

## **Zdejmowanie cienkich warstw z płytek krzemowych metodą utleniania anodowego i rozpuszczania utworzonego tlenku**

Przy wyznaczaniu profilów koncentracji implantowanych pierwiastków w płytkach krzemowych metodami neutronowej analizy aktywacyjnej i znaczników promieniotwórczych, konieczne jest zdejmowanie cienkich warstw /rzędu kilkudziesięciu Å/ z powierzchni płytek oraz zachowanie tych warstw do analizy.

Spśród stosowanych i opisanych metod/np. zdejmowanie warstw poprzez trawienie jonowe, "sputtering" [1], trawienie chemiczne [2], utlenianie bardzo cienkich warstw przez gotowanie w wodzie [3, 4] albo utlenianie anodowe/ za najodpowiedniejszą uznano utlenianie anodowe i rozpuszczanie utworzonej warstwy tlenku.

Metoda utleniania anodowego metali jest znana już od dawna. Wielu autorów badało jej mechanizm [5-9], własności utworzonych tlenków w porównaniu z tlenkami otrzymanymi innymi metodami [9, 10], ich stechiometrię [9, 11-16] oraz wpływ wielu parametrów i stosowanej aparatury na przebieg procesu utleniania [6, 8, 9, 11, 12, 14, 15, 17, 18].

Przy anodowym utlenianiu krzemu najczęściej stosowanym elektrolitem jest roztwór glikolu etylowego, zawierający  $\text{KNO}_3$  w stężeniu 0,04 M oraz różne ilości wody /do 10%/, zaproponowany przez Duffeka, Benjaminiego i Mylroie [9]. Ostatnio pojawiły się prace, w których zamiast  $\text{KNO}_3$  zastosowano mieszaninę  $\text{KNO}_3$  i  $\text{KNO}_2$  [19] albo  $\text{Ca}[\text{NO}_3]_2$  [17].

Zdejmowanie warstw, poprzez utlenianie anodowe w celu wyznaczenia rozkładu głębokościowego oznaczanego pierwiastka, może być stosowane tylko wtedy, gdy sam proces utleniania nie wpływa na zmianę rozkładu tego pierwiastka, tzn., że w utlenionej warstwie metalu on w tej ilości, w jakiej był przed utlenianiem. Badania przeprowadzone dla glinu [20, 21] wykazały jednak, że przy anodowym utlenianiu pierwiastki o potencjale utleniania wyższym od potencjału utleniania glinu nie utleniają się wraz z nim, lecz cofają się do metalu przed frontem tlenkowym.

Dla krzemu nie natrafiono w literaturze na podobne badania, przyjęto więc za innymi autorami, że utlenianie anodowe nie deforma rozkładu głębokościowego obcych pierwiastków w krzemie. Założenie to jest o tyle prawdopodobne, że potencjał utleniania krzemu jest stosunkowo wysoki.

Mimo przeprowadzenia tak licznych badań, brak jest w literaturze konkretnych danych pozwalających uzyskiwać dokładne wyniki przy stosowaniu tej metody do wyznaczania koncentracyjnych profilów implantacyjnych pierwiastków. Istniejące w literaturze dane podające np. zależność grubości zdjętej warstwy od przyrostu napięcia, różnią się między sobą [6, 8, 15, 18, 19, 22, 23], dotyczą płytek o różnych własnościach i wyznaczane były dla różnych warunków prowadzenia procesu. Dla umożliwienia stosowania metody utleniania anodowego do wyznaczenia profilów koncentracji w konkretnych płytkach, konieczne było wyznaczenie zależności grubości zdjętych warstw od wielu czynników dla różnych płytek i dobór warunków optymalnych dla procesu utleniania i trawienia.

Szczególnie ważne było określenie wpływu wprowadzonej domieszki na przebieg procesu utleniania. Wymienione badania były celem niniejszej pracy.

## 1. CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

### 1.1. Badany materiał

Dla uzyskania dużej ilości informacji użyto do badań płytek krzemowych jednakowo przygotowanych, ale charakteryzujących się różnymi własnościami. Wszystkie płytki wycięte były z monokryształów krzemu prostopadle do kierunku  $\langle 111 \rangle$ , polerowane i trawione; średnica ich wynosiła ok. 30 mm, a grubość - 0,2 mm. Różniły się jednak rezystancją oraz typem przewodnictwa. Powierzchnię niektórych płytek stanowiły warstwy epitaksjalne, a część z nich była implantowana galem, fosforem i arsenem. Po procesie implantacji płytki wygrzewano.

W tabelicy 1 zestawiono informacje o własnościach badanych płytek oraz warunkach ich przygotowania.

### 1.2. Zdejmowanie warstw

Utlenianie anodowe krzemu prowadzono w naczyniu, wykonanym według Golańskiego [22], z którego schemat podano na rys. 1.

Konstrukcja naczynia umożliwia wielokrotne prowadzenie utleniania bez wyjmowania płytki z uchwytu. Stabilność warunków prowadzenia procesu zapewniał zastosowany układ z automytnym sterowaniem i stabilizacją prądu oraz napięcia [24].

W czasie utleniania płytki oświetlano reflektorem halogenowym /z wyjątkiem płytki nr 1, którą oświetlano lampą od mikroskopu/. Utleniana powierzchnia płytek nr 2-11 wynosiła 3,2 cm<sup>2</sup>, zaś prąd równy był 16 mA.

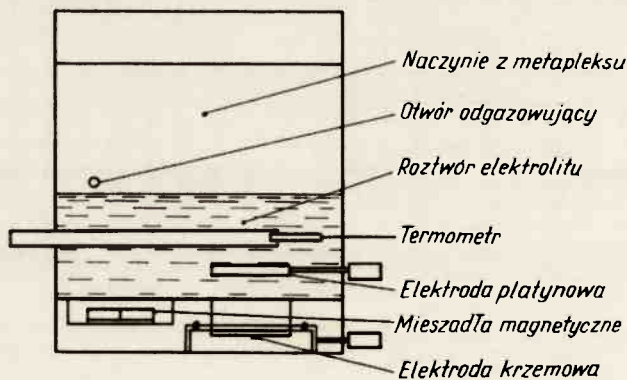
We wszystkich doświadczeniach stosowano elektrolit o słabym składzie /900 ml glikolu etylenowego - czysty, 4 g KNO<sub>3</sub> cz.d.a. i 100 ml wody destylowanej/ podanym przez Busena i Linzeya [12]. Do trawienia warstw tlenkowych używano 0,1 n HF, uzyskanego przez rozcieńczenie stężonego HF /cz.d.a./ wodą dejonizowaną.

Przed utlenianiem płytki przemywano rozcieńczonym HCl, wodą destylowaną, alkoholem etylowym i acetonem.

Pierwszy etap procesu polegał na utlenianiu płytki przy stałej gęstości prądu do osiągnięcia żądanej wartości napięcia, drugi zaś - na utrzymywaniu stałej wartości napięcia /jaką otrzymano na końcu etapu pierwszego/ w określonym czasie lub do określonego spadku prądu /do 20%/.

DANE DOTYCZĄCE UTLENIANYCH PŁYTEK KRZEMOWYCH

Nr	Typ przewodnictwa /przed ewentualnym implantowaniem/	Rodzaj powierzchni	Rezystancja ( $\Omega$ , cm)	Warunki implantacji	Wyrzwanie po implantacji /w argonie/
1	p	epitaksjalna	warstwa 0,4-0,6 - podłoże 5-20	nie implantowane	nie wygrzewane
2	p	monokryształ	15,9-16,7	nie implantowane	nie wygrzewane
3	n	monokryształ	4	nie implantowane	nie wygrzewane
4	n	epitaksjalna	0,8-1,1	nie implantowane	nie wygrzewane
5	n	monokryształ	8	$^{69}\text{Ga}$ , 50 keV- $1,4 \cdot 10^{14}$ j/cm <sup>2</sup>	870°C; 75 min
6	n	epitaksjalna	warstwa 1,2-1,8 - podłoże 0,005-0,015	$^{69}\text{Ga}$ , 60 keV- $10^{15}$ j/cm <sup>2</sup>	600°C; 1 h
7	p	epitaksjalna	warstwa 0,4-0,6 - podłoże 5-20	$^{31}\text{P}$ , 80 keV- $5 \cdot 10^{15}$ j/cm <sup>2</sup> 42 keV- $1,8 \cdot 10^{15}$ j/cm <sup>2</sup> 23 keV- $8 \cdot 10^{14}$ j/cm <sup>2</sup>	600°C; 20 min
8	p	monokryształ	4-5	$^{31}\text{P}$ , 60 keV- $5 \cdot 10^{15}$ j/cm <sup>2</sup>	nie wygrzewane
9	p	monokryształ	15-18	$^{75}\text{As}$ , 60 keV- $5 \cdot 10^{14}$ j/cm <sup>2</sup>	650°C; 30 min
10	p	monokryształ	15-18	$^{75}\text{As}$ , 60 keV- $5 \cdot 10^{14}$ j/cm <sup>2</sup>	800°C; 30 min
11	p	monokryształ	15-18	$^{75}\text{As}$ , 60 keV- $5 \cdot 10^{14}$ j/cm <sup>2</sup> $^{30}\text{Si}$ , 70 keV- $5 \cdot 10^{15}$ j/cm <sup>2</sup>	800°C; 30 min



Rys. 1. Schemat naczynia do prowadzenia elektrolizy

Po zakończeniu elektrolizy odczytywano temperaturę elektrolitu, przemywano płytkę /wyjmując ją razem z uchwytem /pod strumieniem alkoholu etylowego w ciągu kilkunastu sekund, następnie płytkę suszono w strumieniu powietrza w temperaturze pokojowej i trawiono dwukrotnie 0,1 n HF porcjami o stałej objętości /około 0,7 ml/, w czasie 1 minuty. Roztwory z trawień przenoszono polietylenową pipetką do polietylenowego naczynka, po czym przemywano dwukrotnie płytkę takimi samymi, jak przy trawieniu, porcjami 0,1 n HF, dołączając je do naczynka. Płytkę i uchwyt przemywano następnie strumieniem wody destylowanej, a później alkoholu, suszono i proces utleniania powtarzano.

### 1.3. Oznaczenie krzemu

W uzyskanych z trawień roztworach oznaczano zawartość krzemu metodą błękitu molibdenowego [25], z tą modyfikacją, że do części analiz stosowano alkohol n-amylovany zamiast n-butylovego.

Do serii roztworów z trawień dołączono po 3 "ślepe próby", to znaczy takie porcje 0,1 n HF, jakie były używane do trawienia i przemywania płytki. Od oznaczonych w roztworach z trawień ilości krzemu, oznaczoną w ślepych próbach.

### 1.4. Omówienie metody i wyników

Wybór metody oznaczania grubości zdjętych warstw wynika z następujących przesłanek: najczęściej stosowane do tego celu są metody optyczne /elipsometryczne, interferencyjne/ obarczone są dużym błędem, wynikającym z różnej, nawet w zakresie jednej warstwy tlenkowej, stechiometrii; zależy ona od wielu parametrów /ilości wody w elektrolicie, grubości warstwy tlenkowej [17, 9, 12] oraz istnienia między tlenkiem a metalem warstwy przejściowej, zubożonej w tlen, która wraz z warstwą tlenkową zostaje rozpuszczona [13]/.

Metody wyznaczania grubości zdjętych warstw przez oznaczenie Si w roztworze po trawieniu tlenku, są niezależne od jego stechiometrii, a także od zjawiska polegającego na trawieniu cienkiej warstwy nie utlenianego wcześniej krzemu /co jest związane prawdopodobnie z powstaniem cienkiej warstewki tlenku na powierzchni świeżo wytrawionego krzemu w reakcji z tlenem powietrza lub też z jonami OH, występującymi w bardzo niskich stężeniach w 0,1 n HF/. Obszerne badania na ten temat opisano w pracy [18]. Autorzy niniejszej pracy również przeprowadzali kilka prób dla określenia grubości warstwy krzemu trawionego bez wcześniejszego utleniania. Otrzymane wyniki wynosiły 8-17 Å Si. Jest więc korzystniejsze oznaczenie ilości Si bezpośrednio w roztworze, uzyskanym z rozpuszczenia utlenionej warstwy. Do oznaczenia małych ilości krzemu, rzędu  $10^{-6}$  g, najodpowiedniejsze są dwie metody: neutronowej analizy aktywacyjnej i spektrofotometrii. Metoda analizy aktywacyjnej była stosowana do wymienionego celu przez kilku autorów [18, 22, 23], w naszym jednak przypadku takie zastosowanie było niemożliwe, gdyż utleniane płytki zawierały stosunkowo duże ilości innych pierwiastków. Jak wykazano metodą neutronowej analizy aktywacyjnej i autoradiografii [26] napromieniowane w reaktorze płytki zawierały wysokie aktywności wielu izotopów, oznaczenie więc w tej sytuacji krzemu przez nieselektywny pomiar promieniowania  $\beta$   $^{31}\text{Si}$  nie emituje promieniowania  $\gamma$  /byłoby obarczone bardzo dużym błędem, nawet przy strąceniowym wydzielaniu Si, jak to robiono w pracy [18, 22]. Poza tym nie można byłoby oznaczać w ten sposób krzemu z płytek implantowanych



pierwiastkami aktywnymi się silnie w strumieniu neutronów termicznych, takich jak gal, fosfor, arsen.

Do oznaczania krzemu zastosowano więc metodę spektrofotometryczną, podobnie jak autorzy pracy [9].

Uzyskane wyniki przedstawiono w Tabl. 2 oraz na rys. 4-9. W przypadkach, gdy przedstawione zależności wyrażone były liniami prostymi, stosowano do ich określenia metodę najmniejszych kwadratów /przy wyznaczaniu krzywych indywidualnych dla każdej płytki, wyniki w Tabl. 2/. Na krzywych oznaczano przy naniesionych punktach wartości błędów, liczone jako suma błędu oznaczenia krzemu w analizowanym roztworze i błędów z innych źródeł, razem  $\pm 10\%$ .

Jednym ze źródeł błędu jest niedokładność pomiaru utlenianej powierzchni płytki, gdyż w pewnych przypadkach granica pola utlenianego i nie utlenianego jest nierówna i nieostra. Widać to wyraźnie na rys. 2., przedstawiającym autoradiogramy płytek po zdjęciu warstw do głębokości paru tysięcy Å. Na rysunku 2a przedstawiono autoradiogram płytki, implantowanej  $^{71}\text{Ga}$  i napromienianej w reaktorze, zaś na rys. 2b - autoradiogram płytki implantowanej  $^{31}\text{P}$ . Innym źródłem błędu są wahania temperatury w zakresie około  $10^\circ\text{C}$ .

Stosowany w niniejszej pracy proces utleniania składa się z dwóch etapów: pierwszy jest prowadzony przy stałej gęstości prądu  $i_0$  /podczas jego trwania wzrasta napięcie/, zaś drugi - przy stałej wartości napięcia /takiej, jaką otrzymano na końcu etapu pierwszego/, przy czym następuje spadek gęstości prądu i wyrównywanie utworzonej warstwy tlenkowej. Na kształt otrzymanej w takim procesie krzywej kalibracji, przedstawiającej zależność grubości zdjętej z powierzchni płytki warstwy od przyrostu napięcia, ma wpływ wiele czynników, które kolejno badano.

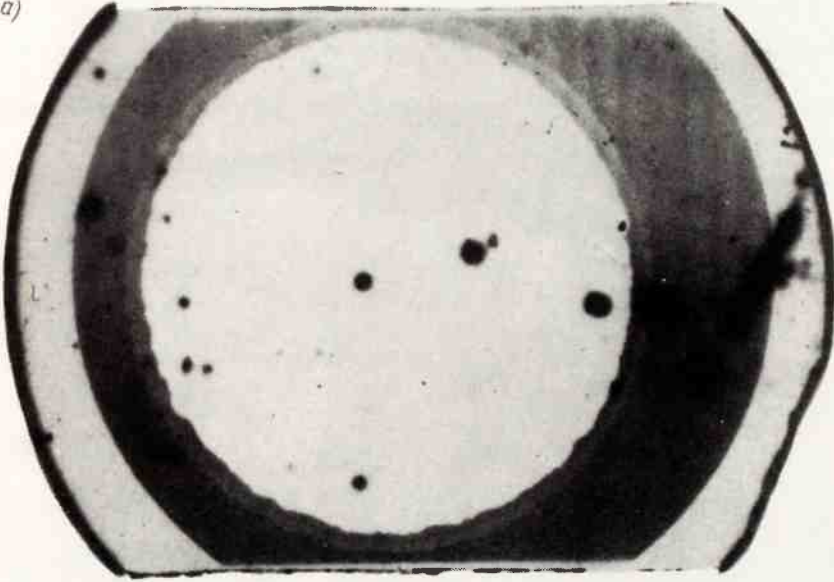
#### 1.4.1. Zależność od oświetlenia

Określenie przyrostu napięcia w trakcie pierwszej części procesu sprawia pewne trudności, związane z określeniem wartości napięcia początkowego. Przy stosunkowo słabym oświetleniu płytki, stanowiącej anodę, przebieg napięcia w czasie bezpośrednio po rozpoczęciu elektrolizy przedstawiono schematycznie na rys. 3. Schemat "a" dotyczy utleniania krzemu typu p, zaś "b" - typu n.

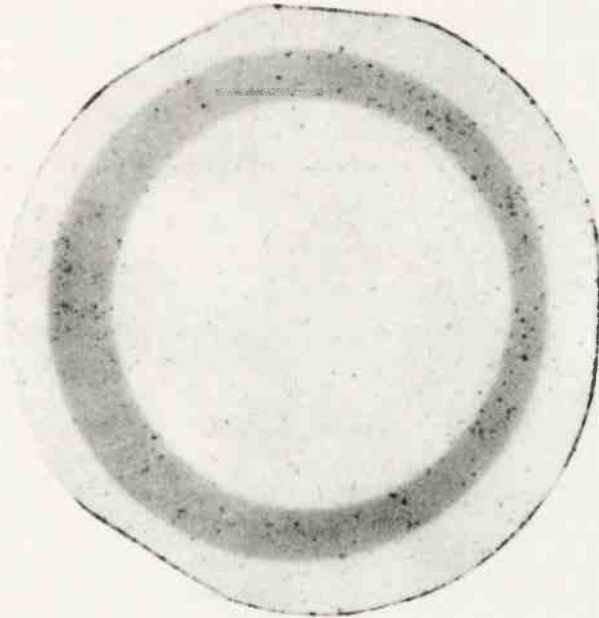
Przy silniejszym oświetleniu reflektorem halogenowym napięcie wzrasta wyłącznie według schematu "a", co wynika z większej szybkości dostarczania do utlenionej powierzchni nośników mniejszościowych [6, 12, 14]. W dalszej części doświadczeń stosowano więc silne oświetlenie halogenowe.

Pomiędzy schematami przedstawionymi na rys. 3 istnieje różnica nie tylko w charakterze przebiegu krzywych, ale również w wysokości napięcia początkowego. Dla krzemu typu p /schemat "a"/ wynosi ono około 20 V, a dla typu n /schemat "b"/ - 80-120 V. Oświetlenie utlenianej płytki wpływa i w inny sposób na proces utleniania. Na rysunku 4 przedstawiono krzywe kalibracji dla jednej płytki, przy czym przy poszczególnych punktach oznaczono czas trwania drugiego etapu. Jak widać, czas w jakim gęstość prądu spada do 20%  $i_0$ , a wraz z nim grubość utlenionej warstwy, wzrasta bardzo silnie w miarę przyrostu napięcia. Zjawisko to występuje w znacznie mniejszym stopniu przy silnym oświetleniu.

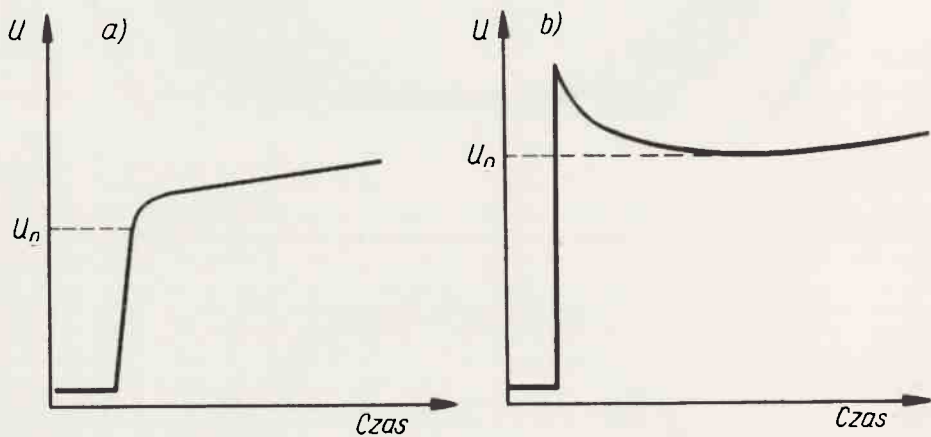
a)



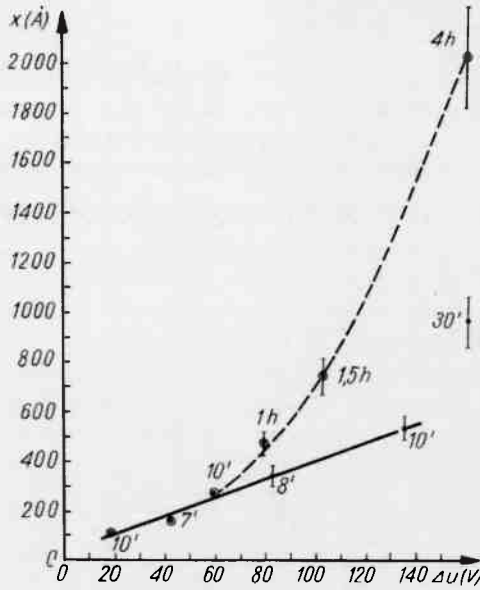
b)



Rys. 2. Autoradiogramy płytek implantowanych galem /a/ i fosforem /b/, po zdjęciu warstw ze środkowego obszaru powierzchni do głębokości kilku tysięcy Å



Rys. 3. Schemat przebiegu wzrostu napięcia w czasie



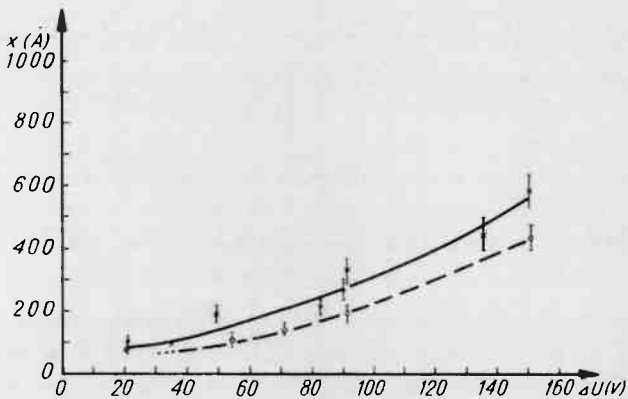
Rys. 4. Krzywa kalibracji dla krzemu typu p z warstwą epitaksjalną /płytką nr 1/:

$$i/s = 3,85 \text{ mA/cm}^2,$$

oświetlenie lampą mikroskopową

/⊙/ - spadek  $i$  do 20%  $i_0$

/•/ - spadek gęstości prądu do  $i = 20\% i_0$ . Przy punktach podane czasy trwania drugiego etapu



Rys. 5. Krzywe kalibracji dla krzemu typu n /płytką nr 3/:

/•/ - spadek  $i$  w czasie do 10 min;

/x/ - spadek  $i$  w czasie do 20 min



#### 1.4.2. Zależność od sposobu prowadzenia drugiego etapu

W literaturze brak jest zgodnych opinii co do konieczności prowadzenia drugiego etapu elektrolizy i sposobu, w jaki powinien on być prowadzony. Niektórzy autorzy nie prowadzili go wcale, inni - tylko do osiągnięcia określonego spadku gęstości prądu /np. do 10%  $i_0$ /, jeszcze inni kierowali się czasem jego trwania.

Otrzymane wyniki /np. rys. 4 i 5/ świadczą o silnym wpływie czasu prowadzenia drugiego etapu na grubość utlenianej warstwy. Wpływ ten jest szczególnie silny w przypadku Si typu n oraz implantowanego fosforem, co obserwowano przy wielu płytkach. Czas trwania drugiego etapu aż do spadku gęstości prądu do 20%  $i_0$  wynosi np. dla grubych warstw często około godziny, a grubość utlenianej warstwy jest dwukrotnie większa, niż przy prowadzeniu drugiego etapu w czasie 10 minut. Wydaje się więc słuszniejsze prowadzenie tego etapu w określonym czasie /np. w ciągu 10 min./, niż do określonego spadku gęstości prądu, toteż w większości dalszych prac stosowano ten pierwszy sposób.

#### 1.4.3. Zależność od gęstości prądu i od temperatury

Przeprowadzone badania wykazały, że w zakresie gęstości prądu 2,5-5 mA/cm<sup>2</sup> /który to wykres jest według autorów pracy [11] optymalny/ wpływ tej gęstości na grubość utlenionej warstwy jest niewielki.

Wniosek ten jest podobny do przedstawionego w pracy [8].

Dla określenia wpływu temperatury nie prowadzono badań systematycznych, parokrotnie jednak stwierdzono, że z jej kilkustopniowym wzrostem w zakresie temperatur 20-34°C grubość utlenionej warstwy rośnie. Jest więc konieczne kontrolowanie temperatury elektrolitu i chłodzenie go, jeśli temperatura wyraźnie wzrośnie.

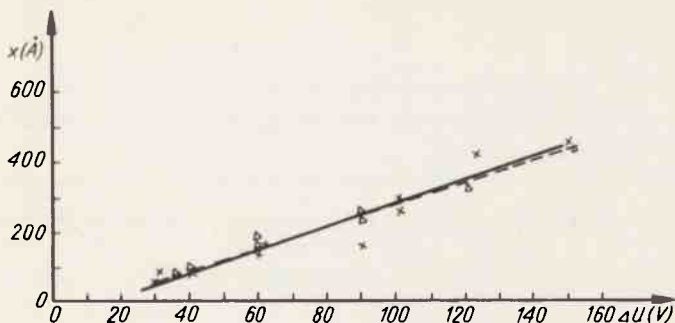
#### 1.4.4. Zależność od rodzaju utlenionego krzemu i wprowadzonej implantacyjnie domieszki

Dla różnych rodzajów krzemu otrzymywano krzywe o różnym nachyleniu /Tabl. 2/. Njemal identyczne krzywe otrzymane dla płytki z krzemu typu p i płytki z krzemu typu n z warstwą epitaksjalną /rys. 6/ oraz podobną dla płytki Si typu n nr 6 /Tabl. 2/.

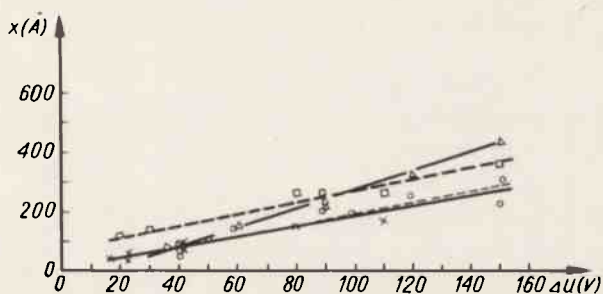
Fakt ten trudno zinterpretować. Przeprowadzono próbę uzyskania uśrednionej krzywej kalibracyjnej dla płytek o numerach 1-6 /Tabl. 2/, tzn. dla wszystkich utlenianych przy oświetleniu reflektorem halogenowym, z wyłączeniem płytek implantowanych fosforem i arsenem.

Otrzymano następujące wyniki: dla  $\Delta U = 50 \text{ V}$   $\bar{x} = 121 \text{ \AA}$ , przy czym najniższy wynik różnił się od średniej o 26%, zaś najwyższy o 45%, dla  $\Delta U = 100 \text{ V}$   $\bar{x} = 263 \text{ \AA}$  z najniższym wynikiem różniącym się o 16% i najwyższym o 10%, dla  $\Delta U = 150 \text{ V}$   $\bar{x} = 420 \text{ \AA}$  z najniższym wynikiem różniącym się o 17% i najwyższym o 0%.

Jak wynika z przedstawionych obliczeń, błąd, jaki można popełnić stosując uśrednioną krzywą, jest dla warstw najgrubszych, przy  $\Delta U = 100$  i  $150 \text{ V}$ , stosunkowo niewielki, natomiast dla warstw cienkich, przy  $U = 50 \text{ V}$ , bardzo duży. Toteż uśrednioną krzywą można stosować tylko przy zdejmowaniu warstw grubych.



Rys. 6. Krzywa kalibracji dla krzemu:  $\Delta$  - typu p /płytkę nr 2/  $\times$  - typu n z warstwą epitaksjalną /płytkę nr 4/. Spadek i do 20%  $i_0$  w czasie do 10 min



Rys. 7. Krzywe kalibracji dla:  $\times$  - krzemu typu p z warstwą epitaksjalną, implantowanego fosforem /płytkę nr 7/, linia ciągła,  $\circ$  - krzemu typu p, implantowanego fosforem /płytkę nr 8/, linia przerywana,  $\Delta$  - krzemu typu p /płytkę nr 2/, linia ciągła,  $\square$  - krzemu typu p z warstwą epitaksjalną /płytkę nr 1/, linia przerywana. Spadek i w czasie 10 min.

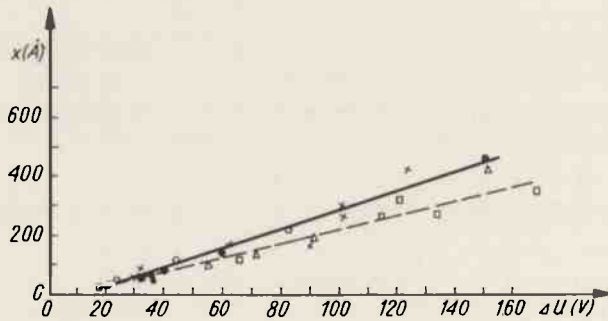
Na rysunku 7 przedstawiono krzywą kalibracji dla płytki typu p z warstwą epitaksjalną, również implantowanej fosforem. Jak widać, tworzą one niemal jedną linię, a więc obecność warstwy epitaksjalnej nie ma w tym przypadku wpływu na krzywą kalibracji. Nachylenie tej krzywej jest znacznie mniejsze, niż krzywych otrzymanych dla płytek p i p z warstwą epitaksjalną, ale nie implantowanych, zamieszczonych również na rys. 7. Z rysunku tego wynika, że nie można przy obliczaniu grubości warstw zdjętych z płytek implantowanych fosforem stosować krzywych kalibracji, sporządzonych dla podobnych płytek, ale nie implantowanych.

W przeciwieństwie do fosforu implantacja galem nie wpływa na zmianę krzywej kalibracji. Przedstawiono to na rys. 8; z którego wynika wspólna krzywa kalibracji dla płytek krzemu typu n zarówno implantowanej galem, jak i nie implantowanej. Na rysunku tym umieszczono również drugą wspólną krzywą kalibracji dla płytek z krzemu typu n z warstwą epitaksjalną, implantowanej galem i nie implantowanej.

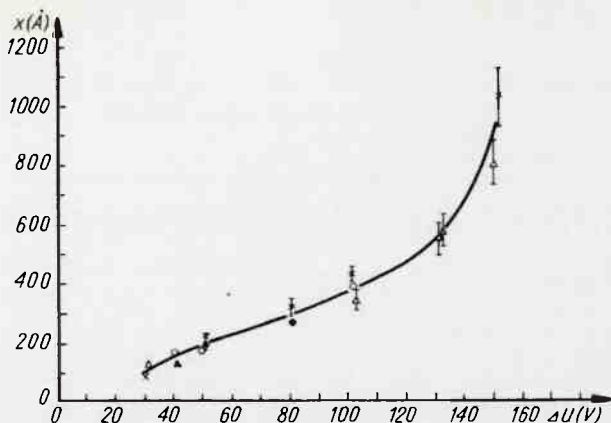
Najsilniejszy wpływ na krzywą kalibracji wywiera implantacja arsenem, co ilustruje rys. 9 i Tabl. 2.

GRUBOŚĆ ZDJĘTEJ WARSTWY KRZEMU PRZY CZASIE TRWANIA DRUGIEGO ETAPU DO 10 MIN, OŚWIETLENIU REFLEKTOREM HALOGENOWYM ORAZ RÓŻNYCH PRZYROSTÓW NAPIĘĆ

Nr płytki	Nr rysunku	Typ przewodnictwa /przed impantacją/	Implantowany pierwiastek	Grubość warstwy Si (Å) dla ΔU		
				50 V	100 V	150 V
1	7	p /z warstwą epitaksjalną/	-	175	275	375
2	6,7	p	-	120	280	450
3	5,8	n	-	90	220	435
4	6,8	n /z warstwą epitaksjalną/	-	110	285	455
5	8	n	Ga	105	225	350
6	8	n /z warstwą epitaksjalną/	Ga	125	290	450
7	7	p /z warstwą epitaksjalną/	P	100	185	270
8	7	p	P	100	190	285
9,10,11	9	p	As	180	380	950



Rys. 8. Krzywe kalibracji dla: /x/ - krzemu typu n z warstwą epitaksjalną /płytką nr 4/, /o/ - krzemu typu n z warstwą epitaksjalną implantowanego galem /płytką nr 6/, /Δ/ - krzemu typu n /płytką nr 3/ /□/ - krzemu typu n implantowanego galem /płytką nr 5/. Spadek i w czasie 10 min



Rys. 9. Krzywa kalibracji dla krzemu typu p, implantowanego arsenem /płytki nr 9 -  
 - /x/, 10 - /O/, 11 - /Δ/.  
 Spadek i w czasie 10 min

## 2. WNIOSKI

- 1/ Przy zdejmowaniu warstw z powierzchni płytek krzemowych metodą utleniania anodowego niezbędne jest dokładne ustalenie procedury i ścisłe jej przestrzeganie, zarówno przy wyznaczaniu krzywej kalibracji, jak i przy zdejmowaniu warstw w celu wyznaczania profilu stężeniowego implantowanego pierwiastka;
- 2/ przy opracowywaniu procedury należy zwrócić szczególną uwagę na dobór warunków prowadzenia drugiego etapu utleniania;
- 3/ przy utlenianiu anodowym korzystne jest silne oświetlenie utlenianej płytki /np. przez reflektor halogenowy/, należy również kontrolować temperaturę elektrolitu i nie dopuszczać do znaczniejszego jej wzrostu;
- 4/ dla stosowania metody utleniania anodowego do zdejmowania cienkich warstw przy wyznaczaniu profili koncentracji nie można posługiwać się jedną, uniwersalną krzywą kalibracji. Przed obliczeniem grubości zdjętych warstw należy zebrać wiele informacji o utlenionej płytce, dotyczących typu jej przewodnictwa, ewentualnej obecności epitaksjalnej warstwy powierzchniowej, rezystancji, rodzaju i dawki implantowanego pierwiastka - i dopiero na podstawie tych danych dobrać najodpowiedniejszą krzywą do odczytywania grubości zdjętych warstw. Bez stosowania takiej metody postępowania błąd określenia grubości zdjętej warstwy, a co za tym idzie i stężenia oznaczonego w niej pierwiastka, może być nawet przy stałej procedurze postępowania bardzo wysoki. Wynik ten jest zgodny z wynikami pracy [13], której autorzy ostrzegają przed stosowaniem uniwersalnej krzywej kalibracji dla płytek o bardzo niskiej rezystancji i płytek po implantacji. Stosowanie takiej wspólnej krzywej jest dopuszczalne dla płytek nie implantowanych lub implantowanych borem lub galem, przy utlenianiu grubych warstw / $\Delta U$  ok. 100-150 V/

Autorzy dziękują dr B. Wójtowicz-Natanson i dr J. Kryłowowi za cenne dyskusje , a K. Marczak za pomoc w wykonaniu części pracy doświadczalnej.

## Literatura

1. Carter G., Barnach J. N., Grant W. A.: *Rad. Effects* 16, 107, 1972
2. Bader R., Kalbitzer S.: *Appl. Phys. Letters* 16, 13, 1970
3. Moll J. L., Meyer N. I., Bartelink D. J.: *Phys. Rev. Letters* 7, 87, 1961
4. Ilos P. A., Leibenhaut B.: *Solid State Electronics* 5, 331, 1962
5. Mott N. I.: *Trans. Farad Soc.* 43, 429, 1947
6. Schmidt P. F., Michel W.: *J. Electrochem. Soc.*, 104, 230, 1957
7. Fritzsche C. R.: *Solid State Commun.* 6, 341, 1968
8. Fritzsche C. R.: *J. Phys. Chem. Solids* 30, 1885, 1969
9. Duffek E. F., Benjamini E. A., Mylroie C.: *Electrochem. Technol.* 3, 75, 1965
10. Rovesz A. G.: *J. Electrochem. Soc.* 114, 629, 1967
11. Schmidt P. F., Owen A. E.: *J. Electrochem. Soc.* 111, 682, 1964
12. Busen K. M., Linzey R.: *Trans. AIME* 236, 306, 1966
13. Sigmon T. W., Chu W. K., Lugujo E., Mayer J. W.: *Appl. Phys. Letters* 24, 105, 1974
14. Duffek E. F., Mylroie C., Benjamini E. A.: *J. Electrochem. Soc.* 111, 1042, 1964
15. Manara A., Ostidich A., Pedroli G., Restelli G.: *Thin Solid Films* 8, 359, 1971
16. Jarzebski Z. M.: *Oxide Semiconductors, Intern. Series of Monographs in the Science of the Solid State*. Pergamon Press V. 4, 1973
17. Restelli G., Girardi F., Mousty F., Ostidich A.: *Nucl. Instrum. Methods* 112, 581, 1973
18. Przyborowski W., Roed J., Lippest J., Sarholt L., Kristensen, *Rad. Effects* 1, 33, 1969
19. Beynon J. D. E., Bloodworth G. G., McLeod I. M.: *Solid State Electron.* 16, 309, 1973
20. Mackintosh W. D.: *J. Radioanal. Chem.* 17, 45, 1973
21. Mackintosh W. D., Brown F., Plattner H. H.: *J. Electrochem. Soc.* 121, 1281, 1974
22. Golański A.: *Elektronika* 13, 448, 1972
23. Davies J. A., Ball G. C., Brown F., Domeij B.: *Can. J. Phys.* 42, 1070, 1964
24. Chajęcki T.: *Praca przygotowana do publikacji*.
25. Gołkowska A.: *Chem. Anal.* 10, 749, 1965
26. Jaskólska H., Waliś L., Rowińska L.: *Prace ITE* 7, 18, 1974