ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 71422— 2024

СТРУКТУРЫ ЭПИТАКСИАЛЬНЫЕ И ПЛЕНКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ

Метод измерения толщины эпитаксиальных слоев арсенида галлия на основе сферического шлифа

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Российский научно-исследовательский институт «Электронстандарт» (АО «РНИИ «Электронстандарт»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 303 «Электронная компонентная база, материалы и оборудование»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2024 г. № 721-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Общие требования к проведению измерений 2
5.1 Требования к условиям проведения измерений 2
5.2 Требования к объекту измерений 2
6 Требования безопасности 3
7 Требования к оборудованию, средствам измерения и материалам 3
8 Подготовка к измерению 4
9 Проведение измерения 4
9.1 Изготовление сферического шлифа 4
9.2 Выявление границы раздела слоев 5
9.3 Измерение длины хорды 6
10 Обработка результатов измерения 7
11 Показатели точности измерения 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СТРУКТУРЫ ЭПИТАКСИАЛЬНЫЕ И ПЛЕНКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ

Метод измерения толщины эпитаксиальных слоев арсенида галлия на основе сферического шлифа

The epitaxial structures and dielectric films. Method for measuring the thickness of gallium arsenide epitaxial layers based on a spherical section

Дата введения — 2025—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на эпитаксиальные структуры арсенида галлия и устанавливает метод измерения толщины активного, контактного n^+ и буферного n^+ эпитаксиальных слоев в структурах галлия $n – n^+$, $n – n_б^+ – n^{++}$, $n_к^+ – n – n_б^+ – n^{++}$, $p^+ – n$, $p^+ – n – n – n_б^+ – n^+$, $p^+ – i$, $n_к^+ – n_\lambda – n – n_б^+ – n^{++}$ по окрашенному сферическому шлифу в следующем диапазоне измеряемых толщин:

активного слоя в структурах типа:

$n – n^+$ ..... 0,2—40 мкм,

$n – n_б^+ – n^+$ ..... 1—40 мкм,

$n_к^+ – n – n_б^+ – n^+$, $n_к^+ – n – n^+$ ..... 0,5—40 мкм;

контактного слоя в структурах типа:

$n^+ – n – n_б^+ – n$, $n_к^+ – n_\lambda – n – n_б^+ – n^{++}$, $n_к^+$ ..... 0,2 мкм и более,

$p^+ – n – n_б^+ – n$, $p^+ – n – n^+$ ..... 0,5—6 мкм,

$p^+ – i$ ..... 3—6 мкм;

буферного слоя в структурах типа:

$n – n_б^+ – n^+$, $n_к^+ – n – n_б^+ – n^+$ ..... 1 мкм и более.

Суммарная толщина эпитаксиальных слоев в структуре — не более 50 мкм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.019 Система стандартов безопасности труда. Испытания и измерения электрические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.005 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Метод определения величины сопротивления дыханию

ГОСТ 12.4.121 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания. Противогазы фильтрующие. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.253 (EN 166:2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

Издание официальное

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 5556 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия
ГОСТ 6259 Реактивы. Глицерин. Технические условия
ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия
ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия
ГОСТ 11125 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 20010 Перчатки резиновые технические. Технические условия
ГОСТ 22622 Материалы полупроводниковые. Термины и определения основных электрофизических параметров
ГОСТ 29298 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия
ГОСТ Р 55878 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия
ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 22622.

4 Сущность метода

Метод заключается в определении глубины залегания границы раздела смежных слоев, выявляемой химическим окрашиванием поверхности сферического шлифа, по длине хорды, ограниченной границей выхода шлифа на поверхность структуры и касательной к границе раздела слоев.

5 Общие требования к проведению измерений

5.1 Требования к условиям проведения измерений

Измерения проводят при следующих условиях окружающей среды:
- температуре воздуха от 15 °С до 35 °С;
- относительной влажности воздуха от 45 % до 80 %;
- атмосферном давлении от 86 до 106 кПа (от 645 до 795 мм рт.ст.).

5.2 Требования к объекту измерений

Контролируемые эпитаксиальные структуры должны удовлетворять следующим требованиям:
- толщина контролируемого слоя, мкм . . . . . 1—40;
- предельное отклонение от толщины контролируемого слоя, % . . . . . ±20;
- концентрация носителей заряда в эпитаксиальном активном слое, $см^{-3}$. . . . . $3 \cdot 10^{16}$;
- концентрация носителей заряда в эпитаксиальном контактном слое $n_к^+$, $см^{-3}$. . . . . $5 \cdot 10^{17}$;
- концентрация носителей заряда в эпитаксиальном буферном слое $n_б^+$, $см^{-3}$ . . . . . $5 \cdot 10^{17}$;
- шероховатость поверхности R_Z со стороны контролируемого слоя, мкм 0,040;
- разница значений концентрации носителей заряда смежных слоев, не менее . . . . один порядок.

6 Требования безопасности

6.1 Оборудование, применяемое при контроле пластин, должно соответствовать общим требованиям безопасности в соответствии с ГОСТ 12.2.003 и ГОСТ 12.3.019.

6.2 Общие требования пожарной безопасности рабочих помещений при проведении контроля должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.004:

- установка должна быть заземлена, сопротивление заземляющего контура должно быть не выше 4 Ом;
- сопротивление изоляции наружной электропроводки должно быть не ниже 0,5 МОм.

6.3 Для предотвращения ожога каплями фтористоводородной и азотной кислот необходимо предусмотреть индивидуальные средства защиты:

- перчатки резиновые технические типа П, ГОСТ 20010;
- очки защитные типа О, ГОСТ 12.4.253;
- фартук и нарукавники.

6.4 Для предотвращения раздражения дыхательных путей или отравления парами кислот необходимо предусмотреть:

- проведение приготовления растворов 1 и 2 в вытяжном шкафу;
- общеобменную приточно-вытяжную вентиляцию в рабочем помещении;
- стол типа СМП-1 с местной вентиляцией, обеспечивающей отсос паров кислот в рабочем проеме шкафов со скоростью 0,2—0,4 м/с;
- содержание паров фтористоводородной и азотной кислот, не превышающее ПДК 0,5 и 5,0 мг/м^3, соответственно, согласно ГОСТ 12.4.005;
- спецодежду — халат и шапочку из хлопчатобумажной ткани, тапочки;
- индивидуальные средства защиты — противогаз марки БКФ, для защиты органов дыхания в случае аварии, ГОСТ 12.4.121.

6.5 Работы по измерению толщины эпитаксиальных слоев арсенида галлия методом сферического шлифа выполняют операторы с квалификацией не ниже 3-го разряда.

7 Требования к оборудованию, средствам измерения и материалам

7.1 Для измерения толщины эпитаксиальных слоев арсенида галлия применяют:

- установку для измерения толщины полупроводниковых слоев методом сферического шлифа;
- микроскоп типа ММУ-3 (для проведения измерений);
- микроскоп типа МБС-1 (для контроля процесса окрашивания шлифа);
- источник питания постоянного тока Б5-50.

Примечание — Допускается использование установок и микроскопов другого типа, не уступающих указанным по метрологическим и техническим характеристикам.

7.2 Станки для изготовления сферического шлифа должны обеспечивать:

- глубину сферических шлифов, мкм . . . . . 2,0—40,0;
- шероховатость поверхности шлифа R_a при использовании шлифовального состава на основе алмазного порошка АСМ С1 0,3/0, мкм, не более. . . . . 0,08.

Примечание — Допускается наличие на поверхности шлифа отдельных рисок, царапин и сколов, не препятствующих выявлению границы раздела слоев и проведению измерения);

- несферичность шлифа, оцениваемую по максимальной разнице диаметров контура сферического шлифа на поверхности образца, мкм, не более . . . . . 30.

7.3 Микроскоп для проведения измерения должен обеспечивать:

- кратность увеличения изображения . . . . . 20—200;
- цену деления при увеличении 200—200$^{\times}$, мкм . . . . . 6—60.

7.4 При измерении толщины эпитаксиальных слоев арсенида галлия применяют следующие материалы и оснастку:

- стол СМП-1;
- кислоту фтористоводородную, ос.ч. 27-5;
- кислоту азотную ос.ч. 27-5, ГОСТ 11125;
- воду дистиллированную, ГОСТ Р 58144;

- олово двухлористое (II)-водное;
- кислоту соляную, х.ч., ГОСТ 3118;
- кислоту ортофосфорную, х.ч., ГОСТ 6552;
- водорода перекись, ч.д.а, ГОСТ 10929;
- порошок алмазный АСМ С1 0,3/0;
- аквол-10М;
- глицерин, ГОСТ 6259;
- спирт этиловый ректификованный технический, высший сорт, ГОСТ Р 55878;
- вату медицинскую гигроскопическую, ГОСТ 5556;
- салфетки батистовые, ГОСТ 29298;
- фторопласт 4;
- фильтры обеззоленные «Синяя лента» диаметром 11 см.

Примечание — Допускается использование оснастки и материалов, аналогичных по назначению и не уступающих указанным по качеству.

8 Подготовка к измерению

8.1 Готовят три типа составов для выявления границ раздела слоев в контролируемых структурах:

- состав 1 — растворением 0,3 г двухлористого олова в 58 мл воды и 28 мл азотной кислоты;
- состав 2 — смешиванием одной объемной части фтористоводородной кислоты с восемью объемными частями азотной кислоты и двадцатью объемными частями воды;
- состав 3 — смешиванием одной объемной части азотной, двадцати частей соляной, шестидесяти частей ортофосфорной кислот и восемнадцати частей перекиси водорода. Свежеприготовленный кипящий состав охлаждают до комнатной температуры. Состав готов к использованию через 1 ч после приготовления.

8.2 Готовят шлифовальный состав смешиванием в виде суспензии одной весовой части алмазного порошка с одной весовой частью аквола-10М и семью-восемью частями глицерина.

9 Проведение измерения

9.1 Изготовление сферического шлифа

9.1.1 Подготавливают станок для изготовления сферического шлифа и проверяют его работоспособность в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.1.2 Устанавливают контролируемую структуру в держателе станка для изготовления сферического шлифа и с помощью наводящего устройства совмещают точку шлифования с контролируемой областью.

Выбор области контроля регламентируют планом контроля в технических условиях (далее — ТУ) на структуры.

9.1.3 Изготавливают шлиф в контрольной области в соответствии с инструкцией по эксплуатации установки.

При определении толщины эпитаксиального активного слоя в структуре $n - n_б^+ - n^{++}$ и контактного слоя в структуре $n_к^+ - n - n_б^+ - n^{++}$ глубину шлифования выбирают так, чтобы величина диаметра $H_{шл}$ изготовленного шлифа была в пределах:

$$2{,}83\sqrt{R \cdot d_Н \cdot \left(1+\alpha \cdot 10^{-2}\right)} < H_{шл} < 2{,}83\sqrt{k' \cdot R \cdot d_Н \cdot \left(1+\alpha \cdot 10^{-2}\right)}, \quad (1)$$

где R — радиус шлифовальника, мкм;

$d_Н$ — номинальное значение толщины контролируемого активного или контактного слоя, мкм;

α — допуск на отклонение толщины контролируемого активного слоя от номинального значения по техническим условиям, %;

k' — относительная глубина шлифа,

$$k' = \frac{D}{d}, \tag{2}$$

где D — глубина шлифа, мкм;

d — толщина контролируемого слоя, мкм.

Для определения толщины эпитаксиального активного слоя в структуре $n^+_к - n - n^+_б - n^{++}$ глубину шлифования выбирают так, чтобы величина диаметра изготовленного шлифа была в пределах:

$$2{,}83\sqrt{R \cdot \left[d_н \cdot \left(1 + \alpha \cdot 10^{-2}\right) + d_{са} \cdot \left(1 + \alpha_{са} \cdot 10^{-2}\right)\right]} < H_{шл} < \\ < 2{,}83\sqrt{R \cdot \left[d_н \cdot \left(1 + \alpha \cdot 10^{-2}\right) + k'' \cdot d_{са} \cdot \left(1 + \alpha_{са} \cdot 10^{-2}\right)\right]}, \tag{3}$$

где $d_{са}$ — номинальное значение толщины контролируемого скрытого активного слоя, мкм;

$\alpha_{са}$ — допуск на отклонение от толщины контролируемого скрытого активного слоя от номинального значения по техническим условиям, %;

k'' — коэффициент, характеризующий степень перешлифовки скрытого активного слоя и определяемый по формуле

$$k'' = \frac{D - d_н}{d_{са}}. \tag{4}$$

Значения коэффициентов должны удовлетворять условию: $1{,}4 \le k', k'' \le 3$.

При массовом контроле продукции рекомендуется использовать таблицы, рассчитанные по формулам (1) и (3) для выбранных значений k' и k''.

9.1.4 Удаляют шлифовальный состав с поверхности изготовленного сферического шлифа ватным тампоном, смоченным спиртом этиловым, и батистовой салфеткой протирают структуру насухо.

9.1.5 Измеряют диаметр изготовленного шлифа с помощью микрометрической окулярной шкалы микроскопа с точностью до одного деления шкалы. Определяют соответствие величины диаметра условию 9.1.3.

9.2 Выявление границы раздела слоев

9.2.1 Контролируемую структуру помещают на предметный столик микроскопа типа МБС-1 и при максимальной яркости бокового освещения и четком изображении шлифа с помощью фторопластовой палочки наносят каплю окрашивающего состава на шлиф. Используют окрашивающий состав 1. При отсутствии выявления границы раздела буферный слой-подложка составом 1 используют состав 2.

Выявляют границу раздела p^+ — типа слоя составом 3. Для этого на выходе источника питания постоянного тока типа Б5-50 выставляют напряжение 5—15 В (рекомендуемое 5 В), ток 3—10 мА (для источников питания постоянного напряжения типа Б5-10 и аналогичных ток не задается). К поверхности эпитаксиального слоя подключают токопроводящий зонд с положительным потенциалом, а к капле состава 3 — с отрицательным потенциалом, на 1—15 с. При слабом выявлении или невыявлении границы раздела наносят на поверхность структуры эвтектический сплав индий-галлий для подключения к нему зонда с положительным потенциалом.

Выявляют границу раздела между эпитаксиальным слоем n-типа (концентрация носителей тока в слое 10^{17}—10^{15} $см^{-3}$) и подложкой i-типа (концентрация носителей тока менее 10^{14} $см^{-3}$) составом 3. Для этого на выходе источника постоянного тока Б5-50 выставляют напряжение 5—20 В, ток 5—20 мА (для источников питания постоянного напряжения типа Б5-10 и аналогичным потенциалом, а к эпитаксиальному слою, вне области, покрытой химическим составом, подключают зонд с отрицательным потенциалом.

Через 1—3 с (после образования на поверхности шлифа слоя окисла) изменяют полярность потенциала, приложенного к зондам и через 5—20 с (при наблюдении наиболее четкой картины выявления границы раздела) снимают потенциал с зондов. При слабом выявлении или не выявлении границы раздела наносят на поверхность структуры вне области, покрытой химическим составом, эвтектику индий-галлий, для подключения к ней зонда.

9.2.2 Выявление проводят до тех пор, пока окрашивание слоев будет заметно при малом увеличении микроскопа (~90^{x}). После выявления шлиф просушивают фильтром.

Площадь эпитаксиального слоя, приходящая в негодность в результате изготовления сферического шлифа и его химической обработки, не превышает 0,5 см^2.

9.3 Измерение длины хорды

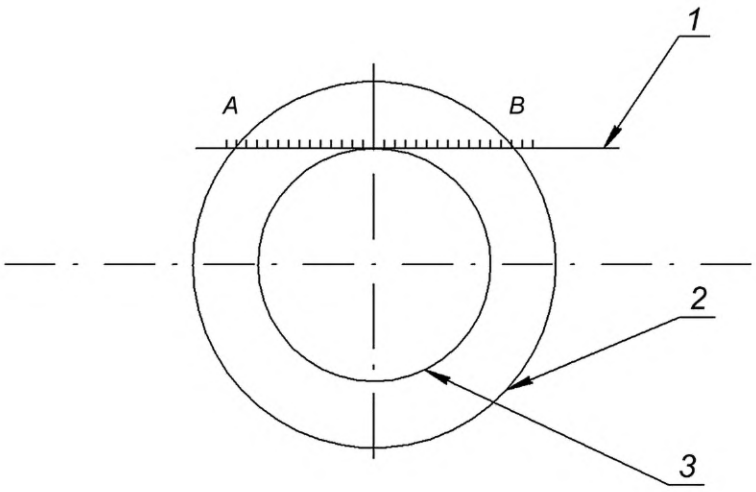
9.3.1 Устанавливают контролируемую эпитаксиальную структуру на столик измерительного микроскопа так, чтобы в поле зрения окуляра микроскопа был виден сферический шлиф.

Рекомендуется выбирать такое увеличение микроскопа, при котором длина измеряемой хорды составляет не менее 0,3 длины микрометрической окулярной шкалы.

9.3.2 Устанавливают микрометрическую окулярную шкалу микроскопа касательно границы раздела эпитаксиальный активный слой-контактный слой (рисунок 1) или эпитаксиальный активный слой-буферный слой (рисунок 2).

Определяют количество делений шкалы микроскопа, расположенных на изображении шлифа и ограниченных:

- окружностью контура сферического шлифа при измерении толщины эпитаксиального активного слоя в структуре $n - n_б^+ - n^{++}$ и контактного в структуре $n_к^+ - n - n_б^+ - n^{++}$, (рисунок 1);
- окружностью границы раздела эпитаксиальный активный слой — контактный слой при измерении толщины скрытого активного слоя в структуре $n_к^+ - n - n_б^+ - n^{++}$, (рисунок 2)



AB — хорда (*L*); *1* — микрометрическая шкала окулярного микрометра; *2* — контур сферического шлифа; *3* — граница раздела слоев

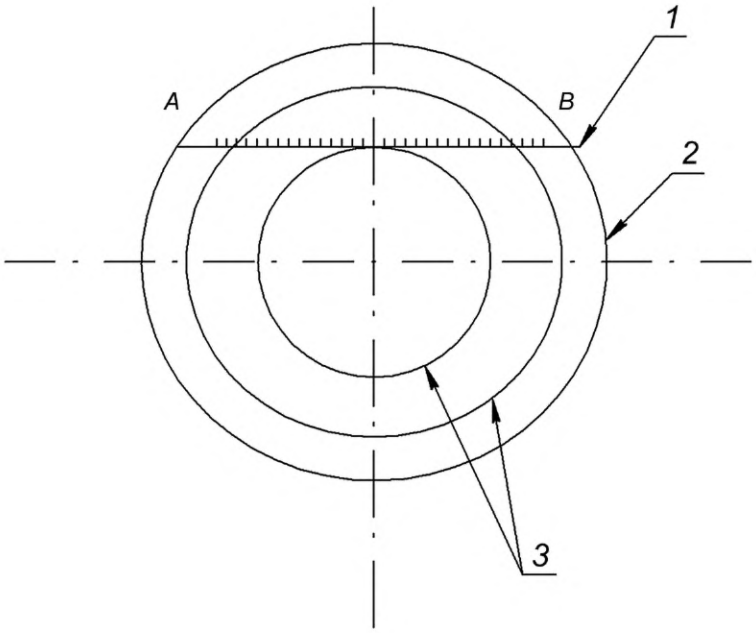
Рисунок 1 — Схема измерения толщины слоев по окрашенному сферическому шлифу (эпитаксиальный активный слой и контактный слой)

9.3.3 Измеряют длину двух взаимно перпендикулярных хорд с точностью до половины деления микрометрической шкалы микроскопа.

На шлифах, в которых выявленные участки границ раздела слоев расположены так, что измерение двух взаимно перпендикулярных хорд осуществить невозможно, измеряют длину двух хорд, расположенных друг к другу под углом, отличающимся от 90° не более, чем на ±45°.

Если разность длин двух хорд превышает 30 мкм, то проводят измерение двух взаимно перпендикулярных диаметров шлифа.

Разность диаметров не должна превышать 30 мкм, в противном случае измерение считается недействительным, а шлиф — непригодным для проведения по нему измерений. В этом случае изготавливают дополнительный шлиф, отстоящий от непригодного не менее, чем на 1 мм.



AB — хорда (*L*); *1* — микрометрическая шкала окулярного микрометра; *2* — контур сферического шлифа; *3* — граница раздела слоев

Рисунок 2 — Схема измерения толщины слоев по окрашенному сферическому шлифу (скрытый активный слой)

10 Обработка результатов измерения

10.1 Рассчитывают длину хорды как среднюю арифметическую величину двух хорд.

10.2 Определяют толщину измеряемого слоя *d,* мкм, по формуле

$$d = \frac{L^2 \cdot C^2}{8R}, \quad (5)$$

где *L* — длина хорды в делениях окулярной шкалы микроскопа;

C — цена деления окулярной шкалы микроскопа, мкм.

Округляют рассчитанные значения до разрядности, соответствующей наименьшему разряду численного значения абсолютной погрешности измерения.

При массовом контроле продукции рекомендуется использовать таблицы, рассчитанные по формуле 5.

11 Показатели точности измерения

11.1 Относительная суммарная погрешность с доверительной вероятностью 0,95 находится в интервале:

$\pm 11d - \frac{1}{2}$% при толщине слоев 0,2—10 мкм;

±4 % при толщине слоев 10—40 мкм;

±20 % при измерении буферного слоя.

11.2 Абсолютную погрешность представляют величиной с числом значащих цифр не более двух.

УДК 621.385.2:006.354 ОКС 33.060.99

Ключевые слова: эпитаксиальные структуры, метод измерения толщины слоя, сферический шлиф

Редактор *Н.А. Аргунова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 07.06.2024. Подписано в печать 13.06.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,93.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru