 5 s leštěnou spodní stranou, která zajišťuje dobrý přitlak membránových filtračních folií 4 k tenké dielektrické vrstvě 2. Přitlak je vhodně volen vyšší než 150 g/cm^2 . Přitlačná

plocha měděné anody 5 je o něco menší než plocha membránových filtračních folií 4. Po sestavení elektrolytického článku se sepne spínač 6 a přivede se potřebné měřicí napětí a proud z napětového zdroje 7. Měřicí napětí a proud se volí podle tloušťky a kvality měřených dielektrických vrstev 2.

Jako příklad možno uvést hodnoty pro vrstvy kyslíčnicku křemičitého SiO_2 a nitridu křemíku Si_3N_4 . Při jejich tloušťce 1000 μm je mezní napětové zatížení asi 500 V. Podle tloušťky jednotlivých vrstev je třeba nastavit měřicí napětí vzhledem k velikosti proudu. Mezní proud pro vyloučení mědi ve filtrační folii 4 je 25 mA. Nastavené napětí a proud se ponechá 2 minuty. Spínač 6 se vypne, měděná anoda 5 se sejme, opláchne destilovanou vodou a osuší. Spodní z membránových folií 4 se vypere v destilované vodě a ihned nebo po jejím osušení se vyhodnotí záznam strukturních poruch. Destička 1 se zbaví elektrolytu oplachem v destilované vodě a osušením, například odstředěním. Vzniklý záznam strukturních poruch na membránové filtrační folii 4 je úplný a trvalý, neboť měď při elektrolyze pevně zarůstá do povrchu filtrační folie 4 a naproti tomu její přidržitost k dielektrické vrstvě 2 na destičce 1 je malá. Navíc je měď vzhledem k malému rozměru poruch a tím i zde soustředěné silné proudové hustotě spíše prášková a proto i v případě, kdy zůstanou její zbytky v některých pórech a trhlinách dielektrické vrstvy 2, se podstatně větší část mědi přenesla do povrchu membránové filtrační folie 4 a slouží k indikaci. Prodloužením doby elektrolytického vylučování nebo též zvýšením potenciálu se úměrně zvyšuje vymědění strukturních poruch, takže jejich obraz na membránové filtrační folii 4 lze dobře vyhodnotit i bez mikroskopického zvětšení.

Na destičku 1 s tenkou dielektrickou vrstvou 2 se pokládají zpravidla dvě nebo i více membránové filtrační folie, jednak se tím zajistí větší rezerva elektrolytu při procesu, jednak se zabrání styku prorostlé mědi první filtrační folií a anodou 5.

Závěrem nutno uvést, že způsob stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických vrstvách podle vynálezu slouží zejména k porovnání kvality vrstev stejného druhu a tloušťky připravených na stejných destičkách. Při měření za stejných podmínek, to je napětím určeným pro příslušný druh vrstev a definovaným proudovým omezením, je tento způsob dokonale reprodukovatelný a vhodný i pro statistické vyhodnocení s trvalým záznamem na filtrační folii.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob stanovení strukturních poruch v tenkých dielektrických vrstvách na polovodičových nebo vodivých podložkách elektrickou cestou, vyznačený tím, že se působí stejnosměrným elektrickým napětím na destičku s tenkou dielektrickou vrstvou

umístěnou do elektrolytického článku, k jehož anodě se přiloží alespoň jedna membránová filtrační folie nasycená elektrolytem, k této folii se přiloží destička s tenkou dielektrickou vrstvou a nakonec katoda, načež se po připojení napětí na elektrody

208968

tohoto elektrolytického článku vylučuje měď membránovou filtrační folii, kde vytvoří trvalý v místech strukturních poruch v tenké dielektrické záznam poruch. vrstvě a takto vyloučená měď se přenáší na

1 výkres

