



PRAKTIKUM Z FYZIKY PEVNÝCH LÁTEK A Z ELEKTRONIKY – F6390 a F6270

Úloha: Základy práce v čistých prostorách a principy fotolitografie

jarní a podzimní semestr 2024

Autor návodů: doc. RNDr. Petr Mikulík, Ph.D.

Verze návodů: jaro 2024

Vyučující: doc. RNDr. Petr Mikulík, Ph.D.

Technická asistence: ing. Petr Šikula (přístrojové vybavení)

Obsah

1. Úvod	3
1.1. Křemíkové desky	3
2. Čisté prostory	5
2.1. Čistota a bezprašnost laboratoře	5
2.2. Čistota a bezprašnost médií	6
3. Fotolitografie	7
3.1. Principy	7
3.2. Postup práce	7
3.3. Smytí fotorezistu	8
4. Měření tloušťky propustných vrstev	9
4.1. Teorie	9
4.2. Měření	9
5. Organizace praktika	10
5.1. Organizační poznámky k praktiku	10
5.2. Vstup do čistých prostor	10
5.3. Další poznámky pro udržení čistoty a zabránění kontaminace	10
5.4. Bezpečnost práce v čistých prostorách	10
5.5. Poznámky k vypracování protokolu	10

Anotace

Tento návod obsahuje text pro praktikum v *Laboratoři polovodičů – čistých prostorách pro křemíkovou technologii* na Ústavu fyziky kondenzovaných látek na přírodovědecké fakultě Masarykovy univerzity.¹ Podle typu studia a předmětu, k němuž je praktikum zařazeno, se liší i délka praktika a typ úlohy zde vykonávané, a to od nejjednoduššího (principy fungování čistých prostor, mikroskopie v čistých prostorách) po složitější (principy fotolitografie) až po kompletní (příprava různých typů polovodičových součástek na křemíkové desce a výroba „čipů“). Kompletní návod tak existuje v ucelené podobě pro praktikum využívající kompletní technologický proces instalovaný v laboratoři, přičemž pro jednodušší praktika studenti využijí z návodu jenom patřičné kapitoly.

Hlavním cílem *jednodušších praktik* je vyzkoušení si specifické práce v čistých bezprašných prostorách a získání základní zkušenosti s některými technologickými procesy instalovanými v laboratoři.

Hlavním cílem *složitějších praktik* v této laboratoři je vyzkoušení si skutečné výroby čipů v reálném prostředí. Každý student dostane křemíkovou desku a po absolvování všech technologických operací mu zůstane deska s čipy či diskrétními polovodičovými součástkami. Ty si bude moci proměřit a charakterizovat (měřením V-A charakteristik a mikroskopickým pozorováním povrchu), ověřit zdali a jak fungují, jestli jsou jejich vlastnosti stejné na celé ploše desky, proč některé z nich nefungují, apod.

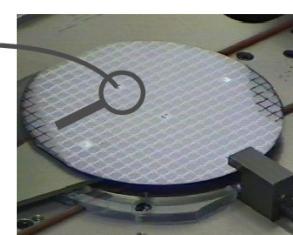
Laboratoř polovodičů – čisté prostory pro křemíkovou technologii

**Ústav fyziky kondenzovaných látek
Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita
Brno, Kotlářská 2 www.physics.muni.cz/ufkl**

MUNI

Kontakt: prof. Mgr. Dominik Munzar, Dr.
doc. RNDr. Petr Mikulík, Ph.D.

Fyzika pevných látek, mikroelektronika a moderní technologie polovodičů, aneb chcete si vyrobit svoje vlastní čipy? Pokuste se o to v bezprašné laboratoři na Ústavu fyziky kondenzovaných látek!



Technologie:
fotolitografie, oxidace, difúze, naprašování,
chemické procesy, měření, ...

Možnosti:
Rezistor, kondenzátor, kontakty, ...
Dioda, fotodioda, solární článek, ...
CMOS tranzistor, ...

Výuka:
Krátká i jednodenní praktika pro studenty
s fyzikálním či chemickým zaměřením

Na projektu laboratoře spolupracujeme s firmou **onsemi (Rožnov pod Radhoštěm)**, která zajistila technologická zařízení a poskytuje podporu pro jejich provoz.



¹Webová stránka laboratoře je <http://www.physics.muni.cz/ufkl/equipment/CleanRoom.shtml>.

1. Úvod

Čisté prostory a bezprašné prostředí jsou podmínkou pro vývoj a výrobu polovodičových součástek na křemíkových deskách, které jsou vysoko citlivé na kontaminaci. Čisté prostory i zařízení a technologie, které se v nich používají, jsou dnes již standardem ve specializovaných výzkumných laboratořích a ve vyspělých průmyslových odvětvích zabývajících se polovodičovou výrobou, mikroelektronikou, optikou, metrologií nebo farmacií.

Úvod praktika bude zaměřen na:

1. Principy fungování bezprašných čistých prostor, nezbytné zázemí (vzduchotechnika a klimatizace, příprava demineralizované vody).
2. Zásady chování v čistých prostorách. Bezpečnost práce.
3. Manipulace s křemíkovými deskami.
4. Princip fotolitografie.
5. Měření tloušťek průhledných vrstev (fotorezist nebo oxid).

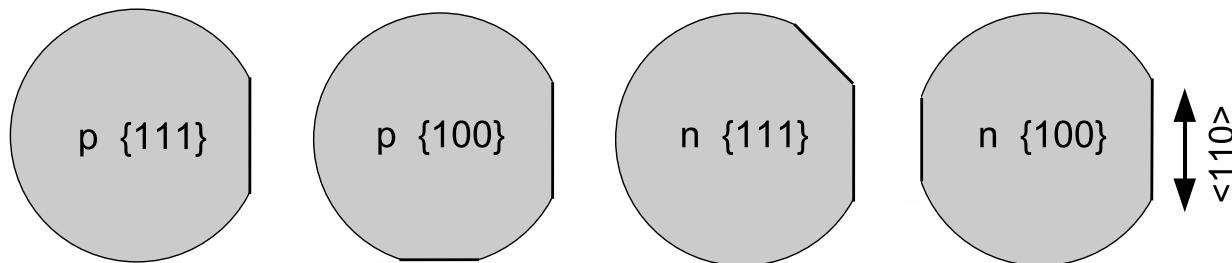
Po úvodním školení a diskusi o čistých prostorách bude následovat praktická část v nově vybudované Laboratoři polovodičů na Ústavu fyziky kondenzovaných látek. V této laboratoři jsou instalovaná zařízení pro fotolitografiu, difúzi, naprašování a další chemické procesy, které umožňují přípravu jednoduchých čipů, například polovodičové diody či solárního článku, na křemíkových deskách o průměru 100 mm (4 palce).

Během praktik, jejichž cílem bude příprava funkčních polovodičových součástek na křemíkové desce, budou prováděny operace běžné pro jejich výrobu:

1. Oxidace: mokrá a suchá oxidace pro růst tlustých a tenkých vrstev SiO_2 na křemíku.
2. Fotolitografie: nanesení fotolaku, exponování desky přes masku, vytvrzení laku, vyvolání.
3. Mokré procesy – chemické leptání.
4. Dotace dopantů (bór nebo fosfor) z pevných disků a jejich rozdifundování.
5. Naprašování metalizace.
6. Metrologie a analýza při fotolitografi – měření tloušťky vrstev (fotorezist, oxid), mikroskopie (kontrola tvaru čar, hran a rohů součástek), elektrická měření (elektrické charakteristiky).

1.1. Křemíkové desky

Leštěné křemíkové desky o průměru 100 mm (4 palce), se kterými budeme pracovat, mají typickou tloušťku $525 \mu\text{m}$. Pro účely orientace desek v zařízeních a pro rozlišení typu vodivosti jsou desky opatřeny fazetami, viz obrázek 1.1. U velkých desek o průměru od 200 mm se kvůli šetření materiálu již používají zářezy místo fazet.

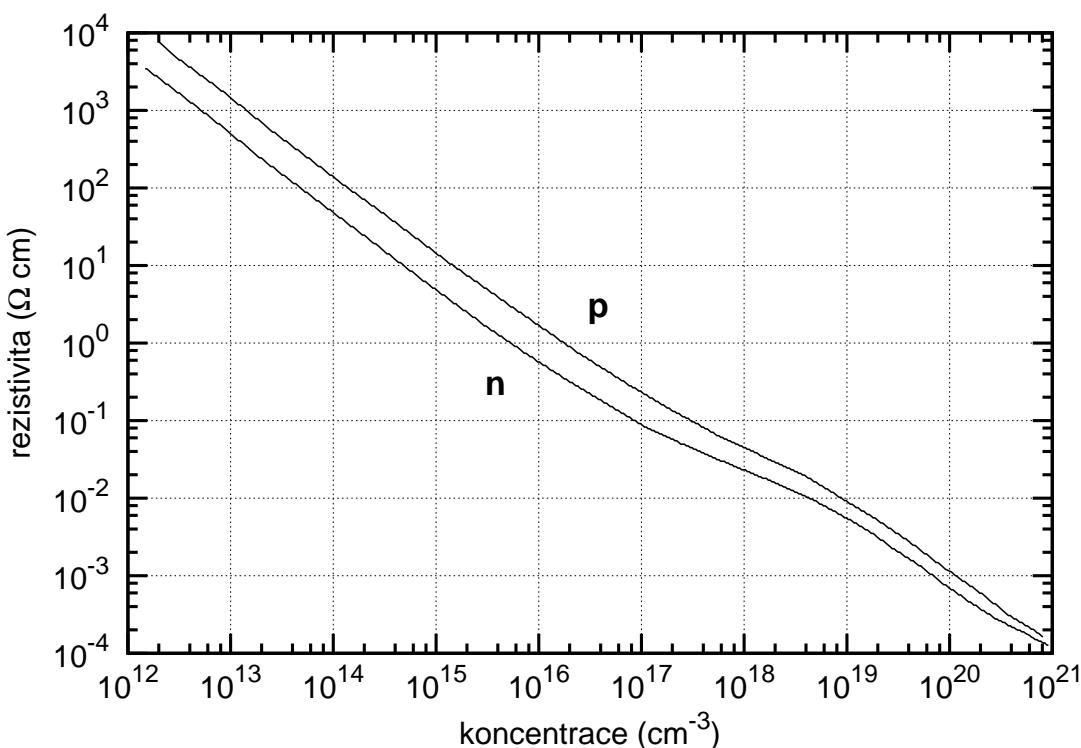


Obrázek 1.1. Orientace křemíkových desek podle hlavní fazety, identifikace typu vodivosti a orientace povrchu podle pomocné fazety.

Pro přípravu polovodičových součástek je nutné řídit měrný odpor křemíku. V celém objemu desky je toho dosaženo již při tažení krystalu, lokálně se to provádí během výroby součástek posloupností fotolitografie, sycení a rozdifundování, viz dále v těchto návodech. Graf na obrázku 1.2 ukazuje závislost měrného elektrického odporu dotovaného křemíku na koncentraci dopantů a tabulka 1 číselné hodnoty koncentrace pro několik hodnot měrného odporu.

Tabulka 1. Číselné hodnoty koncentrace pro několik hodnot měrného odporu podle dat jako na obr. 1.2.

rezistivita ($\Omega \cdot \text{cm}$)	0.006	0.01	0.02	0.1	0.2	1	3.5	6	12	20
koncentrace n (cm^{-3})	9.1e18	4.4e18	1.3e18	8.7e16	3.6e16	5.2e15	1.4e15	8e14	4e14	2.4e14
koncentrace p (cm^{-3})	1.7e19	8.6e18	3.7e18	3.2e17	1.2e17	1.8e16	4.5e15	2.6e15	1.2e15	7.3e14



Obrázek 1.2. Závislost měrného odporu křemíku na koncentraci dopantů typu p a n při teplotě 300 K.

2. Čisté prostory

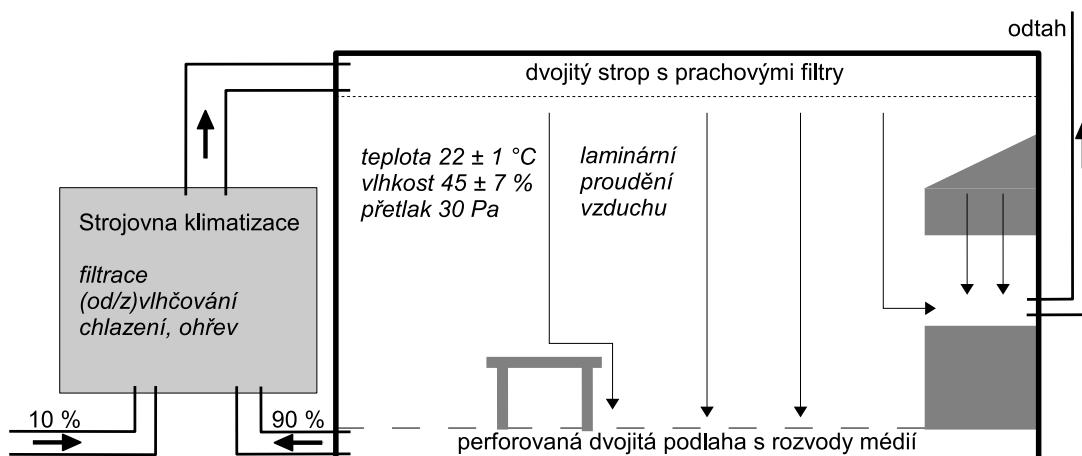
2.1. Čistota a bezprašnost laboratoře

Bezprašnost, čistota a používání speciálních přípravků a vysoce čistých médií jsou nezbytné při přípravě obvodů či systémů o mikrometrových rozměrech, kde případná přítomnost prachových částic či jiné kontaminace má fatální důsledky pro funkčnost vyrobených systémů. Stačí si například uvědomit, že průměr lidského vlasu je 100 mikrometrů, pylové nebo prachové částice jsou ještě menší, a přitom součástky v současné mikroelektronice (analogové řídící obvody, čipy, paměti, procesory) se vyrábí s mikrometrovým až sub-mikrometrovým rozlišením. Tabulka 2 shrnuje označení tříd čistoty.

Tabulka 2. Označení tříd čistoty podle ISO normy a metrické a palcové konvence, a maximální limity koncentrace částic ve vzduchu pro velikost částic \geq limit. Čistá laboratoř na ÚFKL o rozloze 120 m^2 spadá podle průběžných měření do třídy čistoty 100 (ISO 5).

Třídy čistoty									
ISO 14644-1	Metrická	Palcová FS 209E	0,1 μm (1/ m^3)	0,2 μm (1/ m^3)	0,3 μm (1/ m^3)	0,5 μm (1/ m^3)	0,5 μm (1/ ft^3)	1 μm (1/ m^3)	5 μm (1/ m^3)
Třída 1	M1		10	2					
Třída 2	M1.5	1	100	24	10	4	1		
Třída 3	M2		1 000	237	102	35		8	
Třída 4	M2.5	10	10 000	2 370	1 020	352	10	83	
Třída 5	M3.5	100	100 000	23 700	10 200	3 520	100	832	29
Třída 6	M4.5	1 000	1 000 000	237 000	102 000	35 200	1 000	8 320	293
Třída 7	M5.5	10 000				352 000	10 000	83 200	2 930
Třída 8	M6.5	100 000				3 520 000	100 000	832 000	29 300
Třída 9	M7.5	1 000 000				35 200 000	1 000 000	8 320 000	2 930 000

Bezprašnost v laboratoři je zaručena použitím jemných filtrů a zajištěním laminárního proudění vzduchu od stropu k podlaze, viz obrázek 2.3. Kromě bezprašnosti umožňuje klimatizace laboratoře dodržet přesně definované parametry teploty a vlhkosti. Toto je důležité zejména pro teplotní stabilizaci fotolitografu pro přípravu součástek s mikrometrovým rozlišením. Poznamenejme ještě, že ve sterilních čistých prostorách např. ve farmacii jsou požadavky na bezprašnost podstatně nižší, avšak je v nich malý podtlak a vystupující vzduch je sterilován UV lampami.



Obrázek 2.3. Schéma oběhu vzduchu v čistých bezprašných prostorách.

Největším zdrojem znečištění v laboratoři je člověk. Proto je nutné používat speciální bezprašné kombinézy, návleky na boty a rukavice. Pravidelný úklid (každodenní vytírání podlahy a pravidelná očista všech zařízení) je nezbytným předpokladem udržení čistoty a dosažení kvality připravených součástek.

Ad praktikum: Před použitím každého pracoviště je nutné provést otření přístrojů a stolu bezprašnou utěrkou navlhčenou ve zředěném roztoku isopropylalkoholu.

2.2. Čistota a bezprašnost médií

Použité materiály i média (voda, plyny) musí být velmi čisté. Chemikálie se používají v čistotě označené p.p. (pro polovodiče), která je vyšší než čistota p.a. (pro analýzu). V našem praktiku budou použity chemikálie (fotolak, vývojka) od renomovaného výrobce, a dále bude prováděn oplach desek v demineralizované vodě.

Demineralizovaná voda je vysoce čistá voda, která neobsahuje minerály, ionty ani baktérie. Čistota vody se posuzuje jejím měrným odporem. Vzhledem k jeho závislosti na teplotě se hodnoty přepočítávají na teplotu 25 °C. Pro CMOS technologií je nutné dosáhnout hodnot 18 MΩ·cm, která je velmi blízká maximálnímu možnému odporu 18,2 MΩ·cm při 25 °C.

Otázka: Jak závisí měrný odpor vody na teplotě?

Všechna tato opatření se dělají kvůli *zamezení kontaminace křemíkových desek*. Proto taktéž:

- Křemíkovými deskami manipulujeme pouze pomocí pinzet. Nedotýkat se rukama!
- Nad deskami a jejich zásobníky nemáváme rukama ani žádnými pracovními nástroji.
- Desky nepokládáme na stůl, ale pouze do zásobníků a na pracovní plochu přístrojů.

3. Fotolitografie

Fotolitografie je soubor technologických procesů pro přípravu topologicky přesně definovaných struktur vytvřením exponovaného fotorezistu na připraveném vzorku, a slouží k ochraně oblastí, které budou v následujícím technologickém kroku předmětem lokálních operací, jako jsou např. leptání, difúze dopantů, implantace apod.

3.1. Principy

Fotolak (fotorezist) je chemikálie, která mění konformaci při ozáření, v našem případě spektrální čarou 365 nm rtuťové výbojky. Oblasti fotorezistu, které byly zakryté (zamaskované chromovou vrstvou na křemenném skle) po expozici a vyvolání ve vývojce zůstanou na desce, zatímco exponované části se odplaví, a to v případě užití *pozitivního laku*. V případě *negativního laku* se naopak odplaví neozářené části laku.

Fotolak je citlivý na blízkou UV oblast, proto je místnost fotolitografie typická svým žlutým světlem (fólie na zářivkách) pro odfiltrování tvrdé části viditelného spektra.

3.2. Postup práce

Provedeme nanesení laku na desku:

1. Desku dáme na několik minut do desikátoru s HMDS (hexametyldisilazan). Páry této látky provedou hydrofobizaci povrchu desky.
2. Lakování desky fotorezistem na rotační lakovce. Kapka laku se kápne do středu desky a poté se roztočí. Tloušťka vrstvy závisí na rychlosti rotace. Lakování desky fotorezistem na rotační lakovce. Provedeme pro různé rychlosti rotace od 1000 do 6000 otáček za minutu. Doba rotace cca 30 sekund.
3. Vytvrzení laku na horké plotně při teplotě 85 až 90 °C po dobu 3 minuty (tzv. soft-bake).
4. Expozice desky na expozičním zařízení Perkin-Elmer (PE 340 HT) s Hg výbojkou. Maska bude obsahovat struktury pro další úroveň součástek. Doba osvitu (expozice) bude vhodně nastavena podle typu fotorezistu.
- Poznámka: V případě testování nanášení laku na atrapu s již vyrobenými strukturami je možné vyzkoušet sesazování úrovni.
5. Vyvolání desky ponorem ve vývojce a osušení na centrifuzě.
6. Vytvrzení laku na teplotě kolem 110 °C (tzv. hard-bake).

S nalakovanou deskou je možné provést tato pozorování a měření:

1. Ověření homogenity naneseného laku pozorováním pod šikmým světlem.
2. Pozorování exponovaných motivů pod mikroskopem.
3. Měření tloušťky fotorezistu optickým spektrometrem.



Obrázek 3.4. Schematické znázornění litografického procesu.

3.3. Smytí fotorezistu

Smytí (stripování) pozitivního fotorezistu je možné provést buď mokrým chemickým rozpouštěním acetonom nebo suchým plazmatickým leptáním v kyslíkovém plazmatu.

Acetonem snyjeme fotorezist z oxidové vrstvy; toto můžeme provést buď ponorem desky do vaničky v chemickém boxu anebo pomalým litím acetolu z pipety na desku rotující na rotační lakovce. Desku poté opláchneme demineralizovanou vodou a osušíme na centrifuze. Na desce se mohou nacházet různé organické nečistoty či zbytky ulpělého laku, které by mohly kontaminovat pec při následujícím vysokoteplotním kroku. Proto je absolutně nezbytné následně provést chemické čištění desky. Desku umyjeme v leptací směsi kyselin H_2SO_4 a H_2O_2 a opět opláchneme demineralizovanou vodou a osušíme na centrifuze.

Sejmutí fotorezistu, např. z metalizace nebo po implantaci, lze provést i suchým procesem, a to plazmatickým leptáním v kyslíku v zařízení VT214. Po plazmatickém leptání již deska nesmí přijít na žádnou vysokoteplotní operaci, hrozila by kontaminace sodíkem.

4. Měření tloušťky propustných vrstev

V polovodičových technologiích se na křemíkové desce připravují různé vrstvy, jako například vrstva fotorezistu, vrstva oxidu křemíku, nebo vrstva hliníku. Ke zvládnutí procesu přípravy součástek je třeba znát tloušťky těchto vrstev. Například vrstva SiO_2 funguje jako bariéra, která při sycení desky dopantem zabraňuje nasycení zakrytých částí křemíkové desky.

Vrstvy fotorezistu a oxidu jsou průhledné, jejich tloušťky proto můžeme určit měřením spektrální odraznosti ve viditelném světle. Tlušťky neprůhledných vrstev, např. naprášené vrstvy metalizace, je nutné měřit profilometrem nebo rentgenovou reflektivitou.

4.1. Teorie

Jedním ze základních úkolů optiky tenkých vrstev je určení tloušťky d a indexu lomu $n_1(\lambda)$ tenké vrstvy, která se nachází na substrátu s indexem lomu n_s . Spektrální závislost reálné části indexu lomu popíšeme Cauchyho vztahem

$$n(\lambda) = A + B/\lambda^2 + C/\lambda^4. \quad (4.1)$$

Pro křemík ve viditelné oblasti spektra nad 400 nm je možné zanedbat absorbční koeficient a Cauchyho závislost je

$$n_{\text{Si}}(\lambda) = 3,397 + 1,4 \cdot 10^5/\lambda^2 + 1,992 \cdot 10^{10}/\lambda^4 \quad (4.2)$$

pro λ v nanometrech.

Při dopadu světla na tenkou vrstvu o tloušťce d dochází k interferenci s fázovým posuvem při jednom průchodu vrstvou $\phi = 2\pi d n_1/\lambda$. Při kolmém dopadu je spektrální závislost intenzity

$$R(\lambda) = \left| \frac{r_1 + r_s e^{2i\phi}}{1 + r_1 r_s e^{2i\phi}} \right|^2, \quad (4.3)$$

což v případě zanedbání absorbce můžeme psát jako

$$R(\lambda) = \frac{(r_1 r_s)^2 - 4r_1 r_s \sin^2 \phi}{(1 + r_1 r_s)^2 - 4r_1 r_s \sin^2 \phi}. \quad (4.4)$$

Fresnelovy koeficienty odrazivosti na povrchu a na rozhraní vrstvy se substrátem jsou

$$r_1 = \frac{1 - n_1}{1 + n_1} \quad \text{a} \quad r_s = \frac{n_1 - n_s}{n_1 + n_s}, \quad (4.5)$$

kde n_1 je index lomu vrstvy a n_s index lomu substrátu.

Při experimentu nemůže spektrofotometr měřit přímo absolutní hodnotu odrazivosti $R(\lambda)$, protože je nutné brát v úvahu např. zářivost světelného zdroje a spektrální závislost účinnosti detektoru, pokud tyto kalibrační křivky nejsou součástí jeho řídícího programu. Proto je výhodné získat odrazivost vzorku $R(\lambda)$ srovnávacím měřením, kdy srovnávacím vzorkem je vyleštěná deska křemíku. Použitím tabelované spektrální závislosti (4.2) a dosazením $n_s = n_{\text{Si}}$ do (4.5) dostaneme teoretickou odrazivost $R_{\text{Si}}(\lambda) = |r_s|^2$. Pak

$$R(\lambda) = R^{\text{měřená}}(\lambda) \frac{R_{\text{Si}}(\lambda)}{R_{\text{Si}}^{\text{měřená}}} . \quad (4.6)$$

4.2. Měření

Měření se provádí na vláknovém spektrofotometru. Vnější část dvojitého optického vlákna přivádí světlo z halogenové nebo deuteriové výbojky do reflexní sondy umístěné nad vzorkem a vzorek osvětluje. Vnitřní část sondy sbírá odražené světlo a vede ho do spektrofotometru, který provádí rozklad světla difrakční mřížkou.

Reflexní sonda je umístěna kolmo nad měřenou oblastí vzorku. Nejdříve změříme spektrální závislost odrazivosti křemíku (vyleštěná křemíková deska), a poté již měříme jednotlivé vzorky s vrstvou. Programem na simulaci a analýzu těchto spekter pak nastavujeme parametry vrstvy, tedy její tloušťku a koeficienty A, B, C .

Měření tloušťky vrstvy lze použít například při řešení následující problematiky:

- Určení závislosti tloušťky vrstvy fotorezistu na rychlosti otáček rotační lakovky.
- Změření homogenity tloušťky vrstvy fotorezistu na povrchu desky.
- Změření tloušťky oxidu a porovnání této hodnoty s hodnotou vypočtenou podle doby, teploty a typu (suchá vs. mokrá) oxidace.

5. Organizace praktika

5.1. Organizační poznámky k praktiku

- Na místo srazu přijďte přesně na určenou hodinu.
- Do laboratoří není možné vstupovat v silně či viditelně znečištěném (zaprášeném, zakouřeném) oblečení.
- Při práci je obličej nezakrytý, proto není dobré použít nevhodný make-up, vysušující kosmetiku, pudr či jiné zdroje prachových částic a těžkých kovů.
- Dlouhé vlasy sepněte gumičkou, aby nevylézaly z kapuce kombinézy.
- Nemocným (chřipka, kašel, nachlazení) není vstup do čistých prostor povolen (uvnitř nelze kašlat a smrkat).
- Práce studentů v praktiku je povolena pouze pod dohledem vyučujícího. Student se při práci řídí pokyny vedoucího. V případě nejasnosti je třeba problém konzultovat s vedoucím praktika.

5.2. Vstup do čistých prostor

- Vstup do čistých prostor je přes dvě šatny, tedy troje dveře. Vzhledem k udržovanému mírnému přetlaku v laboratoři (cca 30 Pa) smí být v jednom okamžiku otevřeny pouze jedny z nich. Neotevíráme tedy dveře, pokud zní a svítí signalizace.
- V černé šatně uložíme venkovní oblečení (též boty) do skříňky. Obujte si přezůvky (doporučujeme vlastní).
- V čisté šatně oblékneme kombinézu, roušku a návleky postupem podle vyobrazení. Nakonec si navlékneme rukavice.
- Poté již vejdem do čistých prostor.
- Do čistých prostor nevnášíme žádné neautorizované předměty. Na psaní poznámek bude v laboratoři k dispozici bezprašný papír a speciální propisky.

5.3. Další poznámky pro udržení čistoty a zabránění kontaminace

- Před každou prací na pracovišti otřeme pracovní místo a používaný přístroj isopropylalkoholem a bezprašnou utěrkou.
- Deskami manipulujeme pouze pomocí pinzet. Nemácháme nad nimi rukama.
- Křemenného skla se nedotýkejte, hrozí kontaminace při vysokých teplotách v peci. Při manipulaci s přípravky pro pec se dotýkáme pouze koncových částí tálka a tunelu.
- Každodenní stírání podlahy supermoderním mopem s certifikátem pro čisté prostory je nezbytností. Proto radostně vytřeme část podlahy, pokud nás o to vedoucí praktika požádá.

5.4. Bezpečnost práce v čistých prostorách

- V laboratoři se chováme rozvážně, neběháme.
- S chemikáliemi se pracuje opatrně a to pod dohledem a pouze v chemických boxech. Při práci použijte vhodné osobní ochranné prostředky. Při poleptání je nutné okamžitě použít bezpečnostní sprchu, oční nebo tělovou.
- V čistých prostorách si pracovníci nepodávají ruce (máte nasazeny rukavice!).
- V šatnách ani v čistých prostorách se nesmí jíst a pít, nesmí se žvýkat žvýkačky.
- Demineralizovaná voda, stejně jako destilovaná voda, se nesmí pít.
- Pozor na horké desky a lodičky po jejich vytažení z pece.

5.5. Poznámky k vypracování protokolu

O vaší činnosti v laboratoři vypracujte protokol. V případě měření na sérii desek vysdílejte svá měření s ostatními účastníky vašeho praktika.

Do protokolu použijte fotografie z digitálního fotoaparátu pořízené během vašeho praktika. (Poznámka: v místnosti fotolitografie nefoťte s bleskem!) Kromě vedoucího vašeho předmětu pošlete prosím váš protokol či fotky též na adresu autora tohoto návodu. Evidence využití a získané výsledky z této jedinečné výukové laboratoře s čistými prostorami snad podpoří financování jejího náročného provozu i v budoucnosti.

