Library Jule Copy REFERENCE COPY MUST REMAIN IN LIBRARY

# Centre de Recherches sur les Communications

## LA STRUCTURE DES OXYDES DE SILICIUM DOPÉS AU HCI ET LEUR REVÊTEMENT MÉTALLIQUE

par

M. BOUCHARD, W.A. HARTMAN ET R.M. KULEY

TK 5102.5 C673f #1298

22/1



Department of Communications Ministère des Communications RAPPORT DU CRC N° 1298

**OTTAWA, OCTOBRE 1976** 

#### CENTRE DE RECHERCHES SUR LES COMMUNICATIONS

MINISTÈRE DES COMMUNICATIONS CANADA

## LA STRUCTURE DES OXYDES DE SILICIUM DOPÉS AU HCI ET LEUR REVÊTEMENT MÉTALLIQUE

par

M. Bouchard, W.A. Hartman et R.M. Kuley

(Direction de l'électronique spatiale)

Industry Canada Library - Queen

SEP - 4 2012

Industrie Canada Bibliothèque - Queen



RAPPORT DU CRC Nº 1298

octobre 1976 OTTAWA

#### ATTENTION

Le présent document est fourni à la condition expresse que les

droits de propriété et de brevet soient protégés

Ret Koa.5 5707398 #1398

20 5334910

•

Standard Press - Wallaceburg, Ontario, Canada Contract No. 660KX - 5 - 0001/1

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSI	JMÉ .			• •		•	• •	÷	•			•	1
1.	INTR	ODUCTION							÷				1
2.	PROCI	ÉDURE EXPÉRIMENTALE								÷			2
3.	RÉSUI	LTATS ET DISCUSSION											4
	3.1	Effets d'une teneur en HCl variée 3.1.1 Effets électriques 3.1.2 Effets structuraux	ž 	 	 		 	•	•		:		4 4 8
	3.2	Effet de l'orientation de la plaq	quette		• •	•							11
	3.3	Effet de l'introduction d'hélium	pendan	t 1'	oxyd	lati	on	au	H	21	•	·	11
	3.4	Effet du recuit				÷						•	11
	3.5	Effet des diverses méthodes d'oxy	/dation								•		13
	3.6	Effets sur les revêtements métall	iques								•		15
	3.7	Nature des imperfections											17
4.	CONC	CLUSIONS						•					23
5.	REME	RCIEMENTS										•	23
6.	RÉFÉ	RENCES									•		24
ANN	exe a	- Traitement des oxydes dopés au	HC1 .										25



iii

## LA STRUCTURE DES OXYDES DE SILICIUM DOPÉS AU HC1 ET LEUR REVÊTEMENT MÉTALLIQUE

#### préparé par

M. Bouchard, W.A. Hartman et R.M. Kuley

#### RÉSUMÉ

L'addition de chlore pendant le traitement améliore les propriétés diélectriques du bioxyde de silicium en diminuant la concentration d'ions mobiles de l'oxyde. Depuis 1973 environ, l'industrie a adopté une valeur maximale approximative de 4 vol % HC1/02, à cause des effets nuisibles possibles d'une teneur en chlore plus élevée. Du point de vue quantitatif, nous avons découvert qu'une forte teneur en chlore (10 vol % HCl/02, par exemple) entraîne la déformation de la surface de l'oxyde et que l'excès de chlore entraîne la formation de cavités dans l'oxyde même. Ce rapport décrit les pailles de l'oxyde et montre que leur nombre, leur grosseur et leur répartition dépendent de la teneur en chlore, de l'ordre des étapes de traitement, de la rapidité de refroidissement après oxydation et de l'orientation de la plaquette. Les pailles de l'oxyde entraînent également le soulèvement par endroit de la plupart des revêtements métalliques et peut entraîner le rongement de l'aluminium. Ces dangers pour la sûreté de fonctionnement peuvent être évités grâce à un choix judicieux des paramètres de traitement.

#### 1. INTRODUCTION

La migration des ions positifs dans de minces pellicules de SiO2 est une cause importante de l'instabilité électrique des semi-conducteurs à oxyde métallique [1]. L'introduction de quantités de chlore durant l'oxydation thermique des plaquettes de silicium améliore, semble-t-il, la stabilité électrique des pellicules de  $SiO_2$  en immobilisant les facteurs de contamination comme le sodium [2-5]. Dans le cas d'oxydes dopés au HCl et d'oxydes dopés au Cl<sub>2</sub>, les gaz dont il s'agit sont très corrosifs lorsqu'en présence de petites quantités de vapeur d'eau: ils peuvent être mortels pour les humains et causer la corrosion du matériel de laboratoire, si la ventilation n'est pas adéquate. Il existe peu de renseignements sur l'étendue possible de la corrosion des semi-conducteurs à oxyde métallique résultant de la présence de chlore [6].

Les présentes recherches visent à examiner les effets néfastes de l'addition de différentes quantités de chlore au cours de l'oxydation du silicium. Nous avons étudié les dommages structuraux que subissent le silicium, le bioxyde de silicium et les revêtements métalliques en employant les techniques de la métallographie et de la microanalyse électroniques. De plus, nous avons fait des recherches sur la stabilité électrique de ces oxydes, afin d'évaluer la qualité des pellicules de SiO<sub>2</sub> produites selon notre méthode et d'essayer d'établir un rapport entre l'augmentation de la stabilité des pellicules traitées au chlore et l'apparition de pailles.

## 2. PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

Les plaquettes de silicium, de type n, d'orientation <100> et <111> et de résistivité de l à 2  $\Omega$ /cm ont été nettoyées de la manière suivante, juste avant l'oxydation:

- Trempage de cinq minutes dans une solution HNO<sub>3</sub> chaude (70° C).
- Rinçage pendant dix minutes dans une solution DI  $\rm H_2O.$
- Trempage d'une minute dans une solution 10% HF/H20.
- Rinçage de dix minutes dans une solution de DI H<sub>2</sub>0.
- Séchage à l'aide d'un souffleur et de N2.

Le four d'oxydation a été nettoyé à l'aide d'un mélange 10% (volume) HCl/O<sub>2</sub> pendant quarante-cinq minutes chaque jour avant le début du traitement. La température d'oxydation était constante à 1150° C et le débit global était un l/min pour les mélanges HCl/O<sub>2</sub> et Cl<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> et 600 ml/min pour l'azote. Nous avons employé des gaz de qualité UHP et des mélanges commerciaux aussi bien que des mélanges de notre fabrication, pour obtenir des concentrations en chlore aussi élevée que 10% HCl/O<sub>2</sub> et 3% HCl/O<sub>2</sub>. En général, nous avons procédé à un transfert graduel des échantillons de la zone froide à la zone chaude du four d'oxydation, ou vice-versa, afin de réduire au minimum le choc thermique [3]. Le transfert durait habituellement une minute. Le procédé normal d'oxydation au chlore se déroule comme suit:

- Oxydation à 1'02 sec pendant dix minutes.
- Oxydation dans un mélange  $HC1/O_2$  (ou  $C1_2/O_2$ ) pendant dix-huit minutes.
- Oxydation à 1'02 sec pendant deux minutes.
- Recuit in situ pendant dix minutes dans de l'azote pur.

Ce procédé décrit dans le texte comme étant le procédé HCl 10/18/2/10 et quelques autres variantes de ce procédé ont été étudiés attentivement (voir le tableau 1). Nous avons ensuite emmagasiné les plaquettes oxydées dans un

endroit propre jusqu'à ce qu'elles soient métallisées par pulvérisation ou par évaporation au moyen d'un rayon électronique. Nous avons traité deux plaquettes de chaque genre d'orientation pendant chaque séance d'oxydation, l'une d'entre elles n'étant entièrement métallisée que d'un côté et gravée par photolithographie selon un motif simple pour être inspectée ensuite afin de vérifier l'existence de dommages structuraux. Des condensateurs circulaires métal-oxyde-semiconducteur étaient formés sur la deuxième plaquette grâce à la métallisation partielle de la face supérieure au moyen d'un masque et à la métallisation complète de l'autre face. Nous avons employé cette dernière plaquette pour effectuer des mesures de tension-capacité du genre décrit par Grove [7], afin de déterminer la teneur en ions mobiles des couches formées au cours de chaque étape d'oxydation. Nous avons examiné les plaquettes au moyen d'un microscope électronique à balayage (M.E.B.) et à transmission (M.E.T.) et par microanalyse au moyen de rayons électroniques. Nous avons gravé le dos des plaquettes devant servir à l'analyse M.E.T.[8]. Cette technique de gravure consiste à faire un trou hémisphérique en gravant le dos d'un petit échantillon de silicium avec un pinceau trempé dans une solution de 15% HF/HNO3 à 22° C, en protégeant la face métallisée de la plaquette. La gravure s'arrête au niveau de la couche Si-SiO2, laissant une pellicule de SiO2 transparente aux électrons et le revêtement métallique.

Pour déterminer la concentration d'ions mobiles dans la couche oxydée d'un condensateur métal-oxyde-semiconducteur, on se base sur la mesure des variations de tension de la bande rectangulaire du condensateur lorsqu'une tension de polarisation est appliquée à des températures élevées [9]. Les caractéristiques courantes du rapport entre la tension et la capacité à hautes fréquences des condensateurs métal-oxyde-semiconducteur formés sur du silicium, sont montrés dans l'illustration n° 1. Nous pouvons constater que la pression exercée par l'interaction d'une polarisation de  $\pm 10^6$  V/cm (électrode métallique positive) et d'une température de 250° C pendant cinq minutes entraîne un glissement négatif de la tension VFR correspondant à la capacité de la bande rectangulaire CFB. Une pression subséquente semblable, exercée par l'interaction de la tension de polarisation et de la température sur la même plaque, entraîne un glissement positif de la tension  $V_{
m FB}$ , qui recouvre alors presque entièrement sa valeur initiale à la température normale. Le mouvement des ions positifs sous l'influence du champ électrique appliqué explique la modification des rapports entre tension et capacité. La valeur de  $Q_0/q$ , soit le nombre réel de charges ioniques mobiles par cm<sup>2</sup> au niveau du rapport entre l'oxyde et le silicium, peut être calculée à partir de la variation de tension de la bande rectangulaire  $\Delta V_{FB}$ .

Nous avons exercé la pression "tension de polarisation et température" sur les échantillons d'oxydes en employant une technique de charge statique [10] et des intensités de champs de l'ordre de  $\pm$  10<sup>6</sup> V/cm pendant 5 minutes à 250° C. Nous avons mesuré la variation de tension V<sub>FB</sub> directement, au moyen d'un appareil de mesure semi-automatique composé d'un coupleur-contrôleur Hewlett-Packard 2570A commandé par un calculateur Hewlett-Packard 9810A. Le système comprenait aussi un capacimètre Boonton 71AR, avec lequel nous avons pu effectuer des mesures de capacité à haute fréquence (1 MHz).

Les valeurs  $Q_0/q$ , comme celles qui paraissent dans l'illustration n° 2, sont des valeurs moyennes résultant de la mesure de cinq condensateurs sur chacune des plaquettes examinées.



Illustration  $n^{\circ}$  1. Caractéristiques de tension et de capacité des condensateurs métal-oxyde-semiconducteur sur le silicium<sub>n</sub> montrant l'effet de la pression exercée par la tension de polarisation et la température.

## 3. RÉSULTATS ET DISCUSSION

#### 3.1 EFFETS D'UNE TENEUR EN HC1 VARIÉE

#### 3.1.1 Effets électriques

Plus la teneur en HCl est élevée, plus la concentration des ions mobiles des oxydes produits tend à être faible; on constate en outre une diminution soudaine de la concentration des ions, en particulier pour les plaquettes d'orientation <100>, lorsque la teneur en HCl est de l'ordre de 6 à 8%. Les résultats du procédé normal d'oxydation sont donnés dans l'illustration n° 2a), en ce qui concerne les plaquettes d'orientation <111>, et dans l'illustration n° 2b), en ce qui concerne les plaquettes d'orientation <100>. Les valeurs  $Q_0/q$  observées s'échelonnaient de  $9 \times 10^{10}$  cm<sup>-2</sup>, pour les oxydes sans HCl, à  $1 \times 10^9$  cm<sup>-2</sup>, pour les oxydes à teneur de 10% en HCl, et à environ  $1,5 \times 10^{11}$  cm<sup>-2</sup>, pour les oxydes à teneur de 4% en HCl. L'orientation des plaquettes semblait avoir peu d'effet sur la qualité de passivation du procédé de formation de l'oxyde au HCl, du moins jusqu'à une teneur de 8% en HCl. Nous n'avons pas pu obtenir de données valables pour les plaquettes d'orientation <100>, oxydées avec une solution HCl/O<sub>2</sub> à teneur de 10%.





Illustration n° 2. Teneur en ions mobiles des oxydes formés au HCl en fonction de la teneur en HCl. On indique les moyennes et les cas d'incertitude.

••

Il semble que la variété des résultats des essais sur les plaquettes d'orientation <111>, par rapport à ceux menés sur des plaquettes d'orientation <100>, vient de ce que nous avons fait plus d'essais sur des plaquettes d'orientation <111>; elle reflète en outre de légères variantes dans le traitement des plaquettes.

Nous avons aussi oxydé des plaquettes en employant des mélanges  $Cl_2/O_2$  et avons découvert que toutes les valeurs de  $Q_0/q$  étaient de l'ordre de  $lx10^{12}$  cm<sup>-2</sup> lorsque la teneur en  $Cl_2/O_2$  était de l à 3%.

L'augmentation de la concentration des ions mobiles pour une teneur en HC1/0<sub>2</sub> de 2 à 4% environ peut résulter d'un niveau de contamination ionique plus élevé, introduit à un stade quelconque du traitement de ces oxydes. Puisque chaque groupe d'échantillons d'oxydes a été métallisé à des moments différents, cette étape du traitement nous paraît la source probable de l'accroissement de la contamination, étant donné que l'étape de métallisation, qui a lieu après l'oxydation dans un four censément bien nettoyé au HC1, est la source principale de contamination ionique au cours de la fabrication de condensateurs à semi-conducteurs à oxyde métallique [2].

On a, à l'occasion, obtenu des valeurs de  $Q_0/q$  négatives pour les plaquettes oxydées avec une solution à teneur en HCl plus élevée, ce qui dénotait une modification de la tension VFB, après application d'une pression négative, semblable à celle résultant d'une pression positive. Lorsque nous avons dessiné les courbes complètes des rapports "tension-capacité" des condensateurs représentant chaque teneur en HC1, nous avons découvert que ce n'était pas une modification de la tension VFR qui se produisait après une pression négative, mais une diminution de la pente du rapport "tension-capacité" aux alentours d'une capacité CFR. Cette variation de la pente est décrite dans l'illustration n° 3. Les courbes typiques du rapport "tension-capacité" pour un oxyde à teneur en HCl de 2% sont données dans l'illustration n° 3a): la variation de la pente après une pression négative est négligeable. Les courbes de l'illustration n° 3b) sont celles d'un oxyde à teneur en HCl de 10% et montrent l'effet d'étirement sur le rapport "tension-capacité" après une pression négative. L'analyse des données indiquerait, pour ce genre d'oxyde, une modification de la tension VFB, à cause du mouvement des ions négatifs apparemment.

Vu que la pente des courbes de rapport "tension-capacité" changeait après une pression négative et qu'elle camouflait partiellement l'effet du mouvement ionique et que la variation de la pente n'était pas uniforme sur toute la plaquette, nous avons obtenu toutes sortes de valeurs de  $Q_0/q$  pour les oxydes à teneur en HCl de 6 à 10%. Pour les quelques condensateurs de valeur  $Q_0/q$  négative, nous avons pu établir la limite supérieure de la teneur en ions positifs mobiles, en utilisant la variation de la tension V<sub>FB</sub>, mesurée à la température de la pièce et celle notée après une pression positive. C'est ainsi que nous avons pu déterminer le  $Q_0/q$  des oxydes à teneur en HCl de 6% pour les plaquettes d'orientation <111>.

Des distortions de courbes de rapport "tension-capacité", semblables aux variations de pente mentionnées ci-dessus, ont été attribuées à la création de charges positives fixes et d'états de surface rapides à l'interface Si-SiO<sub>2</sub> [6, 11]. Ces états d'interface se forment aussi sous l'action de pressions négatives résultant du rapport entre la tension de polarisation et la



a) Pour les plaquettes traitées avec une solution 2% HCl/02.

٠

b) Pour les plaquettes traitées avec une solution 10% HCl/02.

Illustration n° 3. Effet de la teneur en HCl de la couch oxydée sur la pente du rapport "tension de polarisation-capacité" du condensateur métal-oxyde-semiconducteur, après une pression négative exercée par la tension de polarisation et la température. température [12], mais nous n'avons pas observé le rôle précis du chlore en ce qui concerne la formation accrue d'états d'interface lorsque des pressions sont exercées.

Selon un modèle proposé par Deal relativement aux effets des charges sur le SiO<sub>2</sub> [6], les états de surface rapides se forment lorsque les liaisons silicium-oxygène se brisent au niveau de la couche de silicium. Cette transformation peut être causée par l'application d'un champ négatif à travers l'oxyde. Par conséquent, à supposer que les effets d'une charge électrique sur le SiO<sub>2</sub> dépendent de la structure de la liaison de silicium et de ses imperfections, la présence de chlore peut déformer la structure ou l'altérer de façon à accroître l'apparition de pailles. Comme nous pouvons le constater au cours des discussions qui suivent, il existe des preuves de formation de telles imperfections. Nous devons cependant les étudier plus à fond, avant de pouvoir donner une explication détaillée de leurs effets électriques.

#### 3.1.2 Effets structuraux

Les résultats électriques décrits ci-dessus montrent une diminution rapide de l'effet des ions mobiles pour un échantillon à teneur en  $HC1/0_2$  de 6 à 8%. Cette tendance a également été observée par Kreigler et ses associés [13]. Les résultats obtenus indiquent qu'il semble avantageux d'incorporer plus de 6% (vol.) de HCl à l'atmosphère d'oxydation, afin d'obtenir des oxydes plus stables. Cependant, les photographies correspondantes, prises au microscope électronique à balayage, des oxydes à teneur en HCl (voir illustration n° 4), révèlent la présence de pailles dans les oxydes traités avec une solution à teneur en HCl supérieure à 6%. La densité des imperfections demeure constante lorsqu'on augmente la teneur en HCl au-dessus de 6%, mais le contraste augmente aussi en même temps que la teneur en HCl. Les "oxydes à teneur en HCl de 10%" qui sont défectueux, présentent de grosses pailles d'environ 1 um de diamètre, entourées d'un anneau de pailles plus petites dont le diamètre diminue à mesure que nous nous éloignons du centre de la paille principale. Nous traiterons du caractère de ces imperfections de l'oxyde au paragraphe 3.8.

Nous avons remarqué deux genres d'imperfections dans les revêtements métalliques d'oxydes fortement dopés au HCl. L'imperfection la plus courante observée est le gonflement du métal par endroits, juste au-dessus des pailles de l'oxyde, ce qui donne au revêtement un aspect boursouflé. Les boursouflures augmentent proportionnellement à la teneur en  $HCl/O_2$  durant l'oxydation et à la durée du recuit à 450° C après la métallisation (voir illustration n° 5). Comme le montre l'illustration n° 6, nous pouvons observer les boursouflures du revêtement métallique au microscope électronique à balayage beaucoup plus facilement à partir d'un angle à grande incidence. En ce qui concerne les échantillons d'orientation <111> non recuits et oxydés selon la méthode 10/18/2/10, le boursouflement apparaît seulement dans les oxydes à teneur en HCl de 10% (voir illustration n° 6). Le boursouflement le plus prononcé que nous ayons pu observer est apparu dans un revêtement métallique en sandwich, "titane-aluminium-titane", recuit pendant deux heures à 450° C et représenté par l'illustration n° 5.

Le deuxième genre d'imperfection du revêtement métallique résultant de la présence de chlore est la piqûre par endroits, remarquée seulement après le recuit à une température supérieure à 200° C (voir paragraphe 3.8). Les



9

Illustration n° 4. Photographies prises au microscope électronique à balayage, d'oxydes traités avec un mélange HCI/O<sub>2</sub> à teneur de plus en plus forte en HCI (partie inférieure) et métallisés avec une couche d'aluminium de 5000 Å d'épaisseur (partie supérieure). À remarquer, les oxydes hétérogènes produits par une solution à forte teneur en HCI.



Illustration n° 5. Photographies au M.E.B. d'un oxyde formé selon le procédé 10% HCl/0<sub>2</sub> 18/10/2/10 et de son revêtement Ti-Al-Ti, montrant:

- a) l'absence de boursouflures dans le revêtement avant le recuit et
- b) le boursouflement et le piquage localisé du revêtement après le recuit.



Illustration n° 6. Photographies au M.E.B. d'un revêtement aluminium de 5000 Å d'épaisseur recouvrant un oxyde produit selon le procédé 10% HCI 18/10/2/10, montrant la même zone (marquée d'un X) de deux angles d'observation différents. Le boursouflement est visible seulement si on l'observe d'un angle de 70° au M.E.B. (voir b)).

oxydes traités au Cl<sub>2</sub> l'ont été avec des mélanges de Cl<sub>2</sub> $/0_2$  à teneur aussi élevée que 3% (vol.), et nous n'avons remarqué aucune imperfection de l'oxyde ou du revêtement métallique.

#### 3.2 EFFET DE L'ORIENTATION DE LA PLAQUETTE

Les effets sur les plaquettes d'orientation <111>, représentés dans l'illustration n° 4, sont moins prononcés que ceux sur les plaquettes d'orientation <100> traitées selon la même méthode. L'illustration n° 7 montre des plaquettes d'orientation <100> traitées avec des mélanges à teneur en HCl/0<sub>2</sub> de 0% à 10%. On peut constater que lors de l'emploi de la méthode usuelle d'oxydation au HCl(10/18/2/10), les imperfections des oxydes sont visibles seulement dans les échantillons traités avec une solution à haute teneur en HCl (10%), ce qui correspond aux résultats obtenus pour les plaquettes d'orientation <111> traitées avec une solution à teneur en HCl/0<sub>2</sub> de 6%. Nous n'avons relevé aucune imperfection dans le revêtement métallique des plaquettes d'orientation <100>, oxydées avec une solution à teneur en Cl<sub>2</sub> de 0% à 3% ou selon la méthode HCl 10/18/2/10.

#### 3.3 EFFET DE L'INTRODUCTION D'HÉLIUM PENDANT L'OXYDATION AU HC1

On a suggéré qu'un mélange de  $HC1/O_2$ , dilué à l'hélium, permettait, lui aussi, une excellente passivation des ions mobiles [14, 15]. Nous avons étudié l'influence de la dilution à l'hélium d'un mélange  $HC1/O_2$  à teneur de 10%, en employant des plaquettes d'orientation <111> et la méthode usuelle 10/18/2/10. La gamme des mélanges étudiés comprenait des mélanges dont les proportions étaient les suivantes: 9 vol He pour 10%  $HC1/O_2$  et 5 vol He pour 5 vol 10%  $HC1/O_2$ . Les résultats de ces expériences démontrent qu'un mélange qui contient environ 6 volumes d'hélium pour 4 volumes de 10%  $HC1/O_2$  semble être la meilleure solution de traitement en vue d'obtenir des oxydes homogènes. En effet, des photographies de plaquettes traitées avec un mélange à l'hélium, prises par microscope électronique à balayage à partir d'un angle à grande incidence, n'ont révélé aucune boursouflure ni piqûre du revêtement d'aluminium, même après un recuit d'une heure à 450° C.

#### 3.4 EFFET DU RECUIT

Des examens au microscope électronique à balayage suggèrent que le recuit des oxydes traités à l'aide d'une forte concentration en HCl ne change pas la nature des imperfections qui apparaissent au cours de l'oxydation. Par contre, les revêtements métalliques correspondants se détériorent au fur et à mesure qu'on allonge la période de recuit. On constate d'abord, au cours du recuit, une augmentation du volume des boursouflures qui se forment par endroits dans le revêtement métallique. Le revêtement en sandwich "titanealuminium-titane" de l'illustration n° 5 donne une idée de ce phénomène. On peut y voir que les boursouflures se trouvent juste au-dessus des imperfections des oxydes. Ensuite, le recuit cause le piquage du revêtement métallique par le chlore (voir les illustrations n°<sup>S</sup> 5 et 8). Bien que nous ayons observé moins de piqûres que de boursouflures, le phénomène du piquage n'est pas toujours relié à une imperfection de l'oxyde sous-jacent traité au HCl. Nous discuterons de la nature de ces imperfections avec plus de détails au paragraphe 3.8.



Illustration n° 7. Photographie au M.E.B. de plaquettes d'orientation <100> oxydées selon le procédé 18/10/2/10 en employant différentes concentrations en HCl de 0 à 10% (vol.). On constate la présence d'imperfections dans les oxydes seulement si on emploie une teneur en HCl d'au moins 10%.



Illustration n° 8. Photographies au M.E.B. d'un revêtement aluminium de 5000 Å d'épaisseur recouvrant un oxyde formé selon le procédé 4% HCl/0<sub>2</sub> 10/18/2/10, recuit à 450° C pendant une heure, montrant le piquage de la couche d'aluminium.

## 3.5 EFFET DES DIVERSES METHODES D'OXYDATION

Nous avons vérifié l'influence de diverses méthodes d'oxydation au HCl sur la structure de l'oxyde et du revêtement métallique de plaquettes d'orientation <100> et <111>. Le tableau n°l ci-dessous donne les méthodes employées et la qualité des oxydes obtenus.

L'illustration composite n° 9 montre la structure des oxydes formés au cours de certains des traitements décrits au tableau n° 1, en ce qui concerne les plaquettes d'orientation <111> et <100>. Les rangées montrent l'influence de la méthode d'oxydation sur les diverses plaquettes, tandis que les colonnes montrent l'influence des divers modes de traitement sur un genre donné de plaquettes. L'abondance des imperfections d'un oxyde indique que les dommages structuraux augmentent selon le mode de traitement employé (examiner l'illustration de bas en haut).

Nous pouvons constater que, quel que soit le mode de traitement, les oxydes formés sur des plaquettes d'orientation <100>, au moyen de chlore, sont plus homogènes que ceux formés sur des plaquettes d'orientation <111> (voir paragraphe 3.2). De plus, l'illustration montre, pour chaque mode de traitement, que les oxydes formés avec 6% de HCl sont plus homogènes que ceux formés avec 10%, comme le laissent prévoir les résultats décrits au paragraphe 3.1.

L'illustration montre aussi les limites de certains traitements en ce qui concerne la production d'oxydes homogènes à teneur en HCl. Le coin supérieur gauche montre les oxydes formés au HCl les plus hétérogènes, tandis

#### TABLEAU Nº 1

Teneur	Méthode (min) 02 sec/HCI/02/02 sec/N2	Mode de traitement	Imperfections des oxydes, visibles au M.E.B.
0% HCI	30/0/0/10	oxydation sans HCI	oxydes parfaits
de 0% à 10% HC	10/18/2/10	méthode usuelle	oxydes de moins en moins purs, à partir de 6% pour les plaquettes d'orientation <111> et de 8% pour celles d'orientation <100>.
de 1% à 3% Cl <sub>2</sub>	10/18/2/10	méthode usuelle	oxydes parfaits
10% HCI	10/20/0/0	méthode modifiée	oxydes très imparfaits
6% HCI	10/20/0/0	méthode modifiée	oxydes imparfaits
10% HCI	10/20/0/10	méthode modifiée	oxydes très imparfaits
6% HCI	10/20/0/10	méthode modifiée	oxydes imparfaits
10% HCI	18/10/2/10	méthode modifiée	oxydes imparfaits seulement pour les plaquettes d'orientation <111>.
6% HCI	18/10/2/10	méthode modifiée	oxydes parfaits
10% HCI	10/10/10/10	méthode modifiée	oxydes parfaits
6% HCI	10/10/10/10	méthode modifiée	oxydes parfaits



Illustration n° 9. Photographies au M.E.B. d'oxydes formés au HCI sur des plaquettes d'orientation <111> et <100> traitées selon les procédés d'oxydation précisés.

que le coin inférieur droit donne ceux qui sont le plus homogènes. Une ligne imaginaire tracée du coin inférieur gauche au coin supérieur droit délimite approximativement le secteur d'observation des imperfections visibles. Nous discutons à l'annexe A des variantes de traitement.

## 3.6 EFFETS SUR LES REVÊTEMENTS MÉTALLIQUES

Il s'agissait au cours des expériences d'appliquer les revêtements métalliques ci-dessous sur des plaquettes d'orientation <111> oxydées selon la méthode usuelle 10% HCl 10/18/2/10.

- (a) 500 Å Ti + 4000 Å Al + 500 Å Ti (par évaporation)
- (b)  $500 \text{ \AA}$  Ti +  $5000 \text{ \AA}$  Al (par évaporation)
- (c)  $400 \text{ \AA Si} + 5000 \text{ \AA Al}$  (par évaporation)
- (d) 500 Å Cr + 5000 Å Au (par évaporation)
- (e) 500 Å Ti-W +5000 Å Au (par pulvérisation).

On observe un soulèvement localisé du revêtement métallique dans tous les cas ci-dessus, et ce phénomène s'accentue après un recuit à 450° C. L'illustration n° 5 montre ce comportement dans le cas d'un revêtement métallique Ti-Al-Ti.

Nous avons également étudié l'influence de l'épaisseur de la couche d'aluminium (200 Å à 5000 Å) sur le genre d'imperfections qui apparaissent dans le revêtement métallique et avons découvert que, quelle que soit l'épaisseur de l'aluminium, les oxydes formés au HCl et très dopés entraînent le boursouflement du revêtement métallique et que le recuit après métallisation augmente ce boursouflement. Dans les échantillons non recuits, le boursouflement est plus remarguable sur les plaquettes recouvertes d'une couche d'aluminium de 200 Å d'épaisseur que sur celles enduites d'une couche de 5000 Å d'épaisseur, ce qui semble démontrer une égalisation de la couche d'aluminium pendant l'évaporation.

Nous avons aussi étudié l'influence du chauffage des couches sousjacentes pendant la métallisation (de la température de la pièce à 270° C) sur le nombre d'imperfections du revêtement métallique causées par l'emploi de HCl pendant l'oxydation. Pour cette expérience, nous avons oxydé des plaquettes d'orientation <100> et <111> selon la méthode usuelle 10/18/2/10 en employant le procédé 10% HC1/02. Les photographies au M.E.B. de l'illustration n° 10 montrent des oxydes traités au HCl et non recuits et des oxydes non traités au HCl et non recuits, métallisés à deux températures différentes. Nous avons remarqué que les plaquettes d'orientation <100> et <111> deviennent plus rugueuses, si on augmente la température des couches sous-jacentes pendant la métallisation. Cependant, une comparaison des oxydes traités au HCl et de ceux qui ne le sont pas ne révèle aucun changement structural visible dans le revêtement métallique, changement qui serait dû à l'incorporation de HCl durant la période d'oxydation. Il ne s'est produit aucun boursouflement ni aucun piquage du revêtement métallique qui soit visible même à l'angle d'observation le plus élevé (85°) au M.E.B.



Illustration n° 10. Effet de la température de la plaquette pendant l'application d'un revêtement d'aluminium sur des oxydes sans HCl et sur des oxydes formés selon le procédé 10% HCl/0<sub>2</sub> 10/18/2/10, dans le cas de plaquettes d'orientation <111>.

a) Température de la couche sous-jacente: 135° C
b) Température de la couche sous-jacente: 270° C

#### 3.7 NATURE DES IMPERFECTIONS

On a suggéré que les imperfections de l'oxyde sont des irrégularités de la surface de l'oxyde résultant du piquage du silicium par le HCl incorporé au cours de la période d'oxydation [3]. Nous avons enlevé la couche de SiO2 pour vérifier si les irrégularités observées à la surface de la couche de SiO2 se façonnaient tout simplement sur les piqûres du silicium causées par l'attaque au HCl durant l'oxydation. Nous avons ensuite ôté la couche oxydée au moyen d'un tampon à haute fréquence ou d'une fraiseuse ionique. Les illustrations n°S 11 et 12 montrent la structure de la surface, plus on s'enfonce dans l'oxyde en employant soit le tampon à haute fréquence soit la fraiseuse ionique respectivement. Dans les deux cas, nous constatons que la forme des imperfections de l'oxyde change graduellement, au fur et à mesure que l'oxyde s'amincit, ce qui suppose que les imperfections se limitent à la couche oxydée même. En ce qui concerne l'échantillon gratté à la fraiseuse ionique, l'illustration n° 12 n'indique pas l'état de la couche d'oxyde de silicium au début de l'oxydation à cause de l'ombre qu'il y a toujours pendant le fraisage. Ce n'est pas le cas de l'échantillon gratté avec un tampon à haute fréquence, et l'illustration n° 13 nous montre une couche de SiO<sub>2</sub> très amincie, obtenue par tamponnage à haute fréquence de l'oxyde non homogène représenté dans l'illustration n° 11. L'observation au microscope électronique à balayage à un angle à grande incidence révèle que la mince couche de SiO<sub>2</sub> contient des cratères à fond plat entourés d'une crête (voir illustration n° 13 b) c) d)). On peut produire ces cratères en attaquant une surface originalement plate ou une surface irrégulière à différentes vitesses. La photographie de l'illustration n° 13 révèle des cratères très peu profonds creusés dans la surface du silicium; nous croyons que ces cratères résultent de l'action du HCl sur la surface de silicium pendant l'oxydation au HC1. Cependant, la profondeur des piqures du silicium ne semble pas dépasser 100 Å, et ceci est beaucoup trop peu pour causer le contraste marqué observé à la surface de l'oxyde. Nous devons donc en conclure que les imperfections se limitent à la couche oxydée elle-même plutôt que d'être un prolongement d'une imperfection similaire de l'interface Si-Si0<sub>2</sub>.

Nous avons analysé l'oxyde hétégorène au moyen d'une microsonde électronique à rayon fixe et avons observé de petites variantes dans la teneur en chlore à l'intérieur et à l'extérieur des pailles. Les valeurs typiques pour un comptage d'une durée de 10 secondes étaient 8 unités à la seconde à l'intérieur, 3 à 4 unités à la seconde à l'extérieur, avec un "bruit de fond" d'une unité à la seconde. L'analyse laisse supposer que les pailles de l'oxyde contiennent à peu près trois fois plus de chlore que le reste de l'oxyde.

L'illustration n° 14 montre une photographie, prise par un microscope électronique à transmission, d'un oxyde traité avec une solution de 10% HCl/O<sub>2</sub> selon la méthode 10/18/2/10; la photographie nous montre les cinq étapes de la formation des pailles. Celles-ci se forment selon un processus de nucléation et de croissance semblable aux transformations amenant à l'état solide. Les anneaux identiques de diffraction diffuse de l'illustration n° 15 nous montrent que les pailles et l'oxyde sont faits d'une matière amorphe semblable.

La première étape de formation est bien illustrée dans les zones qui se situent entre des imperfections évidentes, où l'on peut voir que la teinte des zones change du gris clair au gris foncé (voir A). Les régions plus pâles semblent représenter le stade initial de formation des zones à forte teneur en chlore par la ségrégation, à haute température, de particules à forte teneur en chlore.



Illustration n° 11. Photographies au M.E.B. d'un oxyde de silicium attaqué à l'acide, formé sur des plaquettes d'orientation <111> en employant le procédé d'oxydation 10% HCI/0<sub>2</sub> 10/20/0/10.

- a) Plaquette oxydée.
- b) Plaquette après 30 secondes de grattage au tampon à haute fréquence.
- c) Après 60 secondes.
- d) Après 95 secondes.



Illustration n° 12. Photographie au M.E.B. d'oxydes de silicium formés sur des plaquettes d'orientation <111> en employant le procédé 10% HCl/0<sub>2</sub> 10/20/0/10 et grattés avec une fraiseuse ionique.

- a) Plaquette oxydée.
- b) Après une minute de grattage à la fraiseuse ionique.
- c) Après quatre minutes de grattage à la fraiseuse ionique.
- d) Après sept minutes de grattage à la fraiseuse ionique.



Illustration n° 13. Photographies au M.E.B. illustrant une mince couche de SiO<sub>2</sub> obtenue par attaque chimique pendant 95 secondes avec un tampon à haute fréquence (Plaquette d'orientation <111> et procédé d'oxydation 10% HCl/O<sub>2</sub> 10/20/0/10).

a) L'épaisseur de l'oxyde irrégulier diminue à zéro de gauche à droite.

b) c) d) Secteurs de la pièce montrée en a), photographiés à des angles à plus grande incidence.



Illustration n° 14. Photographie au microscope électronique à transmission d'un oxyde formé selon le procédé 10% HCI/0<sub>2</sub> 10/18/2/10 sur des plaquettes de silicium d'orientation <111>, montrant la nucléation et la croissance des imperfections à teneur en chlore.



Illustration n° 15. Anneaux de diffraction diffuse obtenus du même échantillon que l'échantillon employé dans l'illustration n° 9.

a) De l'intérieur de l'imperfection à teneur en chlore.

b) De l'extérieur de l'imperfection.

La zone marquée d'un B montre la nucléation de petites pailles d'environ 150 Å de diamètre. Ces pailles sont caractérisées par des points blancs qui apparaissent dans les zones gris clair entre les pailles, à cause, semble-t-il, de l'agglomération des particules à forte teneur en chlore dans une matière sursaturée. La zone marquée d'un C montre la croissance d'un agglomérat de petites pailles par l'élargissement de chacune d'entre elles et la formation de nouvelles pailles de 150 Å de diamètre à la périphérie de l'agglomérat.

La zone marqué d'un D montre la formation du centre d'une paille plus grosse par l'accumulation de pailles près du centre de l'agglomérat.

Les grosses pailles s'étendent encore à cause de deux phénomènes qui se produisent parmi les petites pailles qui forment un anneau autour d'elles. D'abord, d'autres petites pailles apparaissent et croissent à la périphérie extérieure de l'anneau, selon les processus décrits auparavant, augmentant ainsi la grosseur de la paille principale. Ensuite, les petites pailles qui sont situées à la périphérie du centre de la paille principale croissent et se fondent dans le centre de l'agglomérat, en augmentant l'étendue. La zone E de l'illustration n° 14 est un bon exemple de ce phénomène.

Le mécanisme de transformation décrit ci-dessus se déroule au cours du refroidissement après la période d'oxydation à 1150° C. L'illustration n° 16 nous montre des plaquettes d'orientation <111> oxydées selon la méthode usuelle 10% HCl 18/10/2/10, et retirées de la partie chaude du four à des vitesses différentes. On peut constater que l'étendue du centre et des pailles périphériques diminue quand on augmente la rapidité du refroidissement après la période d'oxydation. Cela indique une précipitation par diffusion des particules à teneur en chlore au cours du refroidissement. À 1150° C, le Si0<sub>2</sub> pouvait absorber la concentration à l'équilibre des particules de chlore.



Illustration n° 16. Photographies, prises au microscope électronique à transmission, d'oxydes obtenus de la même façon (10% HCl/0<sub>2</sub> 10/18/2/10) sur des plaquettes d'orientation <111> et refroidis de 1150° C à la température de la pièce plus ou moins rapidement. Le refroidissement a duré:

- a) Quelques secondes.
- b) Une minute.
- c) Dix minutes.

Ces recherches démontrent que:

1) Une teneur accrue en HCl au cours de l'oxydation tend à diminuer la concentration d'ions mobiles, mais cause aussi l'hétérogénéité des plaquettes oxydées d'orientation <111>, quand on ajoute à l'atmosphère d'oxydation du HCl à plus de 6%.

2) Le seuil de l'hétérogénéité des plaquettes d'orientation <100>, traitées selon le même procédé, se situe entre 8% et 10%.

3) Les imperfections de l'oxyde signifient une répartition inégale des particules de chlore dans l'oxyde. Les pailles se forment et croissent jusqu'à un diamètre de l  $\mu$ m pendant le refroidissement après la période d'oxydation, par la diffusion d'une solution sursaturée de chlore dans l'oxyde.

4) Une augmentation de la rapidité de refroidissement après oxydation diminue l'incidence d'imperfections de l'oxyde.

5) L'introduction d'une certaine quantité d'hélium pendant l'oxydation au HCl diminue l'incidence d'imperfections de l'oxyde.

6) On a remarqué l'apparition de boursouflures sur tous les revêtements métalliques étudiés, quelle que soit leur épaisseur, sauf sur les revêtements contenant de l'aluminium, lorsque les couches sous-jacentes étaient chauffées à 170° et (ou) 230° C, pour toutes les plaquettes d'orientation <111> oxydées avec une solution 10% HCl/02, selon la méthode 10/18/2/10. On croit par conséquent que l'application d'aluminium sur les couches sous-jacentes à des températures élevées augmente l'adhésion de l'aluminium par-dessus les impuretés des oxydes.

7) Tous les oxydes traités au  $Cl_2$  qu'on a étudiés, soit les oxydes formés avec une teneur de 0 à 3% en  $Cl_2$ , sont parfaits.

8) Le revêtement métallique couvrant des oxydes imparfaits se boursoufle probablement à cause de la pression exercée par les gaz qui s'échappent de l'oxyde. Les boursouflures apparaissent au cours de la métallisation et elles augmentent pendant le recuit à 450° C après la métallisation.

9) Les revêtements d'aluminium et de titane sont parfois rongés par un gaz à forte teneur en chlore qui pique le métal.

#### REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier Mmes J. Legault et R. Worm de leur collaboration au cours de la préparation des échantillons employés durant les recherches. Ils remercient également M. A.L. Barry des conseils qu'il leur a offerts.

## 6. RÉFÉRENCES

- 1. Hofstein, S.R., Proton and Sodium Transport in SiO<sub>2</sub> Films, IEEE Trans. Electron Devices, ED-14, 749, 1967.
- 2. Kriegler, R.J., Cheng, Y.C., et Colton, D.R., The Effect of HCl and Cl<sub>2</sub> on the Thermal Oxidation of Silicon, J. Electrochem. Soc., 119, 338, 1972.
- 3. Hirabayashi, K., et Iwamura, J., Kinetics of Thermal Growth of HCl-02 Oxides on Silicon, J. Electrochem. Soc., 120, 1595, 1973.
- 4. Van der Meulen, Y.J., Osburn, C.M., et Ziegler, J.F., Properties of SiO<sub>2</sub> Grown in the Presence of HCl or Cl<sub>2</sub>, J. Electrochem. Soc., 122, 284, 1975.
- 5. Declerck, G.J., Hattori, T., May, G.A., Beaudoin, J., et Meindl, J.D., Some Effects of 'Trichloroethylene Oxidation' on the Characteristics of MOS Devices, J. Electrochem. Soc., 122, 436, 1975.
- 6. Deal, B.E., The Current Understanding of Charges in the Thermally Oxidized Silicon Structure, J. Electrochem. Soc., 121, 198C, 1974.
- 7. Grove, A.S., Physics and Technology of Semiconductor Devices, John Wiley and Sons, 1967, pp 271-276.
- 8. Bouchard, M., Electron Microscopy of Ti-Al Thin Films, Proc. 8th Int. Congress on Electron Mic., Canberra, 1974.
- 9. Grove, A.S., Physics and Technology of Semiconductor Devices, pp 337-340.
- Barry, A.L., Hum, R.H., et Kuley, R.M., A Rapid Method of Bias-Temperature Stressing Using a Static Charge Technique, Communication présentée au symposium d'automne de la section Ontario/Québec de l'Electrochemical Society, à Ottawa, novembre 1974.
- 11. Terman, L.M., An Investigation of Surface States at a Silicon/Silicon Oxide Interface Employing Metal-Oxide-Silicon Diodes, Solid-State Electron., 5, 285, 1962.
- Goetzberger, A., Lopez, A.D., et Strain, R.J., On the Formation of Surface States During Stress Aging of Thermal Si-SiO<sub>2</sub> Interfaces, J. Electrochem. Soc., 120, 90, 1973.
- Kriegler, R.J., Aitken, A., et Morris, J.D., The Use of HCl Passivation in the Processing Technology of MOSFET Devices, J. Japan Soc., Appl. Phys., 43, 341, 1974.
- 14. Kriegler, R.J., The Role of HCl in the Passivation of MOS Structures, Thin Solid Films, 13, 11, 1972.
- 15. Kriegler, R.J., Morris, J.D., et Colton, D.R., Sodium Ion Movement in HCl Passivated Si0<sub>2</sub> Films, Communication présentée lors de la réunion de l'Electrochemical Society du 8 au 13 octobre 1972, à Miami Beach, Floride.

#### ANNEXE A

#### Traitement des oxydes dopés au HC1

Les deux méthodes les plus strictes sont les méthodes 10/20/0/0 et 10/20/0/10 (voir les deux rangées supérieures de l'illustration n° 9). Ces deux méthodes diffèrent seulement par l'addition d'un recuit à l'azote d'une durée de 10 minutes à la fin de la deuxième méthode. L'illustration n° 9 révèle que le recuit ne modifie pas beaucoup l'apparence des imperfections de l'oxyde. Les deux méthodes d'oxydation entraînent la formation de pailles bien marquées et fort contrastantes dans les oxydes à teneur de 10% en HCl des échantillons d'orientation <100> et <111>. Certaines de ces imperfections sont aussi caractérisées par une légère crête sur le périmètre des zones foncées.

L'illustration composite n° 9 suggère également qu'une oxydation de deux minutes à l'O<sub>2</sub> sec suivant une longue période d'oxydation à 10% HCl/O<sub>2</sub> diminue considérablement l'incidence de la crête autour des imperfections. On constate ce phénomène en comparant les deux échantillons du haut, traités selon les méthodes 10/20/0/0 et 10/20/0/10, aux deux échantillons de la troisième rangée, traités selon la méthode usuelle 10/18/2/10. On croit que la diminution de la crête, qui se forme lorsqu'on emploie la dernière méthode d'oxydation, résulte de l'addition d'une période d'oxydation à l'O<sub>2</sub> sec (d'une durée de 2 minutes) après la période d'oxydation au HCl usuelle de 18 minutes, plutôt que du raccourcissement de la période d'oxydation elle-même (18 minutes au lieu de 20 minutes). L'influence de la teneur en HCl et de l'orientation de la plaquette sur la nature des imperfections apparaissant au cours du procédé normal est bien documentée dans les paragraphes 3.1 et 3.2.

Les deux derniers procédés étudiés, à savoir 18/10/2/10 et 10/10/10, causent moins de dommage à la structure des oxydes. Dans ce deux cas, l'oxydation au HC1/02 dure 10 minutes, et les différences remarquées résident surtout dans la redistribution de la durée de l'oxydation à l'02 sec. En ce qui concerne le procédé 18/10/2/10, la plus grande partie de l'oxydation à l' $0_2$  sec (durée de 20 minutes) a lieu avant l'oxydation au HCl, tandis qu'en ce qui concerne le procédé 10/10/10, l'oxydation à l' $0_2$  sec est divisée en deux séances de 10 minutes chacune, ayant lieu juste avant et juste après l'oxydation au HCl (durée de 10 minutes). On peut constater que seul le procédé 18/10/2/10 avec 10% HC1/02, employé pour les plaquettes d'orientation <111>, a entraîné la formation d'oxydes qui visiblement n'étaient pas homogènes. Cela porte à croire que ce n'est pas seulement la durée de l'oxydation et la teneur en HCl par rapport à l'02 qui déterminent l'homogénéité de l'oxyde, mais aussi le moment de l'oxydation au HCl par rapport à l'oxydation à l'02 sec. Il est possible aussi que des particules de chlore s'infiltrent dans les oxydes en formation au cours de l'oxydation à sec après l'oxydation au HCl.

Enfin les résultats obtenus avec les deux derniers procédés portent à croire que les imperfections remarquées dans les oxydes ne sont pas dues à l'attaque de la surface Si par le chlore, puisque les oxydes non homogènes sont le résultat du procédé 18/10/2/10, lequel entraîne la formation d'un oxyde plus épais pendant l'étape à l' $0_2$  sec. On peut donc conclure que l'homogénéité des oxydes formés par traitement au HCl augmente selon la durée de la dernière période d'oxydation à sec.

## DONNÉES DE CONTRÔLE DE DOCUMENT DU CRC

1. ORIGINE:	Ministère des Communications - Centre de recherches sur les communications					
2. N° DU DOCUMENT:	Rapport du CRC n° 1298					
3. DATE:	Octobre 1976					
4. TITRE DU DOCUMENT:	La structure des oxydes de silicium dopés au HCI et leur revêtement métallique					
5. AUTEUR(s):	M. Bouchard, W.A. Hartman et R.M. Kuley					
6. MOTS-CLES: (1) <u>S</u> (2) <u>(</u> 3) <u>M</u>	emiconducteur )xydes dopés au HCl létallisation					
<ul> <li>7. DOMAINE D'APPLICATIO</li> <li>01</li> <li>02</li> <li>03</li> <li>04</li> <li>04</li> <li>05</li> <li>04</li> <li></li></ul>	PN ET GROUPE (COSATI)         9       Électronique et électricité         9 01 Composants					
une valeur maximale approximative de 4 vol % HCl/O <sub>2</sub> , à cause des effets nuisibles possibles d'une teneur en chlore plus élevée. Du point de vue quantitatif, nous avons découvert qu'une forte teneur en chlore (10 vol % HCl/O <sub>2</sub> , par exemple) entraîne la déformation de la surface de l'oxyde et que l'excès de chlore entraîne la formation de cavités dans l'oxyde même. Ce rapport décrit les pailles de l'oxyde et montre que leur nombre, leur grosseur et leur répartition dépendent de la teneur en chlore, de l'ordre des étapes de traitement, de la rapidité de refroidissement après oxydation et de l'orientation de la plaquette. Les pailles de l'oxyde entraînent également le soulèvement par endroit de la plupart des revêtements métalliques et peut entraîner le rongement de l'aluminium. Ces dangers pour la sûreté de fonctionnement peuvent être évités grâce à un choix judicieux des paramètres de traitement.						

9. CITATION:

Returned : 1 Cop from Doc/Ha/Lib. 1-11-79



BOUCHARD, M.

\*

LOWE-MARTIN No. 1137

CRC LIBRARY/BIBLIOTHEQUE CRC TK5102,5 C6731 1298



