

COMMISSARIAT  
À L'ÉNERGIE  
ATOMIQUE

CENTRE D'ÉTUDES NUCLÉAIRES  
DE CAPOINOUVE

LABORATOIRE  
D'ÉLECTRONIQUE  
ET DE  
TECHNOLOGIE  
DE L'INFORMATIQUE

We regret that some of the pages in the microfiche copy of this report may not be up to the proper legibility standards even though the best possible copy was used for preparing the master fiche

C.E.A.-C.E.N.-G

le 17 Juin 1975

---

Laboratoire d'Electronique et de  
Technologie de l'Informatique

---

Laboratoire de Microélectronique Appliquée

5. international conference on vapour growth and  
epitaxy. Amsterdam, Netherlands, 18-21 August 1975

CEA-CONF--3394

FR760 1464

CEA-LET/MEA--1083

---

CARACTERISATION PHYSIQUE ET ELECTRIQUE  
DES SUBSTRATS DE CORINDON ET DE COUCHES  
DE SILICIUM EPITAXIEES EN VUE DE LA  
REALISATION DE CIRCUITS INTEGRÉS

---

J. TRILHE  
H. LEGAL  
G. ROLLAND

La technologie "silicium sur isolant" (S.S.I.) permet de réaliser des circuits intégrés rapides, de faible encombrement et durcis aux radiations.

Le Laboratoire d'Electronique et de Technologie de l'Informatique (L.E.T.I.) de Grenoble, avec l'aide de la Direction des Recherches et Moyens d'Essais, travaille sur ce sujet.

Nous avons remarqué que les circuits intégrés complexes réalisés sur des substrats de corindon obtenus par différentes méthodes de fabrication, ont des caractéristiques électriques diverses. Nous avons donc cherché d'éventuelles corrélations entre les défauts macroscopiques du substrat et les caractéristiques électriques du circuit.

## I. CARACTERISATION DES SUBSTRATS DE CORINDON

### I.1 Corindon "Verneuil"

Une étude portant sur l'optimisation des conditions de croissance de corindon "Verneuil" a été effectuée au L.E.T.I. ; nous avons aussi caractérisé des cristaux fournis par "Rubis des Alpes" et la "Pierre Synthétique Baikowski".

Les résultats les plus significatifs sont obtenus d'une part, au moyen d'observations optiques entre polariseurs croisés sur des lames polies (figure 1),

d'autre part, en traçant le profil de réflexion intrinsèque aux rayons gamma ( $\lambda = 0,03 \text{ \AA}$ ) sur des monocristaux bruts de fabrication (figure 2) /1/.

On met ainsi en évidence la forte densité de grains et une distorsion du réseau cristallin même dans les meilleurs cristaux observés.

### I.2 Corindon "Edge-defected Film-fed Growth" (E.F.G.) /2/

Ces cristaux ont été élaborés par la Société TYCO (U.S.). L'observation optique entre polariseurs croisés est trop peu contrastée pour être significative.

Par contre sur la topographie aux rayons X, obtenue selon la méthode de Lang /3/, et représentée figure 3, on constate que l'on passe progressivement de zones en position de réflexion de Bragg à d'autres qui sont totalement hors réflexion. De plus, le profil de réflexion intrinsèque aux rayons X présente un important élargissement à la base (figure 4).

Il ne s'agit donc pas, dans le cas de ce matériau, d'une seule croissance cristalline en "sous-grain" telle qu'on la rencontre habituellement, mais d'une distorsion continue des plans réticulaires.

### I.3 Corindon "Schmid-Vicchnicki" /4/

Les cristaux étudiés sont des lames polies venant de la Société "Crystal System" (U.S.).

On observe, sur la topographie par rayons X (figure 5) des grains de grandes dimensions et peu désorientés. D'ailleurs, sur les profils de réflexion intrinsèque de rayons X, on trouve un ou plusieurs pics (figure 6) suivant que la zone étudiée (surface  $1 \times 10 \text{ mm}^2$ ) recouvre un ou plusieurs grains. Les pics individuels sont généralement plus larges que dans le corindon Czochralski que nous étudierons dans le paragraphe suivant.

#### I.4 Corindon "Czechrajski" (CZ)

Les études ont porté sur des lames provenant de UNION CARBIDE (U.S.) /5/ ainsi que sur des monocristaux bruts, de diamètre 50 mm, élaborés au L.E.T.I.

La diffraction de rayons gamma effectuée en différents points d'un lingot brut de tirage, permet de suivre l'évolution de la qualité cristalline et de sélectionner éventuellement certaines zones avant découpe du lingot (figure 7).

La forme des courbes, un pic unique et étroit (largeur à mi-hauteur :  $hw < 1'$  d'arc) est très différente de celle obtenue sur du corindon Verneuil (figure 2) ( $hw$  de l'ordre de  $20'$  d'arc).

Sur la topographie aux rayons X réalisée sur une plaque entière de 38 mm de diamètre (figure 8) on constate que la qualité cristalline est homogène sur toute la surface. L'agrandissement représenté figure 9 montre que cette qualité cristalline est satisfaisante. On peut d'ailleurs évaluer la densité de dislocations en appliquant la formule :

$$d_{\text{cm}}^{-2} = \frac{n \cdot \bar{l}}{v} \quad \text{où}$$

$n$  : nombre de dislocations

$\bar{l}$  : longueur moyenne de ces dislocations (cm)

$v$  : volume observé ( $\text{cm}^3$ )

On obtient ainsi  $d = 4.10^3$  (dislocations  $\text{cm.cm}^{-3}$ ).

Dans certains cas, on distingue aussi sur les topographies aux rayons X, des défauts de petites dimensions qui sont vraisemblablement des micro-bulles, celles-ci sont d'ailleurs observables à travers un faisceau laser où elles jouent le rôle de centres diffuseurs.

## II. ETUDE DE LA SURFACE DU SURSTRAT

Nous avons, tout d'abord, cherché à étudier l'évolution de la qualité cristalline en surface en fonction des traitements mécaniques et chimiques imposés à la lame corindon.

Pour cela, nous avons travaillé sur des lames Czochralski de façon à avoir une bonne qualité cristalline intrinsèque du matériau ; ces lames ont été rodées au carbure de bore "14  $\mu$ "

Par attaque chimique contrôlée ( $H_2SO_4 + H_3PO_4$  (1/1) à 300°C) une certaine épaisseur de matière est enlevée ; celle-ci est mesurée avec un appareil "sigmasize" et la surface est ensuite étudiée avec un diffractomètre de rayons X à double cristal.

On a pu ainsi tracer l'évolution de la largeur à mi-hauteur ( $hw$ ) des pics de réflexion en fonction de l'épaisseur enlevée (figure 10).

On peut alors estimer à une dizaine de microns l'épaisseur de la couche cristalline perturbée par l'usinage au carbure de bore "14  $\mu$ " et donc la durée de l'attaque chimique nécessaire pour l'éliminer (20 mn environ dans les conditions ci-dessus) ;

Le relief de la surface a été ensuite observé par deux méthodes.

Les rayures éventuelles sont mises en évidence par observation au microscope optique en fond noir, après avoir métallisé la surface pour ne pas être gêné par la diffusion sur le dépoli de la face arrière. Ce stade est relativement aisé à obtenir.

Les échantillons peuvent également être observés en microscopie électronique à balayage et sur certaines lames, nous avons pu mettre en évidence des microcrevasses (figure 11).

### III. ETUDE DE LA COUCHE DE SILICIUM EPITAXIE

Les dépôts ont été réalisés au laboratoire dans un réacteur horizontal d'une capacité de 5 tranches de diamètre 38 mm. La température du dépôt mesurée au pyromètre à extinction de filament et après correction d'émissivité du silicium est de 980°C

Avec un débit d'hydrogène de  $40 \text{ l.mm}^{-1}$  et une concentration en silane de 1%, la vitesse de dépôt pour notre installation est de  $2,7 \mu.\text{mm}^{-1}$ . Le dopage des couches est obtenu par adjonction de phosphine ( $\text{PH}_3$ ) à 5 vpm dans l'hydrogène.

Les défauts macroscopiques du silicium obtenu, sont étudiés par topographie aux rayons X et la densité de ces défauts ressort des tracés de profil de réflexion intrinsèque aux rayons X.

Sur les figures 12a et 12b, nous montrons une topographie aux rayons X d'une lame de corindon Verneuil et une topographie aux rayons X correspondant à la couche épitaxiée de silicium d'un micron d'épaisseur, réalisée sur la lame de corindon précédente. On vérifie que ce dépôt présente les mêmes joints de grains que le substrat.

La largeur du profil de réflexion intrinsèque aux rayons X du dépôt de silicium, met en évidence de très fortes densités de défauts. Sur des substrats Czochralski, la largeur de ces courbes est homogène sur la plaque et ne dépend pas des plans réflecteurs choisis ; les défauts présents dans la couche (dislocations, micromacles.....) provoquent un élargissement du profil par rapport à un cristal parfait (15 minutes pour le silicium épitaxié, 8 secondes pour un silicium parfait avec la réflexion  $\text{Cu K}\alpha$  400). Cet élargissement correspondrait à un taux de dislocations supérieur à  $10^{10} \text{ cm}^{-2}$  /6/.



Sur les quatre types de substrats décrits, nous avons réalisé des anneaux de 900 transistors MOS. Le rendement technologique n'est pas affecté par la présence des joints de grains. Nous avons constaté qu'un anneau traversé par un joint de grain peut fonctionner.

Il semble que, par contre, les répartitions des caractéristiques électriques des circuits soient mieux groupées quand les substrats utilisés sont ceux présentant la meilleure qualité cristalline.

#### IV. CONCLUSION

Nous avons défini des méthodes d'études du corindon satisfaisantes pour la caractérisation des paramètres, mode de croissance et polissage.

Les premiers résultats de test des circuits intégrés montrent qu'un joint de grain dans le silicium épitaxié n'entraîne pas la défaillance du circuit intégré.

D'un point de vue économique, si certaines méthodes de fabrication des substrats sont susceptibles de fournir un matériau brut peu coûteux, l'orientation  $\langle 1\bar{1}02 \rangle$ , la découpe et le conditionnement spécifique à chacune d'elles, font qu'elles conduisent toutes à des prix de matériau fini, comparables.

Pour des applications industrielles, il paraît donc souhaitable d'utiliser le substrat Czochralski qui fournit la meilleure qualité cristalline.

Nous remercions Mademoiselle DEXTRE, Monsieur FREUND et Monsieur MARECHAL pour leur participation à ce travail.

### REFERENCES

- (1) A. Freund, J. Schneider  
Jour. Cryst. Growth, 13-14 (1972) 247
- (2) H.E. Labelle  
Jr, A.I. Mlavsky. Mat. Res. Bull. 6 (1971) 571
- (3) A.R. Lang  
J. Appl. Phys. 29 (1958) 597
- (4) F. Schmid, O.J. Viechniecki  
Sol. State Tech. (Sept. 1973)
- (5) G.A. Keig  
Sol. State Tech. (Sept. 1972)
- (6) A. Freund  
Thèse Stuttgart (mai 1973)

### LEGENDES DES FIGURES

- FIG.1 Image entre polariseurs croisés d'un corindon Verneuil.
- FIG.2 Profils de réflexion intrinsèque réalisés aux rayons  $\gamma$  le long d'un lingot de corindon Verneuil
- FIG.3 Topographie aux rayons X en réflexion ( $\text{CuK}\alpha_1$ , 1210) sur un corindon E.F.G.
- FIG.4 Profil de réflexion intrinsèque réalisé aux rayons X sur un corindon E.F.G.
- FIG.5 Topographie aux rayons X en réflexion ( $\text{CuK}\alpha_1$ , 226) sur un corindon S.V.
- FIG.6 Profil de réflexion intrinsèque réalisé aux rayons X sur un corindon S.V.
- FIG.7 Profils de réflexion intrinsèque réalisés aux rayons  $\gamma$  le long d'un lingot de corindon Czochralski
- FIG.8 Topographie aux rayons X en réflexion ( $\text{CuK}\alpha_2$ , 1210) sur un corindon Czochralski
- FIG.9 Mesure de la densité de dislocations par topographie aux rayons X dans un corindon Czochralski
- FIG.10 Variation de la largeur à mi-hauteur ( $hw$ ) des profils de réflexion intrinsèque de rayons X en fonction de l'épaisseur de matière enlevée.
- FIG.11 Etat de surface d'un corindon en microscopie électronique à balayage
- FIG.12 Topographie aux rayons X en réflexion
- a)  $\text{CuK}\alpha_1$  1210 : corindon Verneuil
  - b)  $\text{CuK}\alpha_1$  333 : silicium épitaxié sur corindon Verneuil.

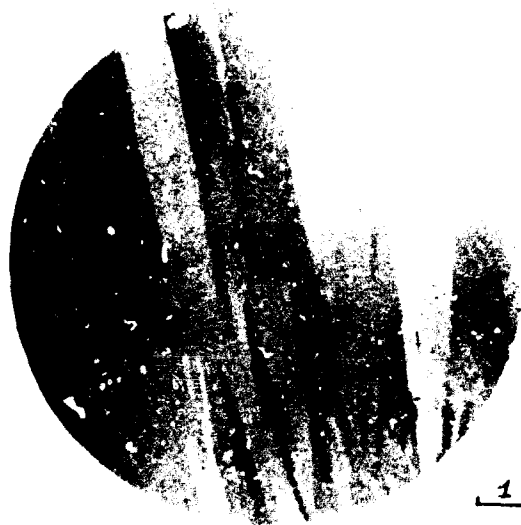


FIGURE I

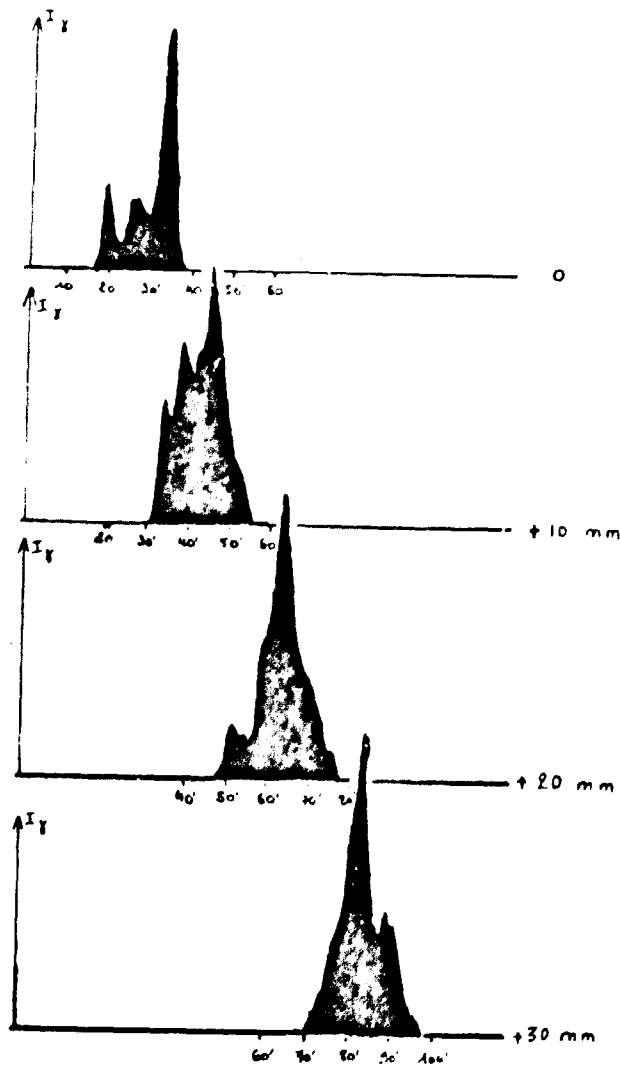


FIGURE II

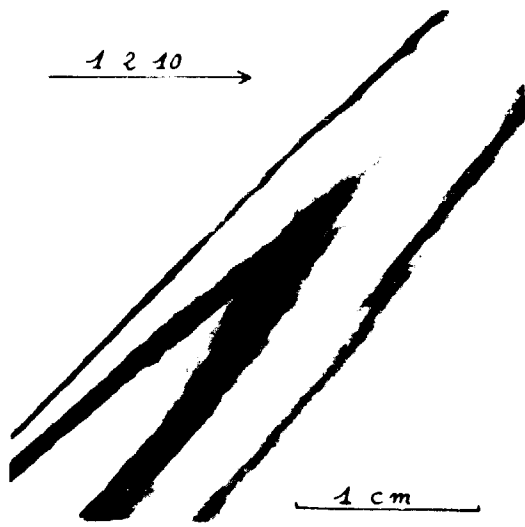


FIGURE III

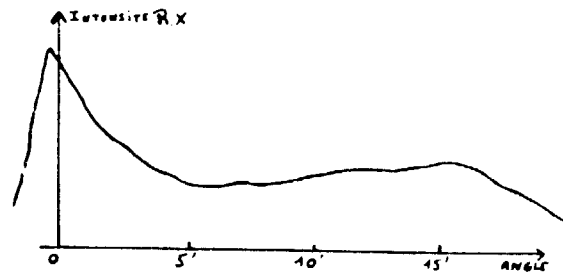


FIGURE IV

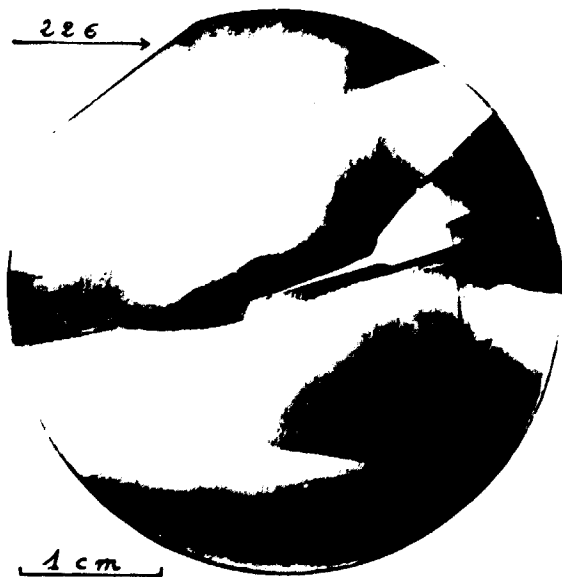


FIGURE V



FIGURE VI

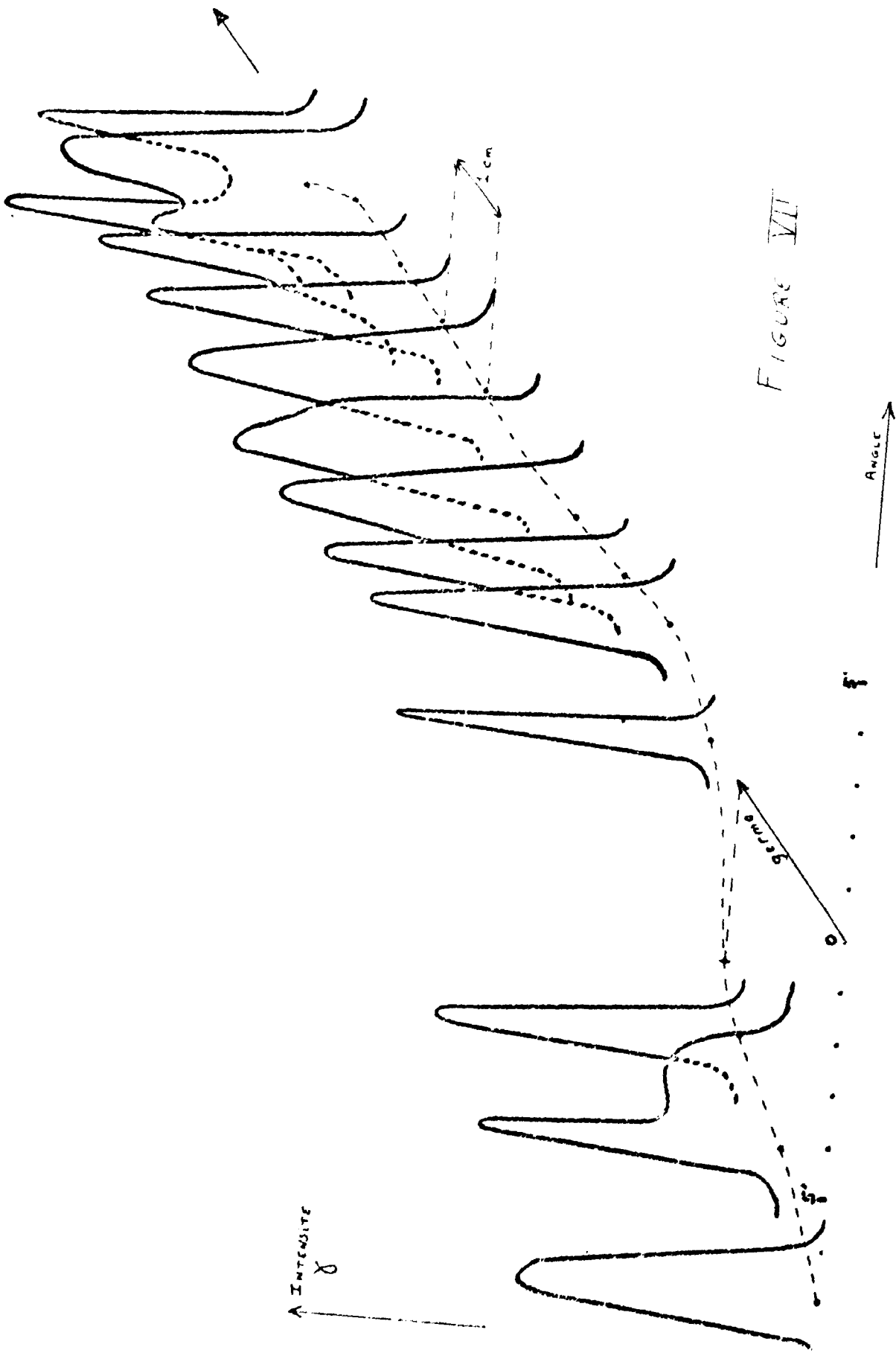


FIGURE VII

M.T.N. 10.93

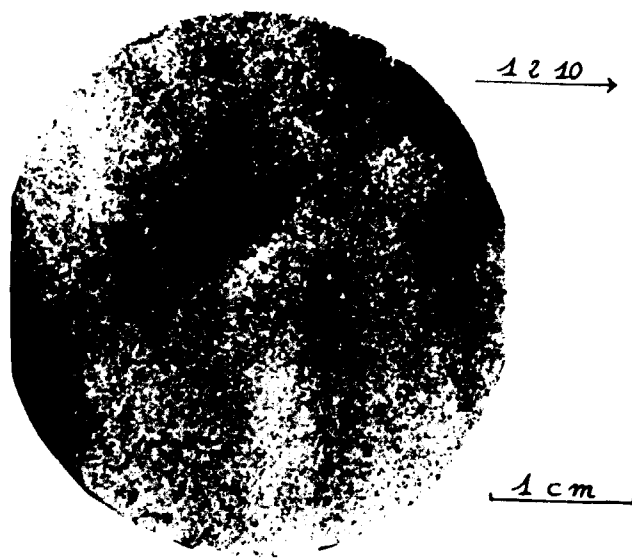


FIGURE VIII

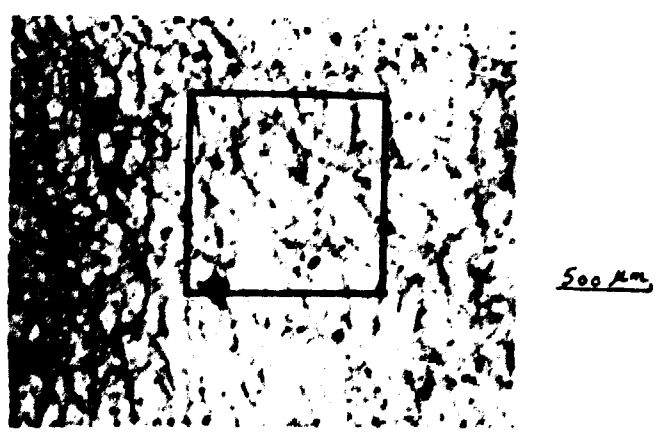


FIGURE IX

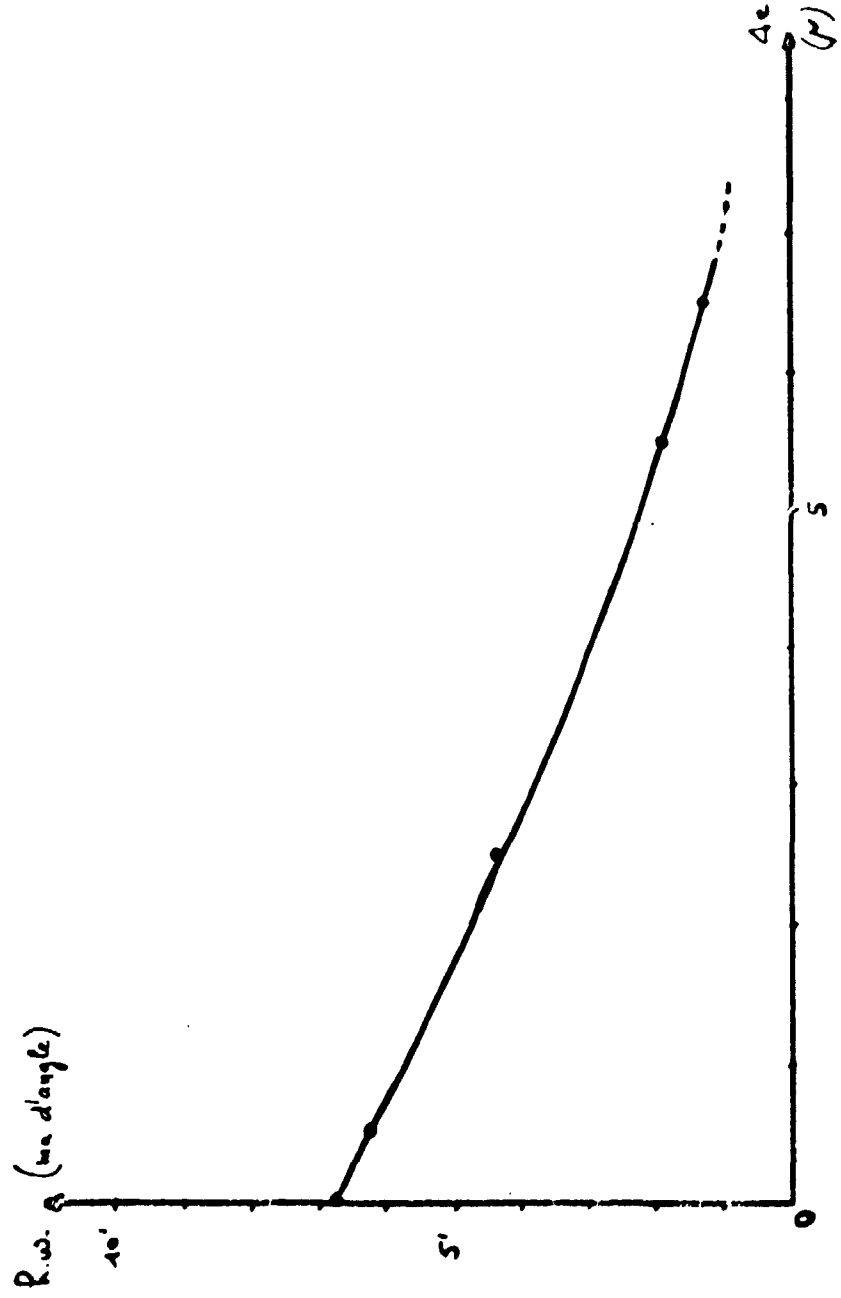


FIGURE IX





$1 \mu m$

FIGURE XI



$2 mm$

a

1210

b

333

FIGURE XII

