

Лекция 11. Определение тепловых характеристик и загрязнений поверхности полупроводника

Абсолютный метод определения коэффициента теплопроводности

Коэффициент теплопроводности материала и определяет количество теплоты, переносимой через единичное сечение при наличии нормального к сечению градиента температуры, численно равного 1 К/м. Соответственно, поток теплоты Q через сечение S

$$Q = \chi S \Delta T / l,$$

где ΔT - разность температур между двумя точками, находящимися на расстоянии l по линии нормали к сечению.

В абсолютном методе определения и непосредственно используется приведенное соотношение. При этом необходимо создать условия для задания определенного теплового потока в исследуемом материале и обеспечить возможность достаточно точного измерения всех параметров, необходимых для вычислений. Первое требование заставляет использовать калиброванные нагреватели (чаще всего электрические) и следить за тем, чтобы генерируемый поток теплоты был направлен через фиксированное сечение материала. Плотность теплового потока при этом предполагается постоянной по сечению; в противном случае линейная зависимость Q от S нарушается, что легко обнаруживается при сопоставлении результатов, получаемых на образцах исследуемого материала разной толщины.

Типичная схема измерений, позволяющая выполнить все упомянутые требования, приведена на рис. 1. Образец с нагревателем и датчиками, размещенный в вакуумируемом сосуде, зажат между металлическими блоками 1 и 2, изготовленными из материала с высокой теплопроводностью (меди, латуни), в которые вставлены (зажаты в специальных вырезах, припаяны амальгамой индия или галлия) спаи двух термопар - датчики температур «горячей» и «холодной» сторон образца. В один из блоков вмонтирована электропечь 3, тепловая мощность которой рассчитывается по измеряемым во внешней цепи электрическим параметрам ($Q = IV$, где I , V - соответственно ток и напряжение питания). Отсутствие газов в объеме установки обеспечивает отсутствие заметных потерь теплоты через боковые поверхности образца и прижимных блоков (не устраняемое при этом тепловое излучение остается основным источником погрешности; для его уменьшения либо используют тепловые экраны, либо проводят измерения при малом перепаде температур на образце). Для повышения точности измерений используют образцы большого сечения и малой длины для дополнительного снижения потерь через боковую поверхность.

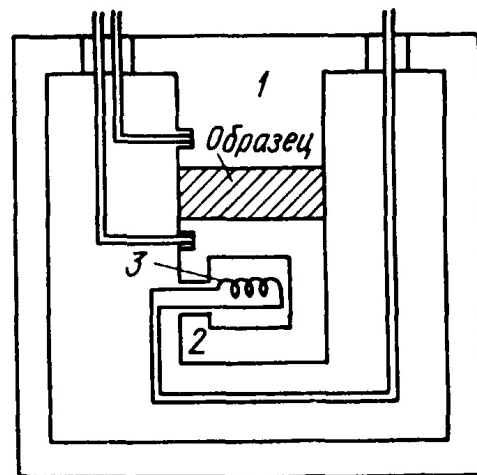


Рис. 1: Способ измерения χ абсолютным методом

Поскольку точность электрических измерений при использовании цифровых приборов может быть весьма высокой, абсолютный метод при наличии хорошей теплоизоляции в установке может обеспечить высокую точность определения χ ; однако ввиду весьма высоких требований к установке этот метод используется сравнительно редко.

Относительный метод определения коэффициента теплопроводности

При относительном методе определения χ используется принцип сравнения: один и тот же тепловой поток проходит через образцы двух материалов, потери теплоты на боковых поверхностях в

явном виде вводятся в расчет и в первом приближении не влияют на результат измерений. При этом даления воздуха из становки не требуется, а точность измеэрений остается достаточно высокой (хотя и меньшей, чем в абсолютном методе).

Схема измерений приведена на рис. 2. Здесь столбик постоянного сечения собран из нагревателя Н, холодильника Х, трех образцов *I* – *III*. Теплопроводность образцов *I, II* известна, теплопроводность образца *III* подлежит определению. Элементы столбика разделяются металлическими блоками с высокой теплопроводностью, в местах стыковки блоков с другими элементами вмонтированы термодпары 1 – 6. С помощью нагревателя и холодильника (в качестве последнего часто используют цилиндрический металлический сосуд, охлаждаемый проточной водой) через столбик проходит поток теплоты. Обычно полагают, что потери теплоты через боковую поверхность относительно невелики, и в любом элементе столбика составляют приблизительно одинаковую долю полного потока (это довольно грубое приближение ввиду заметного различия температур в различных участках, однако при малых потерях нарушение этого условия приводит к незначительным ошибкам). Можно считать, что поток теплоты через сечение столбика при продвижении от нагревателя к холодильнику падает приблизительно по линейному закону, а поток через слой *II* равен среднему значению потоков через слои *I* и *III*. Значения потоков:

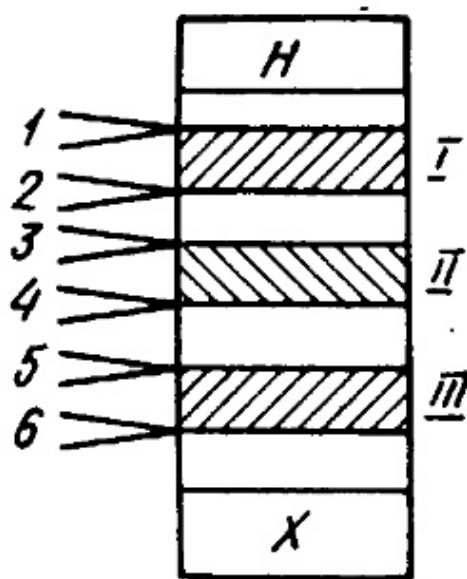


Рис. 2: Способ измерения χ относительным методом

$$Q_I = \chi_0 S \frac{\Delta T_I}{l_0}$$

$$Q_{II} = \chi S \frac{\Delta T_{II}}{l_{II}}$$

$$Q_{III} = \chi_0 S \frac{\Delta T_{III}}{l_0}$$

где нижний индекс обозначает номер слоя; δT - перепад температуры на слое; χ_0 - теплопроводность слоев *I* и *III*; l_0 - их толщина, которая предполагается одинаковой. Считая $Q_{II} = 0,5(Q_I + Q_{III})$, имеем

$$\chi = \frac{\chi_0 l_{II}}{2l_0} \cdot \frac{\Delta T_I + \Delta T_{III}}{\Delta T_{II}}$$

при

$$l_{II} = l_0; \chi = \chi_0 \frac{\Delta T_I + \Delta T_{III}}{2\Delta T_{II}}.$$

Для получения максимально возможной точности желательно выбрать эталон со значением χ_0 того же порядка, что и исследуемого образца.

Описанный метод привлекает простотой установки и методики измерений и является весьма распространенным. Следует отметить важность правильного расположения элементов установки: нагреватель располагается сверху, холодильник снизу для сведения к минимуму охлаждения боковых поверхностей за счет конвективных потоков воздуха; при использовании охлаждения проточной водой нужно располагать отверстие для отвода воды вблизи крышки холодильника, чтобы быстро удалить нагретый верхний слой воды. Как видно из приведенных соотношений, потери теплоты через боковую поверхность сказываются на результате лишь в случае, если мощность потерь не распределена равномерно по боковой поверхности системы, а сосредоточена в каком-то одном ее участке.

Методы нахождения кинетических параметров, использующие ввод теплоты при помощи оптического импульса

Быстрое развитие и широкое распространение импульсных (например, лазерных) оптических источников излучения привело к появлению импульсных методик определения коэффициента теплопроводности. Обладая очевидными достоинствами, к числу которых относятся, в первую очередь, простота и наглядность, а также разнообразие возможных реализаций, эти методы имеют некоторые особенности, которые необходимо иметь в виду при выборе методики, наиболее пригодной в каждом конкретном случае (например, по точности определения параметров все импульсные методики существенно уступают стационарным).

Непосредственно определяемой величиной в импульсных методиках является либо коэффициент χ , либо зависящий от него коэффициент температуропроводности a , входящий в уравнение теплопроводности

$$\frac{dT}{dt} - a \nabla^2 T = \frac{q_v}{c\rho}$$

и определяющий скорость тепловых релаксационных процессов. Здесь q_v - количество теплоты, выделяемое в единице объема за единицу времени; c - удельная теплоемкость; ρ - плотность материала; $a = \chi / c\rho$.

При возбуждении материала импульсом поглощаемого света можно для простоты описания полагать, что выделение теплоты происходит в бесконечно тонком приповерхностном слое освещаемого образца.

Считая освещаемую поверхность плоской и направляя ось Ox в глубь образца по нормали к этой поверхности, запишем

$$q_v = q_0 \delta(0) / St_n$$

где q_0 - полное количество теплоты, полученное образцом за время импульса t_n ; S - площадь освещенной части образца (освещенность в пределах светового пятна считаем постоянной, особенностями распределения интенсивности излучения во времени импульса пренебрегаем, т. е. считаем импульс прямоугольным). Повышение температуры при оптическом возбуждении считаем достаточно малым, чтобы параметры можно было считать константами.

При $l \ll \sqrt{S}$ (l - расстояние, на которое успевает распространиться повышение температуры за время измерения) диффузию теплоты можно считать одномерной, тогда профиль распределения температуры в образце в момент времени $t \ll t_n$:

$$\Delta T(x, t) = \frac{q_0 \sqrt{t}}{St_n \sqrt{\pi c \rho \chi}} \exp(-\text{frac} x^2 4at)$$

где $\Delta T = T(x) - T_0$; T_0 - температура образца до возбуждения.

Соответствующая зависимость $\Delta T(x)$ при $t = \text{const}$ показана на рис. 3. Повышение температуры вблизи поверхности образца

$$\Delta T(x, t) = \frac{q_0 \sqrt{t}}{St_n \sqrt{\pi c \rho \chi}}$$

Эффективный размер нагретой области l (расстояние от поверхности, на котором $\Delta T(l)$ меньше ΔT_0 в e раз) определяется выражением

$$l = 2\sqrt{at} = 2\sqrt{\chi(c\rho)^{-1}}.$$

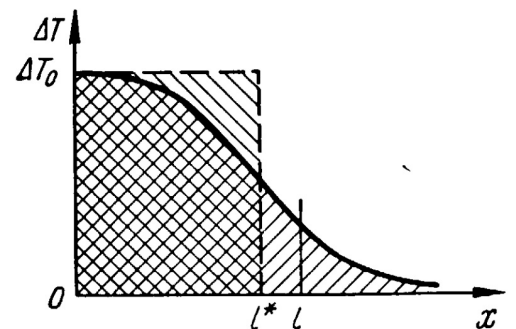


Рис. 3: Распределение температуры в образце при нагревании оптическим импульсом

Как видно из приведенных соотношений, характеристические параметры теплового релаксационного процесса ($\Delta T_0, l$) включают либо χ , либо a , следовательно, их измерение может быть использовано для определения коэффициента теплопроводности. При этом можно воспользоваться двумя вариантами методик:

1. Определение a на основании данных о температуре освещаемой поверхности в момент окончания импульса. Для $t = t_n$ и получаем

$$\chi = \frac{q_0^2}{(S\Delta T_0)^2 \pi c \rho t_n}$$

Как видно из формулы, для определения χ по данной методике нужно знать q_0 и уметь измерять ΔT_0 . Для монохроматического (например, лазерного) источника света с энергией излучаемых квантов $h\nu$ $q_0 = N(1 - R)h\nu$, где N - число квантов, попадающих на образец; R - коэффициент отражения. Произведение $N(1 - R)$ можно определить по фотопроводимости, возникающей под действием светового импульса в исследуемом образце, или в $p - n$ -переходе из такого же (близкого по оптическим характеристикам) материала. Возможен сравнительный вариант такой методики, в котором сравнивается поверхностное повышение температуры под действием одинаковых импульсов в исследуемом образце и эталоне; тогда

$$\chi = \chi_{\varepsilon} \left[\frac{\Delta T_{0\varepsilon}}{\Delta T_0} \frac{1 - R}{1 - R_{\varepsilon}} \right]^2 \frac{c_{\varepsilon} \rho_{\varepsilon}}{c \rho}$$

где индекс «э» обозначает соответствующий параметр эталонного образца. Как видно, в этом случае число измеряемых параметров сводится к минимуму, что повышает точность определения χ .

Для измерения поверхностной температуры с достаточно высокой скоростью и точностью можно воспользоваться измерением теплового излучения нагретой области. Современные средства контроля инфракрасного излучения (например, тепловизоры) позволяют измерить повышение температуры Δ_0 порядка 0,1 К на расстоянии порядка 1 м; при этом методика в целом будет бесконтактной и неразрушающей. Можно также измерять спектр какой-либо зависящей от температуры оптической характеристики (поглощения, отражения, люминесценции). Точность измерения температуры при этом может составлять несколько градусов.

2. Определение величины a на основании данных о температуре тыльной поверхности образца. При этом чаще всего используют короткие импульсы, а температуру измеряют после окончания импульса (например, при помощи термопары, усилителя и осциллографа, рис. 4). Измеряя время повышения температуры на половину максимального значения $t_{1/2}$, получим

$$t_{1/2} = \frac{1.38d^2}{\pi^2 a}.$$

Определив a с помощью любого из приведенных выражений, получаем возможность найти χ .

Установка (рис. 4) состоит из импульсного источника света 1, излучение которого фокусируется на образце 2, усилителя импульсов 3 и осциллографа 4; измерения проводятся непосредственно по осциллографу.

При использовании импульсных методик следует принимать во внимание существенную неравновесность условий измерений, которая может привести к следующим особенностям.

Во-первых, на обычный решеточный механизм теплопереноса может накладываться электронная теплопроводность, обусловленная неравновесными носителями заряда.

Во-вторых, перенос теплоты в неравновесном состоянии может, помимо теплопроводности, осуществляться посредством диффузии и дрейфа порожденных светом электронно-дырочных пар с последующей безызлучательной рекомбинацией; излучательная рекомбинация и эффекты перепоглощения и переизлучения света еще больше усложняют ситуацию.

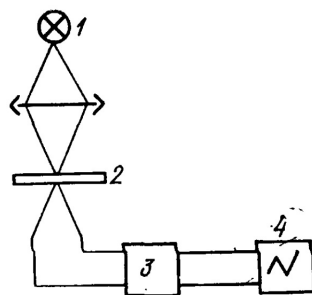


Рис. 4: Схема установки для определения коэффициента теплопроводности импульсным методом

Определение параметров полупроводника по данным измерений тепловых и термоэлектрических эффектов

Теплопроводность полупроводникового материала содержит обширную информацию о механизме неравновесных процессов в полупроводнике, поскольку она зависит от наличия примесей и дефектов в кристалле. Поэтому измерение χ и позволяет не только оценить параметры теплового режима приборов, но и контролировать качество материала.

Величина теплопроводности в материале зависит как от вида переносчиков теплоты (фононы, электроны, дырки), так и от механизма их рассеяния. Фононная (решеточная) теплопроводность доминирует в относительно слабо легированном материале. Из выражения для теплопроводности

$$\chi = \frac{1}{3} c_{(V)} v \lambda$$

($c_{(V)}$ - теплоемкость единицы объема; v - скорость квазичастиц, участвующих в переносе тепла; λ - длина их свободного пробега) можно определить величину свободного пробега фононов λ . Последняя определяется как взаимодействием фононов между собой и с границами кристалла, так и их рассеянием на примесях (скоплениях примесей), свободных носителях заряда, структурных дефектах.

Термоэлектрические характеристики, как отмечалось, связаны друг с другом термодинамическими соотношениями, поэтому достаточно обсудить связь с основными параметрами полупроводника только одной из них (например, α). В типичном случае невырожденного полупроводника коэффициент термо-э.д.с. описывается выражениями:

для электронов

$$\alpha = -\frac{k}{e} \left[\frac{E_F}{kT} + (-s + 5/2) \right]$$

для дырок

$$\alpha = \frac{k}{e} \left[\frac{E_F + E_g}{kT} + (-s + 5/2) \right].$$

Здесь E_F : - энергия Ферми, зависящая от концентрации носителей заряда и эффективной массы (отсчитывается от края зоны проводимости); выражения в фигурных скобках положительны, так что знак α отвечает знаку носителей заряда.

Контроль загрязнений при производстве полупроводниковых приборов

Чистые помещения в производстве интегральных микросхем

Само понятие чистого помещения появилось благодаря микроэлектронике, поскольку компании этой области первыми столкнулись с проблемой чистоты воздуха в промышленных масштабах. Миниатюризация изделий повысила уязвимость по отношению к загрязнениям. В микроэлектронной

промышленности требуемый уровень контроля загрязнений и соответствующий класс чистоты помещений определяется минимальным размером топологического элемента или толщины пленки. С точки зрения физики процесса работа изделия зависит от чистоты материала, измеряемой на уровнях ppt (part per trillion), т. е. ниже, чем один атом примеси на триллион атомов основного вещества. Очевидно, что для производства таких элементов необходима очень чистая производственная среда, добиться необходимого уровня чистоты позволяют чистые помещения.

Важно правильно определить требуемый класс чистоты для производства изделий микроэлектроники, поскольку одна пылинка 0,5-5мкм может привести к браку микросхемы. Таким образом, определение класса чистоты для чистых помещений основывается на вероятности загрязнения и потенциального отказа устройства. Обычно класс чистоты с минимальной концентрацией частиц выбирается исходя из критического размера частиц. Критический размер частиц, как правило, принимается как 1:10 минимального размера топологического элемента.

Например, в процессе фотолитографии пластины находятся в открытой окружающей среде и опасность загрязнения высока. Это обуславливает высокую вероятность отказа устройства в случае загрязнения. В таких случаях могут использоваться физические барьеры, которые защищают технологическое ядро от загрязнений или колебаний параметров внешней среды (например, температуры, влажности, давления). Технологические процессы влияют на планировочные решения чистых помещений. В рабочих зонах чистых помещений, в которых вручную или на автоматическом оборудовании выполняются технологические операции с пластинами, матрицами и др., вероятность загрязнения высока, если процесс открыт непосредственно в окружающую среду. К наиболее распространенным средствам защиты продукта внутри рабочих зон относятся односторонний поток, минимизация занимаемого пространства и концентрация используемых материалов и продукции, разделение персонала и открытого продукта, включая использование барьерной технологии. Рабочие зоны, как правило, отделяются от соседних, менее критических, зон физическими барьерами или потоками воздуха.

Зоны обслуживания, в которых расположены части технологического оборудования, не выходящие в рабочую зону, рабочий процесс закрыт по отношению к окружающей среде. Зоны обслуживания обычно располагаются рядом с соответствующей рабочей зоной. Зоны, находящиеся вблизи рабочих зон, зон обслуживания и способствующие разделению более чистых и менее чистых зон называются вспомогательными. В этих зонах не располагаются ни продукт, ни оборудование.

Приведем пример организации чистых помещений на участке изготовления фотошаблонов при производстве микросхем. На участке происходят следующие операции: обработка файлов, прорисовка фотошаблонов. Размещаемое оборудование: фотоплоттер (в отдельном помещении), проявочный процессор (в отдельном помещении), рабочий стол с микроскопом, стеллажи и боксы (фильмостаты) для временного хранения фотошаблонов. Общие требования к чистым помещениям:

- Неактивное искусственное освещение.
- Отдельно выделенный бокс для фотоплоттера — темная комната с подачей обеспыленного воздуха.
- Шлюз для входа/выхода персонала.
- Воздушный душ для обеспыливания одежды персонала.
- Окраска стен и покрытие пола пылеотталкивающими, небликующими материалами, не выделяющими пыли и допускающими влажную уборку.
- Антистатическая защита.
- Для предотвращения разрушения фотоэмульсионного слоя фотошаблонов стеллажи и боксы не должны иметь острых граней и заусенцев.

Класс чистоты в общих помещениях участка фотошаблонов по ГОСТ ИСО 14644-1-2002 - класс 7 ИСО. Тип потока воздуха — смешанный; кратность воздухообмена — 20 кубометров на 1 квадратный метр площади помещения. Кратность воздухообмена определяется расчетным путем с учетом тепловой нагрузки, наличия вытяжек, класса чистоты, численности персонала, типа одежды с учетом эмиссии частиц, требуемого перепада давления и др. Приведены ориентировочные значения объема подаваемого воздуха на 1 квадратный метр площади в 1 час при высоте помещения 3,0м. Требования к температурному режиму: $21 \pm 1^\circ\text{C}$, к режиму влажности: $50 \pm 5\%$.

Виды загрязнений поверхности подложек и пластин

Возникновение загрязнений

Электрические характеристики ИМС и их надежность во многом обуславливаются степенью совершенства кристаллической решетки и чистотой обрабатываемой поверхности пластин и подложек. Поэтому обязательным условием получения бездефектных полупроводниковых и пленочных структур является отсутствие на поверхности пластин и подложек нарушенного слоя и каких-либо загрязнений. Как известно, нарушенный приповерхностный слой полупроводниковых пластин является следствием их механической обработки. Используемые при подготовке пластин методы шлифования, полирования и травления позволяют удалить нарушенный слой (рис. 5).

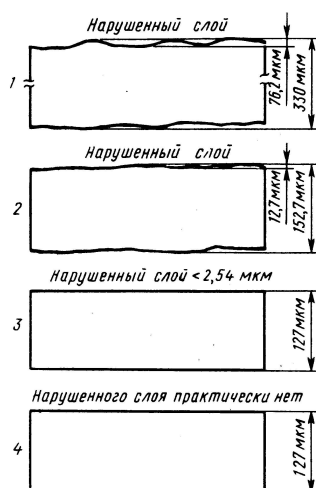


Рис. 5: Изменение толщины нарушенного слоя при механической обработке монокристаллических полупроводниковых пластин: 1) после резки; 2) после шлифования; 3) после полирования; 4) после травления

Однако атомы материала пластины (подложки), расположенные на ее поверхности, имеют намного больше ненасыщенных связей, чем атомы в объеме. Этим объясняются высокие адсорбционные свойства и химическая активность поверхности пластин. В условиях производства ИМС пластины и подложки соприкасаются с различными средами, и полностью защитить их от адсорбции различного рода примесей невозможно. В то же время получить идеально чистую поверхность (без посторонних примесей) тоже практически невозможно. Поэтому применяемое в технике понятие «чистая поверхность» имеет относительный характер. Технологически чистой считают поверхность, которая имеет концентрацию примесей, не препятствующую воспроизводимому получению заданных значений и стабильности параметров ИМС. Допустимая концентрация примесей на поверхности пластин зависит от сложности ИМС и способа ее формирования. Для обеспечения эффективной очистки с целью получения технологически чистой поверхности пластин (подложек) необходимо знать источник и вид загрязнения, характер его поведения на поверхности, методы удаления.

Источники загрязнений

Основными источниками загрязнений поверхности пластин и подложек являются:

- абразивные и клеящие материалы, кремниевая пыль при механической обработке;
- пыль в производственных помещениях; предметы, с которыми соприкасаются пластины и подложки (оборудование, инструмент, оснастка, технологическая тара);
- технологические среды;
- органические и неорганические реагенты, вода;
- одежда и открытые участки тела операторов и др.

Загрязнение пластин и подложек практически возможно на всех операциях технологического процесса изготовления кристаллов и сборки ИМС.

Виды загрязнений

Возможные загрязнения на поверхности пластин и подложек классифицируют, как правило, по их физико-химическим свойствам, так как они определяют выбор методов удаления загрязнений. Наиболее распространенными являются загрязнения следующих видов:

- Физические загрязнения - пылинки, ворсинки, абразивные материалы, силикаты, кремниевая пыль и другие посторонние частицы, химически не связанные с поверхностью пластин и подложек.
- Загрязнения, химически связанные с поверхностью пластин и подложек - оксиды, нитриды и другие соединения.
- Органические загрязнения - неполярные жиры, масла, силиконы и другие неионные примеси.
- Растворимые в воде полярные загрязнения - соли, кислоты, остатки травителей, флюсы и пр.
- Газы, адсорбированные поверхностью пластин и подложек.

На поверхности пластин и подложек одновременно могут присутствовать загрязнения различных видов. Типичные загрязнения и их источники, встречающиеся в технологии полупроводниковых ИМС, приведены в табл. 1.

Наиболее трудно удаляются органические и химически связанные с поверхностью загрязнения, а также загрязнения от абразивных материалов, полярные газы и ионы, внедренные в приповерхностный слой пластин.

Методы удаления загрязнений

Для удаления загрязнений используют различные методы, на физических принципах которых разрабатывают процессы очистки. По механизму протекания процессов все методы очистки классифицируют на физические и химические, а по применяемым средствам - на жидкостные и сухие (рис. 6). В основу каждого способа очистки положен один из трех методов удаления загрязнений с поверхности:

- механическое удаление частиц загрязнителя потоком жидкости или газа;
- растворение в воде;
- химическая реакция.

Типичные загрязнения полупроводниковых пластин и их источники

Загрязнения	Возможные источники
Волокна (нейлон, целлюлоза и т. д.)	Одежда, ткани, бумажные изделия
Силикаты	Горные породы, песок, почва, зола, пепел
Окислы и окалина	Продукты окисления некоторых металлов
Масла и жиры	Масла от машинной обработки, отпечатки пальцев, жиры с открытых участков тела, средства для волос, мази, лосьоны
Силиконы	Аэрозоли для волос, кремы, лосьоны после бритья, лосьоны для рук, мыло
Металлы	Порошки и отходы машинной обработки и шлифовки; изготовление металлических частей; частицы из металлических банок для хранения и металлических контейнеров
Ионные примеси	Продукты дыхания, отпечатки пальцев (хлорид натрия); примеси из очищающих растворов, содержащие ионные детергенты; некоторые флюсы; примеси от предварительной химической операции, такой, как травление или металлизация
Неионные примеси	Неионные детергенты, органические материалы для обработки

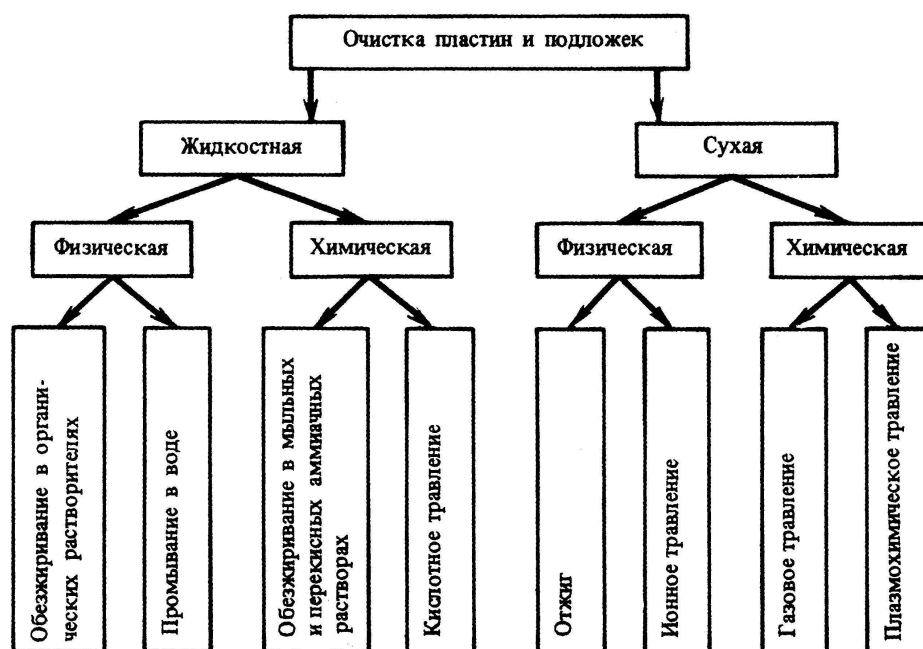


Рис. 6: Классификация методов очистки пластин и подложек

Типовые процессы очистки пластин и подложек

Выбор способа очистки зависит от вида загрязнений. Эффективная очистка достигается при

сочетании нескольких способов очистки. В качестве примера в таблице 2 приведены данные по использованию различных способов очистки в зависимости от вида загрязнений.

Таблица 2

Виды загрязнений и способы их удаления

Виды загрязнений	Способы очистки
Физические включения (пылинки, пух, небольшие частицы полупроводника, металла, абразива)	Растворение и одновременное ультразвуковое перемешивание
Загрязнения ионами (остатки кислот, осадки, получаемые при электролитическом покрытии, ионы металлов)	Промывка в деионизованной или дистиллированной воде до установления постоянного сопротивления. Промывка в кислотах для удаления адсорбированных ионов. Ионная очистка
Минеральные жиры и органические материалы	Ультразвуковая промывка в нагретом органическом растворителе. Кипячение в органическом растворителе. Ионная очистка
Сложные химические включения (полярный органический материал, окислы, сернистые соединения)	Травление кислотами. Промывка кремниевых пластин в метиловом спирте
Загрязнения парами	Ионная очистка. Вакуумный отжиг. Термическое травление. Обработка в кислотах

Однако при изготовлении ИМС возможные виды загрязнений проявляются комплексно, а на различных стадиях изготовления к качеству чистоты поверхности предъявляются различные требования. Поэтому для качественной и эффективной очистки пластин и подложек разрабатывают типовые процессы очистки, представляющие собой комбинирование различных способов очистки, выполняемых в определенной последовательности. В составе таких процессов основными операциями являются обезжиривание, травление, промывка, сушка.

На протяжении всех этапов изготовления кристаллов полупроводниковых ИМС очистку полупроводниковых пластин проводят многократно - после механической обработки пластин и перед основными операциями формирования структур: окислением, эпитаксиальным наращиванием, диффузией, металлизацией, фотолитографией (и после нее), защитой.

Качество очистки

На качество очистки влияют температура, состав моющей смеси, интенсивность перемешивания, продолжительность обработки и способ сушки. При повышении температуры улучшается очищающая способность растворителей и качество очистки. Однако при слишком большой температуре некоторые загрязнения могут закрепиться на поверхности, а при удалении загрязнений, содержащих растворимые и нерастворимые компоненты, могут быстро удаляться быстро растворимые и прочно закрепляться на поверхности нерастворимые. Чтобы одновременно удалять оба вида загрязнений, целесообразно снижать температуру моющего раствора. В процессе очистки для предотвращения брака необходимо постоянно измерять и точно поддерживать заданную температуру.

При очистке большого количества деталей в одной ванне происходит загрязнение моющего раствора и из-за повторного осаждения загрязнений на очищенную поверхность снижается качество обработки. Поэтому необходимо регулярно заменять загрязнённый растворитель свежим. Определяют степень загрязнённости растворителя по его удельному сопротивлению или температуре кипения (при насыщении растворителя жировыми загрязнениями его температура повышается). Для улучшения качества очистки необходимо повышать интенсивность перемешивания раствора.

Увеличение времени очистки не всегда позволяет существенно повысить чистоту обрабатываемых деталей. В некоторых случаях для повышения чистоты поверхности целесообразно повторить очистку. Остатки растворимых соединений, которые оседают на поверхности при испарении жидкости, могут быть причиной образования пятен и подтёков. Эти дефекты появляются, если для прополаскивания используют недостаточно чистую жидкость или отмывку выполняют не качественно. Для удаления пятен и подтёков детали обрабатывают в более эффективных моющих растворах, обезжиривают в парах растворителя и сушат на высокоскоростных центрифугах.

При такой сушке растворённые загрязнения удаляются с поверхности вместе с жидкостью под действием центробежных сил прежде, чем жидкость успеет испариться. Одним из приёмов повышения качества очистки является отделение сильно загрязнённых деталей, если они составляют небольшую часть обрабатываемой партии, и очистка их отдельно по специальной технологии.

При работе с хлорорганическими растворителями нельзя допускать попадание в них воды, так как происходит гидролиз — взаимодействие растворителя с водой с образованием соляной кислоты, в присутствии которой процесс разложения хлорорганических растворителей протекает более интенсивно. Характерный запах соляной кислоты является сигналом о наличии в растворителе воды. Гидролиз резко снижает растворяющую способность хлорированных углеводородов, и на очищаемой поверхности остаётся большое количество трудноудаляемых ионов хлора.

Определение чистоты поверхности

После отмывки необходимо контролировать чистоту поверхности, чтобы предупредить выход брака из-за поступления недостаточно чистых изделий на последующие технологические операции. В полупроводниковом производстве основными требованиями, предъявляемыми к методам контроля чистоты поверхности, является высокая чувствительность измерений и возможность их применения в промышленных условиях.

Различают прямые и косвенные методы определения чистоты поверхности. Прямые методы позволяют определять загрязнения непосредственно на поверхности контролируемых деталей. Среди них большое распространение получил микроскопический метод, основанный на смачиваемости, и метод разности потенциалов. Высокую чувствительность обеспечивает метод радиоактивных изотопов. Косвенные методы основаны на удалении с поверхности загрязнений растворителями или травлением загрязнённого слоя в травильных смесях и применяются главным образом в лабораторных условиях. Поэтому из косвенных методов только метод измерения удельного сопротивления моющих растворов применяется на производстве.

Микроскопический метод. Наблюдение поверхности производят в светлом или темном поле микроскопа, чаще в темном. Чтобы исключить попадание в объектив микроскопа отражения от поверхности лучей, используют косое освещение. Наблюдения в темном поле позволяет выявить в виде светящихся точек твёрдые загрязнения, островки оксидных плёнок, дефекты поверхности, остатки растворителя. Степень чистоты поверхности определяется количеством светящихся точек в поле зрения микроскопа при определённом освещении. Этот метод в настоящее время общепринят для контроля чистоты поверхности полупроводниковых пластин, так как с микроскопическими твёрдыми и коллоидными загрязнениями удаляются и другие. Метод наблюдения в тёмном поле не позволяет судить о составе загрязнений и в этом его недостаток.

Методы, основанные на смачиваемости. Контроль чистоты поверхности этими методами выполняют окунанием в чистую воду, распылением её, измерением угла смачивания, а также конденсации и запотеванию. При окупании в чистую воду поверхности полупроводников и металлов,

свободная от жировых загрязнений, способна удерживать непрерывную плёнку воды. Жировые (гидрофобные) загрязнения разрывают эту плёнку. Для контроля промытую влажную деталь погружают в холодную чистую воду, так как тёплая вода может быстро испариться, а если в воде присутствуют загрязнения в виде масел, смачивающих реагентов или поверхностно-активных веществ, непрерывная плёнка может образоваться и на загрязнённой поверхности. Затем деталь извлекают из воды и с нею в течение примерно 20 с должен стечь избыток воды. При более длительном времени стекания может произойти разрыв плёнки воды из-за испарения. Далее визуальным образом определяют непрерывность плёнки воды и, если имеются разрывы, очистку поверхности следует повторить. Время необходимое для разрыва плёнки воды, характеризует степень загрязнения поверхности. При количестве органических загрязнений на поверхности более 10^{-5} г/см² плёнка воды разрывается мгновенно, а при $3 \cdot 10^6$ г/см² – примерно через 60 секунд.

Распылением чистоту поверхности контролируют сразу после её очистки и прокаливания. Для этого на ещё влажную поверхность распылением наносят с расстояния примерно 65 см до полного её смачивания чистую холодную воду. На загрязнённых участках поверхности после распыления образуется узор из капелек, которые сохраняются в течение 15-20 минут. Продолжительность распыления определяют опытным путём. Чтобы повысить чувствительность метода, в распыляемую воду добавляют красящее вещество и контролируемые пластины после образования рисунка сушат. При этом происходит закрепления рисунка загрязнений, так как краситель остаётся только на местах загрязнений. Рисунок загрязнений сохраняют в течение нескольких дней. По чувствительности метод распыления воды с красителем в 10–20 раз превышает метод распыления чистой водой.

Измерение угла смачивания капель воды, помещённой на поверхности, позволяет определить чистоту. При этом методе возможны три случая:

- капля хорошо растекается, следовательно, угол смачивания очень мал и поверхность чистая, гидрофильная.
- капля остаётся на поверхности в виде шарика, при этом угол смачивания примерно 90° , что свидетельствует о загрязнении поверхности органическими (гидрофобными) веществами.
- капля частично растекается, образуя с поверхностью некоторый промежуточный краевой угол, по которому можно судить о степени чистоты поверхности.

Для измерения угла смачивания служит установка УКУС–1, с помощью которой увеличенное изображение капли воды проектируется на экран и измеряется краевой угол.

Метод конденсации основан на наблюдении смачиваемости поверхности детали, охлажденной до температуры ниже точки росы, конденсатом. При контроле детали кладут в чистый сухой стакан, который помещают в сосуд Дьюара с жидким азотом и охлаждают 2–5 минут. После извлечения из азота на поверхности деталей образуется слой инея, который через некоторое время начинает таять. Смачивание поверхности конденсатом наблюдают в момент образования жидкой фазы. При отсутствии гидрофобных соединений конденсат покрывает поверхность ровным слоем, а при их наличии на поверхности образуются отдельные капли конденсата. Метод конденсации исключает дополнительное загрязнение поверхности, в чём и состоит его преимущество перед методом распыления. Чтобы поверхность не загрязнялась органическими веществами из воздуха, контроль необходимо выполнять в чистой атмосфере.

Метод запотевания состоит в том, что испытуемую поверхность обрабатывают в течение 2–3 минут струёй пара из парообразователя. При отсутствии органических загрязнений поверхность омывается сплошной плёнкой конденсата, а при наличии загрязнений поверхность покрывается капельками конденсата, образуется фигуры запотевания. Этот метод обладает высокой чувствительностью и прост в применении. После контроля полупроводниковую пластину можно использовать в производстве без дополнительной очистки. Метод запотевания удобен для определения чистоты поверхности стеклянных изделий, для которых неприменим метод конденсации, так как при охлаждении в азоте стекло может растрескаться. Этим методом невозможно контролировать чистоту

поверхности материалов, у которых высокая теплопроводность, так как трудно заметить момент образования на них капель конденсата. Все методы контроля чистоты поверхности, основанные на смачивании водой, неприменимы для контроля чистоты после отмытки в растворителях или их парах, так как поверхность, обрабатываемая в растворителях, гидрофобна и при контроле на смачиваемость дает 100% загрязняемость. Кроме того, этими методами нельзя обнаружить гидрофобные загрязнения, если имеются следы смачивающих поверхностно-активных веществ. В этом случае даже при наличии гидрофобных загрязнений на поверхности будет образовываться непрерывная плёнка воды.

Метод контактной разности потенциалов. Химическая обработка, влияя на локализованный на поверхности заряд, изменяет поверхностные потенциал. Это изменение контролируют по равному изменению контактной разности потенциалов. Измерительная установка состоит из генератора, звуковые колебания которого через электромеханическую систему приводят в колебательное движение динамический конденсатор, одной обкладкой которого является контролируемая пластина, а другой — эталонный электрод. В результате на конденсаторе возникает переменное напряжение, амплитуда, которого пропорциональна разности потенциалов между его обкладками, а значит зависит от состояния поверхности контролируемой поверхности.

Метод радиоактивных изотопов (меченых атомов). Этот метод основан на обнаружении загрязнений, содержащих радиоактивные изотопы, и применяется для оценки эффективности процессов отмытки. Радиоактивные загрязнения специально наносят на отдельные участки или на всю поверхность на отдельные участки или на всю поверхность, и после промывки по выбранной технологии их остатки определяют с помощью счётчика Гейгера. Метод обладает очень высокой чувствительностью (в 1000 раз больше, чем методы основанные на смачивании) и применяются главным образом в лабораторных условиях, так как в производственных условиях трудно обеспечить необходимые меры защиты от радиоактивного излучения.

Метод измерения удельного сопротивления моющих растворов. Этот метод позволяет определить содержание ионных загрязнений в промывочной воде и различных растворителях. В производственных условиях метод измерения удельного сопротивления моющего раствора применяют для контроля длительности процесса отмытки: отмытку ведут до тех пор, пока не будут равны удельные сопротивления раствора на входе в промывочную ванну и на выходе из неё.

Этот метод не позволяет обнаружить нерастворимые или слабо диссоциирующие загрязнения, даёт заниженные результаты, так как некоторые загрязнения лишь частично удаляются с поверхности в процессе отмытки, и не позволяют оценить распределение загрязнений по поверхности, так как даёт информацию лишь об общем количестве растворимых ионных загрязнений.