

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

13-5835

СД 44.1 м

A-391



2694/1-71
5835
Т.И. Акимова, И. Крацикова,
Б.П. Осипенко, Л.А. Пермякова

ЛАБОРАТОРИЯ ЯДЕРНЫХ ПРОБЛЕМ

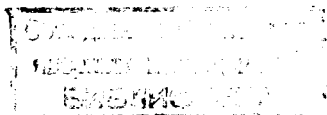
ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОКСИДИРОВАНИЕ
p-i-n - ПЕРЕХОДОВ
КРЕМНИЕВЫХ ДЕТЕКТОРОВ
В РАСТВОРАХ ПЛАВИКОВОЙ КИСЛОТЫ.

1971

13-5835

Т.И. Акимова, Й. Крадикова,
Б.П. Осипенко, Л.А. Пермякова

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ОКСИДИРОВАНИЕ
p-i-n- ПЕРЕХОДОВ
КРЕМНИЕВЫХ ДЕТЕКТОРОВ
В РАСТВОРАХ ПЛАВИКОВОЙ КИСЛОТЫ**



Электрические характеристики полупроводниковых приборов и их стабильность существенно зависят от состояния поверхности прибора и от внешней окружающей среды. Для защиты от влияния среды применяют различные способы обработки поверхности. Значительный интерес представляет метод электрохимического оксидирования на кремниевых анодах, описанный в литературе /1-4/. Сущность метода заключается в том, что оксидирование проводится сразу после полирования в едином непрерывном процессе. Это позволяет получать защитные пленки, являющиеся как бы продолжением кристаллической решетки кремния. Пробные опыты с применением такой методики к кремниевым детекторам ядерных частиц описаны в работе /5/.

В наших исследованиях использовались кремниевые детекторы *p-i-n*-структуры, изготовленные из монокристаллического кремния *p*-типа с различным удельным сопротивлением (ρ) и временем жизни неосновных носителей тока (τ). *p-i-n*-структура получалась методом компенсации акцепторов бора в кремнии *p*-типа путем дрейфа ионов лития в электрическом поле *p-n*-перехода.

Изготовленные таким образом детекторы травились в течение нескольких минут в смеси азотной и плавиковой кислот в соотношении 1:2 (соответственно), тщательно промывались в бидистиллированной холодной и горячей воде. После сушки на воздухе измерялись их вольтамперные характеристики. Затем детекторы подвергались оксидированию в 1% плавиковой кислоте. Для этой цели детектор закреплялся в тефлоновом держателе и погружался в электролит. С электролитом соприкасалась только торцевая часть детектора (*p-i-n*-переход), которая и выполняла роль анода. Катодом служила платиновая пластина, расположенная вокруг де-

тктора в виде кольца на некотором расстоянии от него . *n* - и *p* - стороны изолировались от электролита прижимными полиэтиленовыми прокладками. "Критические" плотности токов полирования и оксидирования определялись путем быстрого снятия кривой зависимости тока от напряжения для каждого детектора в отдельности /4/ .

В таблице 1 приведены данные по изменению обратных токов детекторов при хранении их в лабораторных условиях в течение нескольких месяцев. Из приведенной таблицы видно, что обратные токи оксидированных образцов после двух месяцев хранения уменьшились по сравнению с контрольными (травленными), однако после длительного хранения (около года) токи несколько возросли, оставаясь при этом ниже значений, полученных сразу после оксидирования. Исключение составляют образцы №12 и 5, оксидированные в 0,5% *HF* . К тому же образец №12 после оксидирования подвергался кратковременному протравливанию в 1% плавиковой кислоте, т.к. на нем была получена толстая оксидная пленка и обратные токи были больше, чем до оксидирования. После протравливания токи резко уменьшились. В таблице для этого детектора приведены значения токов после протравливания.

Практические затруднения при такой методике связаны с тем, что не всегда удается точно определить плотности токов полировки и оксидирования, потому, что за время снятия кривой зависимости тока от напряжения на поверхности образца происходят необратимые электрохимические процессы, изменяющие поверхностный потенциал. Так, при повторном снятии такой кривой на одном и том же образце в большинстве случаев не удается выделить ясно выраженного участка, соответствующего области полирования /4/ .

Многочисленные опыты показали необходимость визуального наблюдения процесса перехода от полировки к оксидированию при снятии зависимости тока от напряжения. Такой переход характеризуется появлением матовой радужной пленки по всей оксидируемой поверхности. С этой целью детектор погружался в центр платиновой чашки с раствором электролита (1% *HF* с добавлением этиленгликоля). Платиновая чашка выполняла роль катода. Оксидированию, как и прежде, подвергались только торцы детектора, поэтому *n* - и *p* - стороны детектора изолировались

Таблица 1. Данные по изменению обратных токов детекторов в процессе хранения их в лабораторных условиях.

Слиток 1 $R \sim 12800$ ом-см $\epsilon \sim 300$ нк.сек.							Примечания.
№ образца	Обратные токи $R-I$ -п перехода Умк		Обратные токи после хранения Умк			Напряжение смещения U в	
	Сразу после травления	Сразу после высушивания	в течение 1 ^{го} месяца	в течение 2 ^{го} месяцев	в течение 9 ^{го} месяцев		
13	4,2	3,0	2,0	1,7	2,8	100	
	5,95	3,9	2,6	2,3	3,55	300	
15	—	3,7	2,35	2,6	3,15	100	
	—	7,1	4,15	6,5	4,1	300	
12	3,9	3,3	3,1	2,3	7,8	100	
	4,9	4,3	4,9	4,0	15,6	300	
10	6,3	6,5	—	—	7,5	100	Значения 7,5 и 10,35 даны после 12 месяцев хранения
	8,5	9,1	—	—	10,35	300	
5	2,7	4,9	3,1	4,8	4,5	100	Значения 4,5 и 9,3 приведены после 11 месяцев хранения.
	3,8	5,8	4,7	9,9	9,3	300	
9	1,6	—	4,6	4,0	3,8	100	Контрольные
	2,05	—	3,1	6,0	5,25	300	
11	1,5	—	2,9	3,7	3,2	100	— // —
	1,95	—	3,05	4,7	4,5	300	
16	0,85	—	1,95	2,0	1,75	100	— // —
	1,00	—	2,1	2,9	4,75	300	

от раствора электролита. р-сторона заклеивалась полиэтиленовой пленкой, а к п-стороне приклеивалась прокладка цилиндрической формы, позволяющая создавать контакт в центре детектора. Снятие кривой зависимости тока от напряжения и одновременно визуальное наблюдение позволяют быстро и более точно определить значение плотностей токов для полирования и оксидирования. Так были получены значения плотностей токов полирования и оксидирования, применимые для всех образцов используемого слитка: для полирования – 14 ма/см², для оксидирования – 36 ма/см². Время полировки – 20 минут, время оксидирования – 10 минут. Пленки получались равномерные, голубоватые по всему торцу без видимых дефектов. На рис. 1 приведены кривые изменения напряжения во времени в процессе полирования и оксидирования. При полировании напряжение в первые минуты растет, затем остается практически постоянным. При оксидировании напряжение в первые минуты падает, затем незначительно возрастает. Падение напряжения в первые минуты оксидирования связано с образованием тонкой пленки, обладающей высоким сопротивлением. Увеличение времени оксидирования приводит к образованию толстой пленки, обладающей несколько худшими защитными свойствами. На рис. 2 приведены вольтамперные характеристики одного из детекторов данного слитка, оксидная пленка на котором была получена при плотности тока 14 и 36 ма/см² (соответственно для полирования и оксидирования). Обратные токи детектора оставались стабильными в течение месяца хранения их в лабораторных условиях.

Описанный способ получения оксидных пленок более удобен и прост и позволяет найденные значения токов полирования и оксидирования использовать для всех детекторов, изготовленных из одного и того же слитка.

Л и т е р а т у р а

1. P. Turner. *J. Electrochem Soc.*, 105, 402 (1958).
2. P.S. Schmidt, W. Michel. *J. Electrochem. Soc.*, 104, 230 (1957).

3. А.А. Дубровский, В.Г. Мельник, А.А. Одынец. ЖФХ 36, №10 (1962).
4. Сборник " Физические свойства особо чистых металлов и полупроводников " . Изд. ФАН Узб. ССР, Ташкент, 1966.
5. А.А. Конова, Б.П. Осипенко. Препринт ОИЯИ 12-3429, Дубна, 1967.

Рукопись поступила в издательский отдел
26 мая 1971 года.

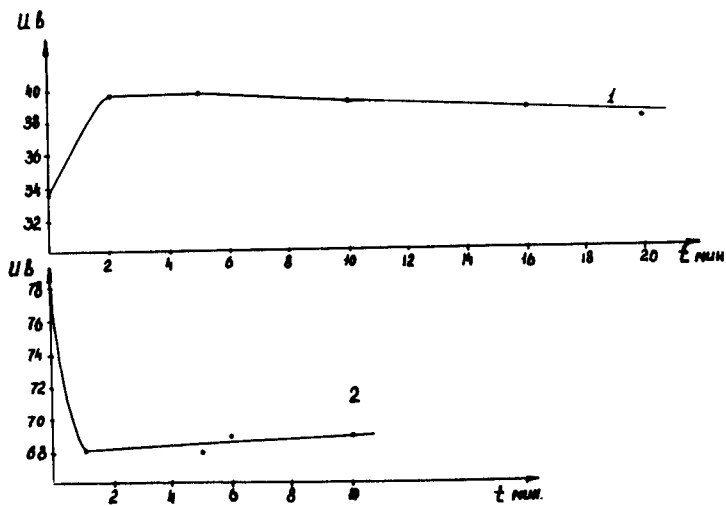


Рис. 1. Кривые изменения напряжения во времени при полировке (кривая 1) и оксидировании (кривая 2).

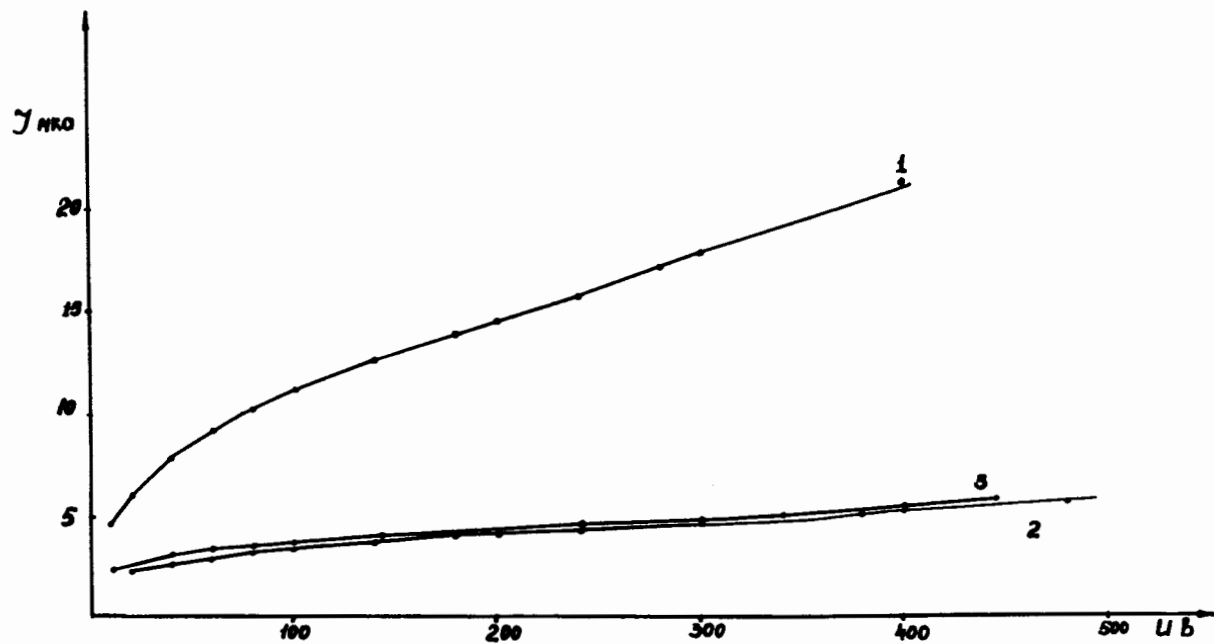


Рис. 2. Вольтамперные характеристики кремниевого $p-i-n$ -детектора. Кривая 1 - после травления; кривая 2 - после оксидирования; кривая 3 - после одного месяца хранения.