

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна



12- 3429

K-647

А.А. Конова, Б.П. Осипенко

ПОЛУЧЕНИЕ ОКИСНЫХ ПЛЕНОК НА $p-i-n$
ПЕРЕХОДАХ ПУТЕМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ
ОБРАБОТКИ

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

1967.

ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК НА p-i-n
ПЕРЕХОДАХ ПУТЕМ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ
ОБРАБОТКИ

А.А. Конова, В.П. Осипенко

12-3429

5351/3 нр

В последние годы все шире используются полупроводниковые детекторы для экспериментов, в которых необходимо иметь площади детекторов более 10 см^2 . Из имеющегося в настоящее время исходного материала нельзя изготовить один детектор такой площади, поэтому прибегают к параллельному включению нескольких детекторов, чтобы обеспечить необходимую площадь. В этом случае детекторы, как правило, используются без защитных корпусов.

Для того чтобы детекторы не меняли своих свойств при воздействии внешней среды, необходимо защищать p-i-n-переходы плотной и стойкой пленкой.

В данной работе описан один из способов получения защитной пленки.

Существует несколько способов окисления кремния. Наиболее широко используются термическое^{/1/} и электрохимическое^{/2,3/} окисление. При термической обработке можно получить окисные пленки, обладающие хорошими защитными свойствами, но этот метод не применим для диффузионно-дрейфовых детекторов, так как требует нагрева образца выше 900°C в течение продолжительного времени.

Электрохимическое окисление обычно осуществляется в водных растворах различных кислот. Практический интерес представляют очень чистые пленки двуоксида кремния, формирующиеся при анодной обработке кремния в деионизированной воде. Такие пленки обладают хорошими защитными и электроизоляционными свойствами^{/4/}, но ввиду их аморфной структуры они очень недолговечны.

В работе Ковальчука, Лютовича и Ивановой^{/5/} показана возможность получения окисных монокристаллических пленок на кремниевых анодах в водных растворах плавиковой кислоты. В этом случае окисление проводится после электролитического полирования в непрерывном процессе, что позволяет получить защищенную поверхность с низкой скоростью поверхностной рекомбинации^{/6/}, так как

электролитическое полирование создает поверхность с высокой гладкостью и ненарушенной кристаллической структурой.

Исполнителями данной работы была сделана попытка использовать электролитическое полирование с последующим окислением поверхности для защиты торцов и стабилизации параметров диффузионно-дрейфовых кремниевых детекторов.

Защита торцов $p-i-n$ детекторов путем электрохимической обработки проводилась на 18 детекторах площадью $2-3 \text{ см}^2$ и толщиной $4-5 \text{ мм}$. Обработка велась в специальном устройстве, конструкция которого показана на рис. 1. Роль анода выполняла торцовая часть детектора ($p-i-n$ -переход), а катода - платиновая пластина. Положительный потенциал прикладывался к "п" области детектора. Перед электрополированием торцовая часть детектора травилась в травителе СР-4, затем образец устанавливался в устройство для электрополирования и окисления и выдерживался в течение нескольких минут в электролите, после чего подавалось напряжение на электроды.

Все опыты проводились в 0,5, 1 и 1,5% водных растворах с добавкой 20 об.% глицерина. Для управления и контроля процессами электрополирования и окисления была изучена зависимость протекания процесса от напряжения, приложенного к электродам, и плотности тока.

На рис. 2 показана зависимость "напряжение-ток" для анода из высокоомного кремния n -типа в 1% HF. Анализ этой кривой и сравнение ее с микроструктурными наблюдениями показывают, что точка "А" соответствует началу процесса электрополирования, точка "В" - началу окисления.

Плотность тока в точке "В" принимается за "критическую" плотность тока, т.е. такую плотность тока, при которой электрополирование сменяется окислением. Участок АВ - область электрополирования. Для каждого образца в соответствии с ходом кривой рис. 2 экспериментально определяется область электрополирования и "критическая" плотность тока. После этого проводится электрополирование торцов детекторов при плотности тока чуть ниже "критической", через 20-35 минут путем увеличения плотности тока выше "критической" процесс электрополирования переводится в процесс окисления. При этом необходимо следить, чтобы в процессе электрополирования и окисления не произошло контакта образца с воздухом, так как образующаяся в процессе электрополирования "полирующая" пленка^{17/} при контакте с воздухом меняет свои свойства.

Опыты Ковальчука, Лютовича и Ивановой показали, что наличие на поверхности тонкой фазовой "полирующей" пленки двуокиси кремния обуславливает рост наиболее совершенной окисной пленки.

Начало процесса окисления характеризуется появлением на поверхности радужной пленки. На рис. 3 показаны кривые зависимости напряжения от тока при обработке торцов $p-i-n$ кремниевых детекторов в 0,5, 1 и 1,5% водных растворах HF.

Величины "критических" плотностей тока, определенных из кривых и из анализа микроструктурных наблюдений, хорошо согласуются между собой. Для иллюстрации защитных свойств окисной пленки, полученной электрохимической обработкой, приведем некоторые результаты измерений.

В таблице 1 приведены значения обратных токов до окисления, после окисления и изменения токов в процессе хранения окисленных и контрольных образцов.

Для окисления отбирались образцы с большими обратными токами.

После окисления первых образцов прошло более трех месяцев.

Из таблицы 1 видно, что после окисления обратные токи всех детекторов уменьшились и сохранили свое значение в течение всего срока хранения. У контрольных образцов токи за это время увеличились в среднем на 30%.

Из экспериментов, проведенных на небольшом количестве образцов с малым сроком их хранения, можно сделать предварительный вывод, что описанный способ получения окисных пленок на $p-i-n$ переходах может оказаться удобным и надежным методом стабилизации характеристик детекторов.

Л и т е р а т у р а

1. M. M. Alalla, E. A. Tannebaum, E. J. Scheibner, *Bell Syst. Techn. J.*, **38**, 749 (1959).
2. P. F. Schmidt, W. Michel, *J. Electrochem. Soc.*, **104**, 230 (1957).
3. A. Polytzcki, F. Fuchs, *Z. Naturforsch.*, **14a**, 271 (1959).
4. Л.А.Дубровский, В.Г. Мельник, А.Л. Одынец. *ЖФХ*, **36**, № 10 (1962).
5. В.И.Ковальчук, А.С.Лютович, Т.К. Иванова. Сб. "Физические свойства особ чистых металлов и полупроводников". Изд. ФАН Узб.ССР, Ташкент (1966).
6. Л.В.Маслова, О.А.Матвеев, В.Ф. Афанасьев. *ФТТ*, **3**, вып. 9, 2699 (1961).
7. Tumer, *J. Electrochem. Soc.*, **106**, 701, 1959.

Рукопись поступила в издательский отдел
6 июля 1967 г.

Т а б л и ц а I

	Обра- зец	Площадь S [м ²]	Толщи- на d /м/	$i_{\text{ср}}$ - сразу пос- ле травления в СР-4	$i_{\text{ср}}^1$ /ммкм/	$i_{\text{ср}}^2$ /ммкм/	$i_{\text{ср}}^3$ /ммкм/	$i_{\text{ср}}^4$ /ммкм/	z /в/ $t = -18,5^\circ\text{C}$
					после 12 ч	после 24 ч	после 36 ч	после 2400 ч	
Окисленные образцы	1-А	$2,92 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в-23 /ммкм/	8,0	9,0	8,5	7,5	150
	26-А	$2,32 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в-32 /ммкм/	9,0	10,5	7,5	6,0	150
	75-А	$2,34 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в- 13 /ммкм/	6,5	7,25	6,0	5,5	150
	57-А	$2,34 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в- 40 /ммкм/	7,5	8,0	6,0	5,0	150
	30-С	$2,64 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в- 35 /ммкм/	5,5	6,2	5,0	4,5	150
Контрольные образцы	55-А	$2,58 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в- 16,5 /ммкм/	17	19,0	19,5	20,5	150
	81-А	$2,76 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в- 7,2 /ммкм/	7,5	7,2	9,0	11,5	150
	144	$2,66 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	100 в - 12,0 / ммкм/	13,5	20,0	21,0	24,5	150

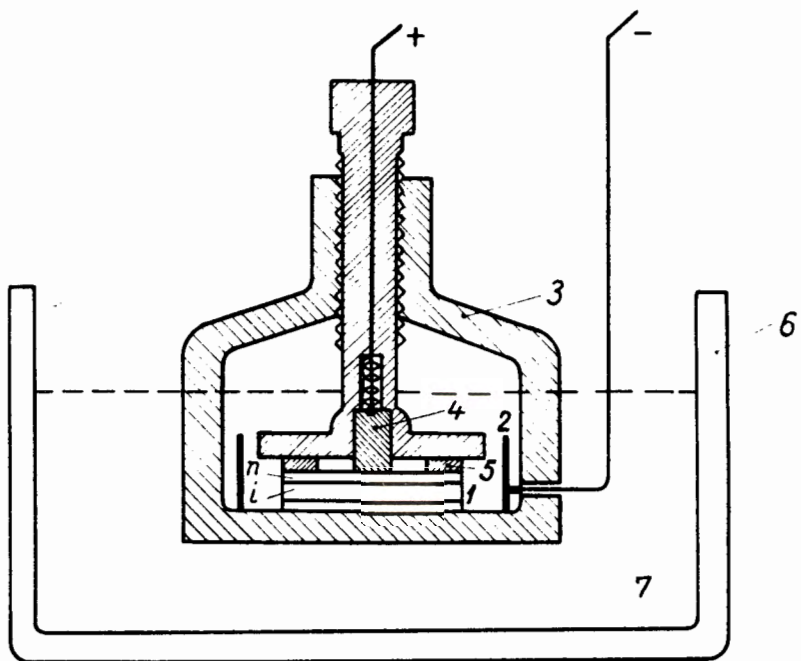


Рис. 1. Устройство для электрополирования и окисления торцов детекторов.
 1 - детектор с р-і-п -структурой, 2- катод из платины, 3 - фторопластовый держатель, 4 - прижимной контакт, 5 - предохранительные прокладки, 6 - фторопластовая ванна, 7 - электролит.

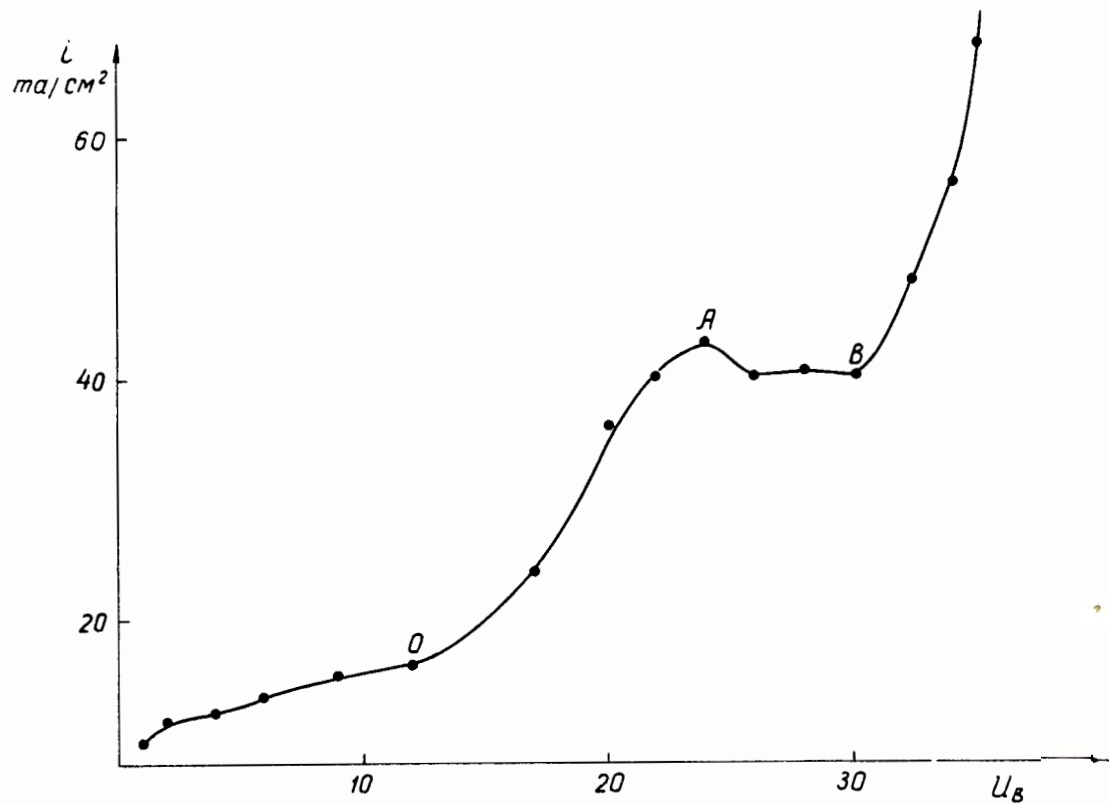


Рис. 2. Кривая зависимость тока от напряжения для высокоомного кремния "n" типа с $\rho = 2000 \Omega \text{ см.}$

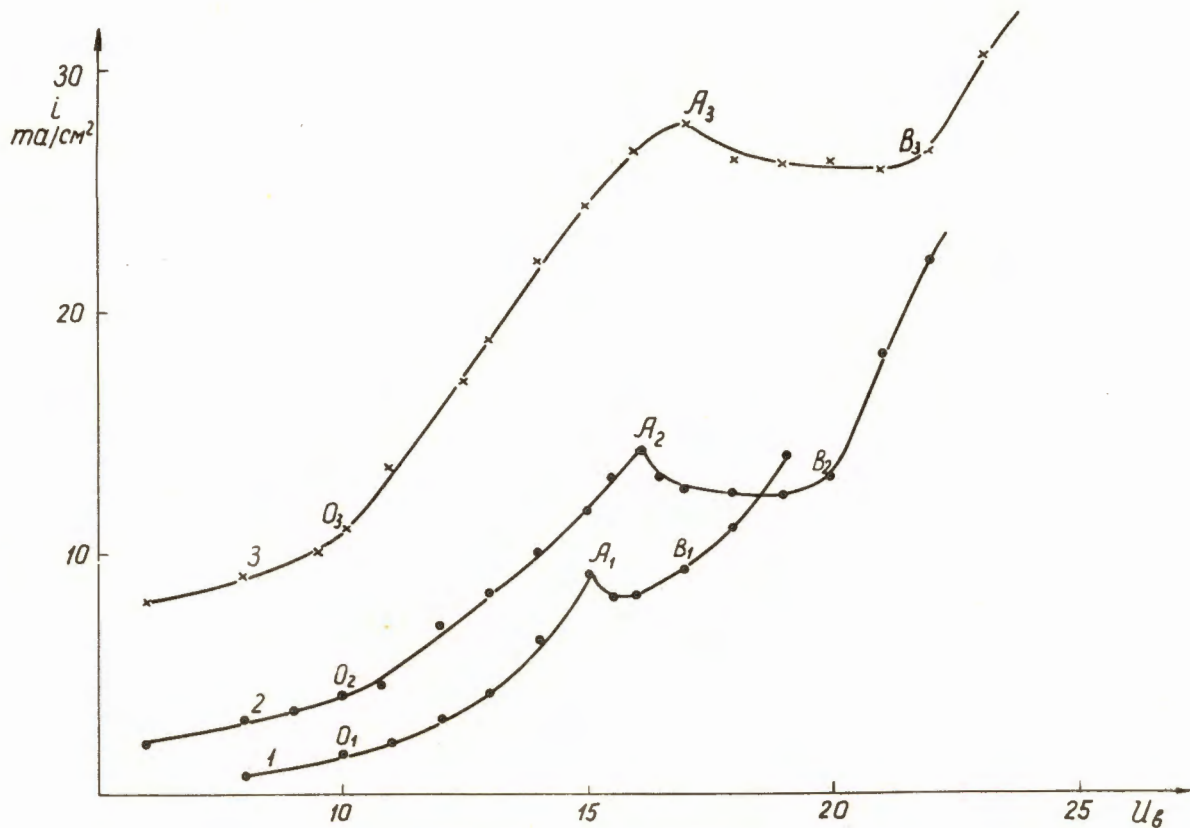


Рис. 3. Кривые зависимости тока от напряжения для детектора 1-А,
 кривая 1 - концентрация электролита - 0,5% HF,
 кривая 2 - концентрация электролита - 1% HF,
 кривая 3 - концентрация электролита - 1,5% HF.