

Badanie powstawania dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych

WPROWADZENIE

Problem powstawania defektów strukturalnych związanych z niedopasowaniem sieciowym ma istotne znaczenie praktyczne w technologii różnych warstw epitaksjalnych. W przypadku krzemowych warstw epitaksjalnych, uzyskiwanych w procesie wytwarzania przyrządów półprzewodnikowych, powstawanie defektów strukturalnych może wpływać na własności gotowych elementów i wydajność danej technologii.

Dopasowywanie się sieci krystalicznej warstwy do sieci podłoża może następować na drodze odkształceń elastycznych warstwy /deformacja znacznie grubszego podłoża jest zwykle zaniedbywalna/ i ewentualnej deformacji plastycznej. Najczęściej i obserwowaną formą deformacji plastycznej jest powstawanie dyslokacji n. dopasowania w pobliżu granicy warstwa - podłoża.

Teoria tworzenia się dyslokacji niedopasowania była rozwijana m.in. przez Franka i van der Merwe [1,2], Cabrerę [3], Jessera i Kuhlman-Wildsorda [4], Matthews [5,6] oraz Woltersdorfa [7]. Najważniejszym wnioskiem wymienionych prac jest to, że powstawanie dyslokacji niedopasowania jest energetycznie korzystne dopiero po narośnięciu pewnej tzw. krytycznej grubości warstwy epitaksjalnej. Wniosek ten potwierdziły liczne badania eksperymentalne. W przypadku dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych badania prowadzone były przez Tamurę, Suqitę i in. [8-10] oraz Blanca [11]. Wśród badań przeprowadzonych na innych materiałach warto wymienić publikację Chernsa i Stowella [12], Woltersdorfa [13] oraz Matthews i in. [13]. Podawane teoretyczne oszacowania grubości krytycznej różnią się wzajemnie. Wynika to z trudności uwzględnienia wszystkich czynników warunkujących powstawanie dyslokacji

niedopasowania. Istotne jest również założenie określonego modelu powstawania dyslokacji.

Najbardziej prawdopodobne modele powstawania dyslokacji niedopasowania zostały przedyskutowane przez Matthews'a [5]. Pierwszy z modeli Matthews'a zakłada formowanie się dyslokacji niedopasowania na bazie dyslokacji istniejących w podłożu, odtwarzanych w warstwie epitaksjalnej. Pod wpływem naprężeń, związanych z niedopasowaniem sieciowym, następuje poślizg segmentu dyslokacji znajdującego się w warstwie epitaksjalnej, połączony z wygięciem się linii dyslokacyjnej i utworzeniem się długiego odcinka dyslokacji niedopasowania. Poślizg dyslokacji musi tu następować w płaszczyźnie poślizgu nachylonej do powierzchni warstwy epitaksjalnej. Drugi model zakłada podobne rozwijanie się przez poślizg pętli dyslokacyjnej, znajdującej się w warstwie.

Należy zaznaczyć, że w obydwu modelach dyslokacje niedopasowania muszą mieć płaszczyzny poślizgu nachylone do powierzchni próbki, a więc ich wektory Burgersa nie mogą leżeć w płaszczyźnie próbki. Powstawanie dyslokacji niedopasowania o wektorach Burgersa leżących w płaszczyźnie rozdziału /korzystniejszych z punktu widzenia uwalniania naprężeń/ w warunkach ciągłego wzrostu warstwy nie jest możliwe na drodze poślizgu.

W niniejszej pracy próbowano uzyskać eksperymentalne dowody powstawania dyslokacji niedopasowania w epitaksjalnych warstwach krzemowych zgodnie z modelami Matthews'a.

Starano się również oszacować eksperymentalnie próg generacji dyslokacji niedopasowania, badając warstwy epitaksjalne o dużej koncentracji domieszki borowej /tworzące złącze epitaksjalne p⁺p/. Praca stanowi kontynuację wcześniejszych prac, prowadzonych w Pracowni Rentgenowskiej Z-1, w CNPME /14,15/. Zastosowano tu precyzyjny rentgenowski spektrometr dwukrystaliczny do bezpośredniej kontroli aktualnej wielkości niedopasowania sieciowego.

PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Próbki z odpowiednimi warstwami epitaksjalnymi przygotowano w Zakładzie Epitaksji CNPME. Jako materiał podłożowy zastosowano bezdyslokacyjny monokryształ krzemu, domieszkowany borem, o oporności $0,007 \Omega \text{ cm}$ /koncentracja boru $2 \times 10^{19} \text{ at./cm}^3$ /, otrzymany w Zakładzie Materiałów Półprzewodnikowych CNPME. Kryształ był wyciągany w kierunku /111/. Płytki podłożowe były polerowane z obydwu stron, przy użyciu metody mechaniczno-chemicznej i miały grubość około 350 μm . Warstwy epitaksjalne otrzymywano z fazy gazowej metodą redukcji SiCl_4 wodorem, w temperaturze 1180°C, z szybkością osadzania około 1 $\mu\text{m/min}$.

Aby ustalić zmiany obrazu struktury dyslokacyjnej w funkcji grubości warstwy i eksperymentalnie ustalić próg generacji dyslokacji niedopasowania, wykonano w sumie 6 procesów, w wyniku których otrzymano warstwy o różnych grubościach. Starano się zachować zmiany grubości warstw między poszczególnymi procesami o wielkości 5 μm .

We wszystkich procesach starano się zachować zbliżony poziom domieszkowania warstwy, odpowiadający koncentracji boru około $2,6 \times 10^{19} / \text{cm}^3$. Jak wykazały badania krzywych odbicia, uzyskano rozrzut domieszkowania $2,43 - 2,72 \cdot 10^{19} \text{ at.} / \text{cm}^3$.

METODYKA BADAŃ

W pracy zastosowano metody badań oparte o dyfrakcję promieni rentgenowskich, a mianowicie:

1. Metodę topografii transmisyjnej Langa z kontrastem ekstynkcyjnym.
2. Metodę topografii odbiciowej z kontrastem ekstynkcyjnym /modyfikacja metody Berga-Barreta/.
3. Pomiary krzywych podwójnego odbicia na rentgenowskim spektrometrze dwukrystalicznym.

Szczegóły dotyczące stosowanych układów eksperymentalnych można znaleźć w pozycji [15]. Topografia transmisyjna Langa była stosowana jako podstawowe narzędzie ujawniania dyslokacji w badanych warstwach epitaksjalnych. Jak wynika z istniejących publikacji, jest to metoda w tym zakresie najszerszej stosowana. Nie udało się jednak przy jej pomocy wyznaczyć wektora Burgersa dyslokacji niedopasowania. Wystąpiły bowiem silne anomalie kontrastu na tych dyslokacjach w różnych refleksach.

Zastosowanie topografii odbiciowej z kontrastem ekstynkcyjnym miało charakter uzupełniający. Metoda ta pozwala na lokalizację dyslokacji w warstwie przypowierzchniowej o grubości 30-90 μm , po określonej stronie próbki. W wielu przypadkach umożliwia również lokalizację ujęć dyslokacji niedopasowania na powierzchni. Topografia odbiciowa z kontrastem ekstynkcyjnym istotnie pomagała przy ustaleniu wektorów Burgersa dyslokacji niedopasowania, gdyż nietypowości kontrastu były tu znacznie mniejsze niż w przypadku topografii transmisyjnej Langa. Uzyskanie topogramów nadających się do reprodukcji jest w przypadku tej metody bardzo trudne ze względu na słabe kontrasty.

Pomiary krzywych podwójnego odbicia umożliwiły bezpośrednią ocenę wielkości niedopasowania sieciowego podłoża i warstwy epitaksjalnej. Ponadto w pewnym stopniu możliwa była przy ich pomocy ocena grubości warstwy i stopnia rozmycia profilu złącza.

INTERPRETACJA KRZYWYCH PODWÓJNEGO ODBICIA

Ocena wielkości niedopasowania sieciowego jest możliwa, gdy krzywe podwójnego odbicia wykazują dwa maksima. Do pomiarów najwygodniej jest stosować układ, w którym na badanym kryształcie ustawione jest odbiciometryczne możliwie wysokiego rzędu. W naszym przypadku zapewniały to stosowane układy spektrometru 333^S , -333^S i 511^V , -333^S /oznaczenia według Renningera [167].

W przypadku zastosowania na badanym kryształcie z warstwą epitaksjalną odbicia symetrycznego odstęp maksimów związany jest tylko z różnicą odstępów międzypłaszczyznowych w podłożu i w warstwie. Do wyznaczenia niedopasowania f_m stosowana jest na ogół prosta interpretacja odstępów maksimów krzywej podwójnego odbicia $\Delta\theta$ [177]:

$$\Delta\theta = \frac{d_{p\perp} - d_{w\perp} \cdot \text{tg } \theta_B}{d_{p\perp}} \cdot f_m \cdot \text{tg } \theta_B \quad /1/$$

gdzie: $d_{p\perp}$ - odległość międzypłaszczyznowa w podłożu /prostopadle do powierzchni/,

$d_{w\perp}$ - odległości międzypłaszczyznowe w warstwie, w aktualnym stanie anaprężenia

θ_B - kąt Bragga.

Przejsięcie do interesującego nas niedopasowania rzeczywistego, tzn. względnej różnicy stałych sieci w przypadku stanu nienaprężonego /ozn. f_{rz} / jest możliwe na podstawie wzoru [187]:

$$f_{rz} = f_m \frac{1 - \nu}{1 + \nu} \quad /2/$$

gdzie ν jest współczynnikiem Poissona równym według [137] - 0,215. Ostatecznie więc:

$$f_{rz} = 0,65 f_m$$

Wzór /2/ oparty jest na założeniu, że ośrodek jest izotropowy oraz że obecność dyslokacji niedopasowania w niewielkim stopniu usuwa naprężenie elastyczne.

Przy zanedbywalnym udziale deformacji płaszczyznej dopasowanie cienkiej warstwy do podłoża następuje w wyniku elastycznego rozciągnięcia lub ściśnięcia sieci warstwy w płaszczyźnie próbki. Odległości sieciowe w tej płaszczyźnie będą takie same w warstwie, jak i w podłożu.

Deformacja elastyczna sieci podłoża jest mniejsza od deformacji sieci warstwy w takim stosunku, jak mają się do siebie ich grubości [17]. Z punktu widzenia oceny niedopasowania deformacja podłoża była zanedbywalna /w najgorszym wypadku 10-krotnie mniejsza od deformacji warstwy/.

Potwierdzenie eksperymentalne przedstawionych wyżej stwierdzeń zawierają m.in. prace Kishino [19] i prowadzone w naszej pracowni [20-21].

Obecność dyslokacji niedopasowania można uwzględnić przy obliczaniu f_{rz} na podstawie następującego przybliżonego wzoru [20]:

$$f_{rz} = \frac{f_m / (1 - \nu) + \frac{t + B_t}{t} - 1}{1 + \nu} \cdot 2\nu \quad /2a/$$

- gdzie: B_t - składowa wektora Burgersa, efektywnie uwalniająca naprężenia /tzn. prostopadła do kierunku linii dyslokacyjnej w płaszczyźnie próbki/ - dla identyfikowanych najczęściej dyslokacji 60° , z wektorem Burgersa nachylonym do powierzchni pod kątem $54,74^\circ$, $B_t = 1.109\text{\AA}$,
 t - średnia odległość między dyslokacjami,
 k - współczynnik uwzględniający występowanie kilku kierunków linii dyslokacyjnych - w niniejszym przypadku dla warstw w płaszczyźnie /111/ $k=1,5$ [20].

Jak można łatwo oszacować ze wzoru /2a/, nawet dla największych obserwowanych koncentracji dyslokacji, gdzie $t=40$ um, błąd wynikający z zastosowania wzoru /2/ nie przekracza 10%.

Fukuhara i Takano [22,23] wykazali na przykładzie złączeń dyfuzyjnych, że w przypadku rozmycia profilu złącza korzystanie z prostej interpretacji odstępów maksimum krzywej odbicia, wyrażonego wzorem /1/, prowadzi do zaniżenia wielkości f_m i f_{rz} . Właściwe wartości tych parametrów znajdowano przez dopasowywanie krzywych teoretycznych, uzyskiwanych numerycznie.

W aktualnym przypadku można było spodziewać się, że efekt zaniżenia wyznaczonych wartości f_m i f_{rz} będzie nieznaczny. Potwierdzenie tego przypuszczenia uzyskano na drodze numerycznych obliczeń krzywych odbić, analogicznie jak w pracach [22,23].

Przeprowadzone rachunki zakładają jednowymiarowy charakter zmian stałej sieci - tylko w kierunku prostopadłym do warstwy epitaksjalnej.

Krzywe odbicia uzyskuje się na drodze numerycznego całkowania następującego równania na lokalny współczynnik odbicia X , uzyskanego z układu równań Takagi

$$\frac{dX}{dz} = \frac{i\pi}{\lambda} \left[\frac{\chi_h}{\sin(\theta_B - \psi)} x^2 + \frac{1}{\sin(\theta_B + \psi)} + \frac{1}{\sin(\theta_B - \psi)} \right] X + \alpha / \Delta\theta, z / x + \frac{\chi_h}{\sin(\theta_B + \psi)} \quad /3/$$

z warunkiem początkowym $X=0$ na dolnej powierzchni kryształu. W równaniu

3 oznaczono odpowiednio: χ_{\perp} , χ_h , χ_{\parallel} - współczynniki Fourierowskiego rozwinięcia polaryzowalności elektrycznej;

λ - długość fali promieniowania rentgenowskiego,

z - współrzędną prostopadłą do powierzchni próbki,

φ - nachylenie płaszczyzn odbijających do powierzchni.

Funkcja $\alpha/\Delta\theta, z/$ uwzględnia zmianę kąta padania $\Delta\theta$ i profil zmian stałej sieci w funkcji współrzędnej z , $\frac{z}{d} / z/$:

$$\alpha/\Delta\theta, z/ = -2\sin 2\theta_B \Delta\theta - \frac{\Delta d}{d} / z/ \left(\cos \varphi \operatorname{tg} \theta_B + \frac{1}{2} \sin 2\varphi \right) \sin 2\theta_B \quad /4/$$

Zakładano tu $\frac{z}{d} / z/$ w postaci podawanej przez Runyana [25]:

$$\frac{\Delta d}{d} / z/ = f_m \left(\exp / - \frac{z}{d_w w_r} \cdot \operatorname{erfc} / / \frac{z}{d_w} + 1 / / z w_r / + \operatorname{erfc} / / \frac{z}{d_w} - 1 / / 2 w_r / \right) / 5/$$

gdzie d_w - grubość warstwy.

Rozmycie profilu złącza określone jest przez występujący we wzorze /5/ parametr w_r

$$w_r = \sqrt{\frac{D}{v_w w}} \quad /6/$$

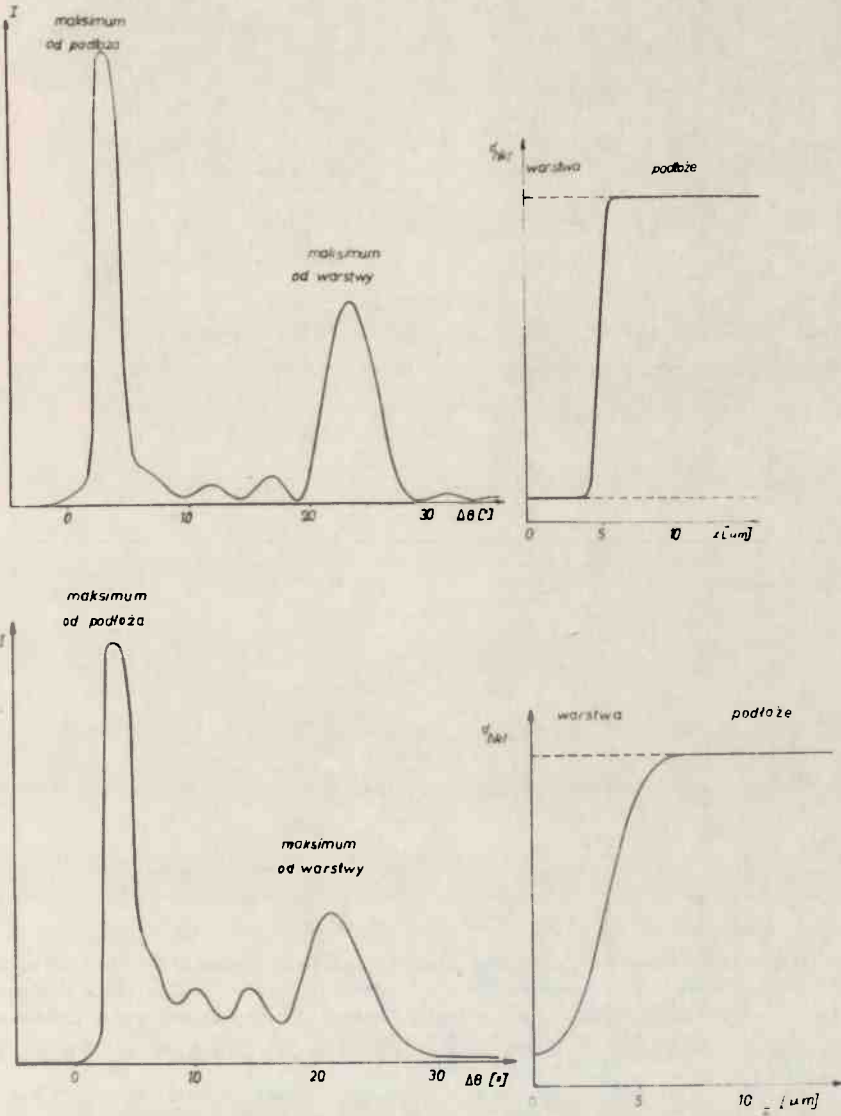
gdzie D jest stałą dyfuzji, a v_w - prędkością narastania warstwy epitaksjalnej.

Numeryczne całkowanie równania 3 przeprowadzono metodą typu Runge'go Kutty czwartego rzędu [24], przyjmując całkowitą grubość kryształu równą 400 μm .

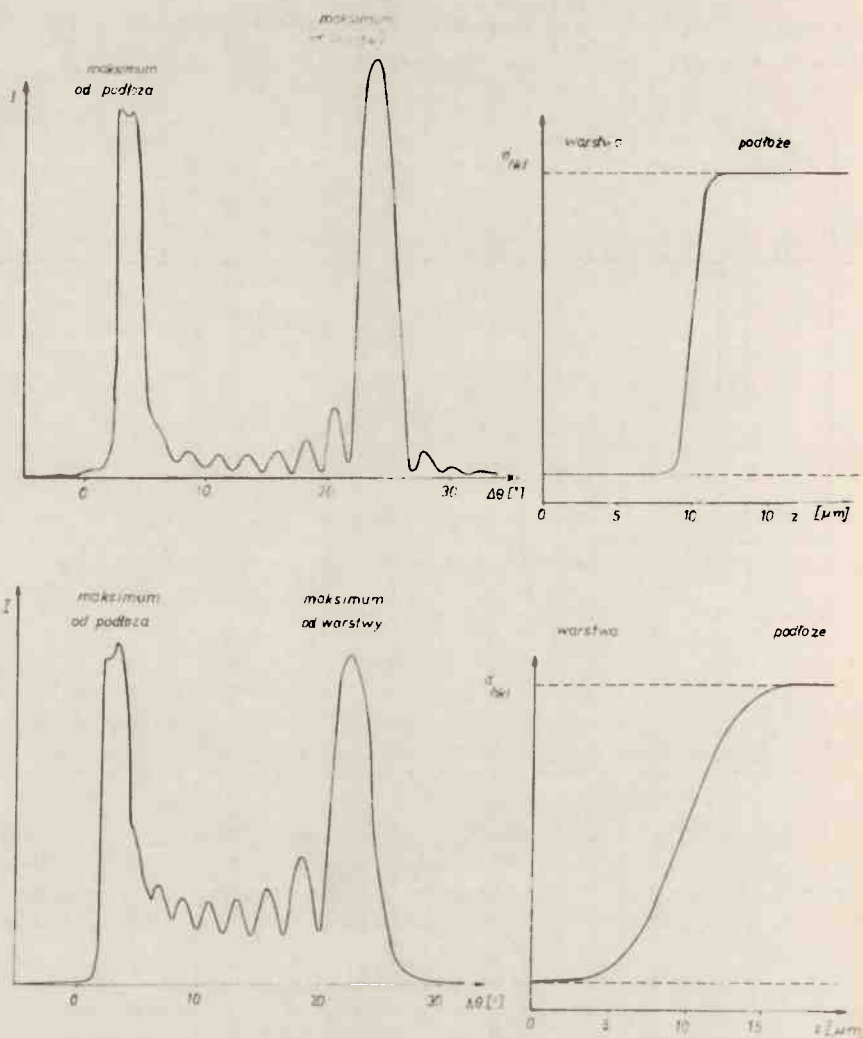
Krzywe teoretyczne obliczone zostały dla grubości warstw 5 i 10 μm dla wartości parametrów w_r odpowiadających parametrom procesu oraz wartościom pięciokrotnie większym. Wartości w_r odpowiadające parametrom procesu wynoszą odpowiednio 0,058 dla grubości warstwy 5 μm i 0,041 dla grubości warstwy 10 μm . Efekt zmniejszenia się odstępów między maksimami krzywej jest przy wartościach w_r odpowiadających warunkom procesu niezauważalny dla obydwu grubości warstw /mniejszy niż 0,25"/. Jest on również niezauważalny przy w_r pięciokrotnie większym i grubości warstwy 10 μm . Dla pięciokrotnie większego niż dla warunków procesu w_r i grubości warstwy 5 μm obserwuje się zmniejszenie odstępów maksimów o około 2".

Krzywe teoretyczne odbić i odpowiadające im profile złącz epitaksjalnych przedstawione zostały na rysunku 1. Należy zaznaczyć, że są to krzywe wyrażające natężenie odbitego promieniowania w funkcji kąta padania dla idealnie płaskiej i monochromatycznej fali padającej. Krzywe wyznaczone doświadczalnie są natomiast krzywymi podwójnego odbicia, a więc splotami krzywych odbicia dwóch kryształów. Przy stosowanym w naszym przypadku układzie Renningera z asymetrycznym odbiciem na pierw-

szym kryształy uzyskuje się jednak duże zbliżenie krzywych podwójnego odbicia do krzywej odbicia badanego kryształu [167].



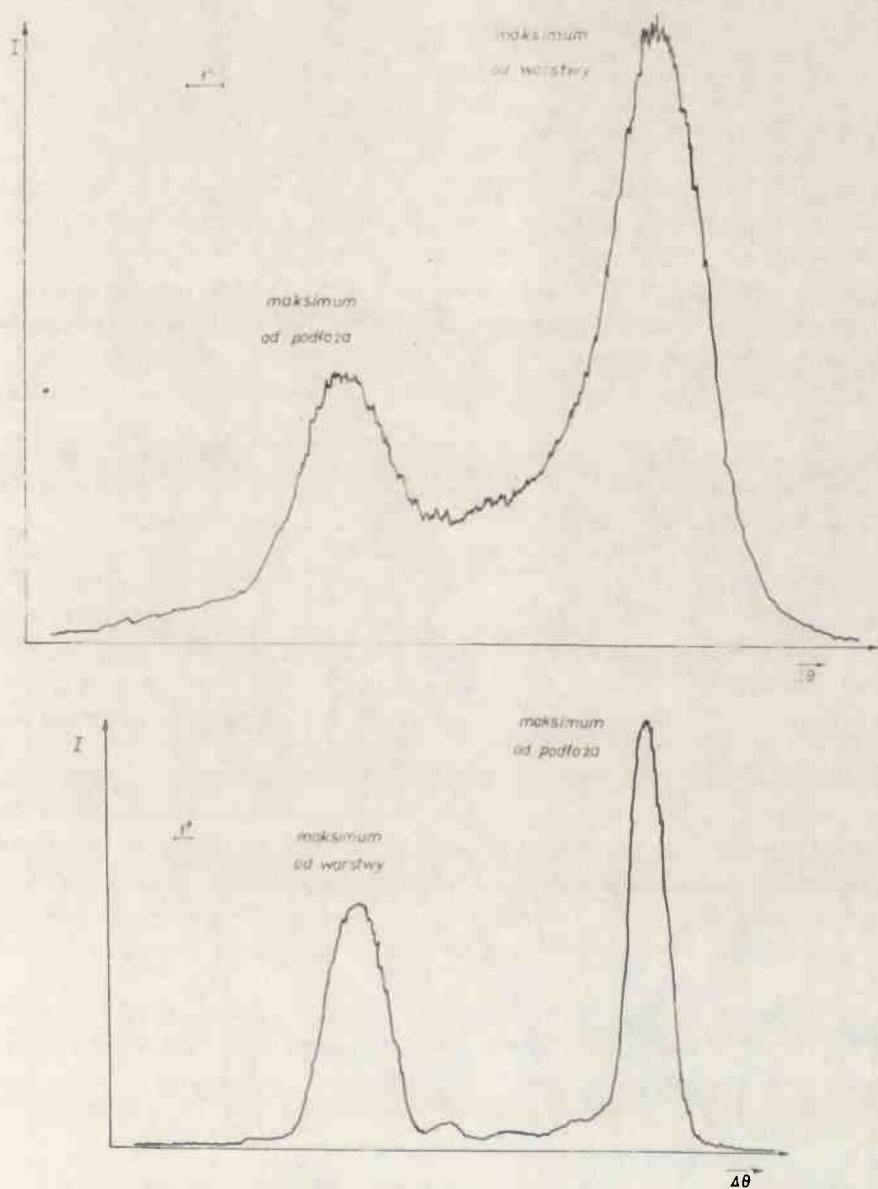
Rys. 1. Teoretyczne krzywe odbić /natężenia odbitego promieniowania I w funkcji kąta padania Θ / liczone numerycznie z równań Takagi i odpowiadające im profile złęzc /zmiany odległości międzypłaszczyznowych d_{hkl} w funkcji odległości od powierzchni wgtqb próbki - z/
 a. $d_w = 5 \mu\text{m}$, $w_r = 0,058$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$; b. $d_w = 5 \mu\text{m}$, $w_r = 0,29$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$
 c. $d_w = 10 \mu\text{m}$, $w_r = 0,041$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$; d. $d_w = 10 \mu\text{m}$, $w_r = 0,205$, $f_{rz} = 0,4 \times 10^{-4}$



Rys. 1. Teoretyczne krzywe odbić /natężenia odbitego promieniowania I w funkcji kąta padania θ / liczone numerycznie z równań Takagi i odpowiadające im profile złęcz /zmiany odległości międzypłaszczyznowych $d_{1,1}$, w funkcji odległości od powierzchni włąb próbki - z /
 a. $d_w = 5 \mu\text{m}$, $w_r = 0,058$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$; b. $d_w = 5 \mu\text{m}$, $w_r = 0,29$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$
 c. $d_w = 10 \mu\text{m}$, $w_r = 0,041$, $f_{rz} = 0,5 \times 10^{-4}$; d. $d_w = 10 \mu\text{m}$, $w_r = 0,205$, $f_{rz} = 0,4 \times 10^{-4}$

Zarówno na krzywych teoretycznych, jak i na krzywych doświadczalnych, mierzonych na próbkach mało wygiętych, są widoczne dodatkowe maksima interferencyjne po obydwu stronach maksimum od warstwy. Dodatkowe maksima na krzywych doświadczalnych są znacznie słabiej widoczne wskutek skończonej rozbieżności padającej wiązki, wygięcia, lokalnych deforma-

cji, czy obecności dyslokacji niedopasowania. Przykłady krzywych doświadczalnych pokazano na rysunku 2.



Rys. 2. Przykłady eksperymentalnych krzywych podwójnego odbicia: a/ typowa krzywa uzyskiwana w próbce wygiętej $d_w=15 \mu\text{m}$; b/ krzywa uzyskana na próbce o małym wygięciu /promień krzywizny 100 m/, wskazująca dodatkowe maksima interferencyjne, $d_w=5 \mu\text{m}$ - próbka z silnie domieszkowanym podłożem

Charakterystyczną cechą zmian krzywych teoretycznych odbić wraz z rozmyciem profilu złącza epitaksjalnego jest m.in. wzrost poziomu tła w obszarze między maksimami i osłabienie maksimów interferencyjnych po stronie zewnętrznej maksimum warstwy.

DYSKUSJA WYNIKÓW

Podstawowe dane próbek, na których badano powstawanie dyslokacji niedopasowania w funkcji grubości warstwy zebrano w tabelicy 1. Tablica ta przedstawia:

- 1/ grubość warstwy określaną na podstawie trójkątów błędów ułożenia, mierzonych na próbce kontrolnej dołączonej do każdego z przeprowadzonych procesów,

Tablica 1

Grubość warstwy μm	Oporność warstwy $\text{m}\Omega\text{cm}$	$f_{\sigma} = \beta / N_w - N_p /$	$f_m = \frac{\lambda^2}{\Delta d_{w1}} + \frac{pw}{\Delta d_{w1}}$	$f_{rz} = \frac{\Delta d_{pw1}}{\Delta d_{w1}}$	σ /dyna/cm ² /
28	4,5	$3,9 \times 10^{-5}$	$0,714 \times 10^{-4}$	$0,46 \times 10^{-4}$	$0,912 \times 10^8$
24	4,5	$3,9 \times 10^{-5}$	$0,65 \times 10^{-4}$	$0,42 \times 10^{-4}$	$0,831 \times 10^8$
20	4,43	$4,2 \times 10^{-5}$	$0,65 \times 10^{-4}$	$0,42 \times 10^{-4}$	$0,831 \times 10^8$
15	4,5	$3,9 \times 10^{-5}$	$0,7 \times 10^{-4}$	$0,46 \times 10^{-4}$	$0,912 \times 10^8$
9,7	4,8	$3,1 \times 10^{-5}$	$0,57 \times 10^{-4}$	$0,36 \times 10^{-4}$	$0,713 \times 10^8$
4,8	4,8	$3,1 \times 10^{-5}$	$0,59 \times 10^{-4}$	$0,38 \times 10^{-4}$	$0,753 \times 10^8$

- 2/ oporność warstwy, mierzona metodą czterosondową na próbce kontrolnej,
- 3/ niedopasowanie sieci f_{σ} obliczone na podstawie koncentracji domieszki, wyznaczanych z pomiarów elektrycznych. Korzystano przy tym z następującego wzoru:

$$f_{\sigma} = \beta / N_w - N_p /, \quad /7/$$

gdzie N_w i N_p koncentracje domieszki w warstwie i w podłożu /wyznaczone na podstawie mierzonych oporności z wykresów standardowych/. Współczynnik β - dla domieszki boru - przyjęto według Nishizawy [17] równy $3,83 \times 10^{-24}$

- 4/ współczynnik f_m - według wzoru /1/, określony na podstawie bezpośredniego pomiaru na spektrometrze dwukrystalicznym,
- 5/ współczynnik niedopasowania f_{rz} , wyznaczony na podstawie wzorów /2/ i /2a/
- 6/ naprężenie elastyczne normalne, liczone według wzoru:

$$\sigma = \frac{E}{1-\nu} \epsilon_{rz}, \quad /8/$$

gdzie E - moduł Younga, równy dla Si: $1,560 \times 10^{12}$ dyna/cm².

Porównując zamieszczone wartości współczynnika niedopasowania, wyznaczone na podstawie pomiarów elektrycznych i krzywych podwójnego odbicia, widać, że wyniki nie są zupełnie zgodne. Niewątpliwie bardziej wiarygodne są tu wyniki pomiarów spektrometrycznych jako znacznie bardziej bezpośrednie. Znajomość parametru niedopasowania jest szczególnie istotna dla eksperymentalnego sprawdzania oszacowań grubości krytycznej.

Obydwa modele Matthews'a prowadzą do jednakowej zależności, wiążącej grubość krytyczną h_c ze współczynnikiem niedopasowania f_{rz} :

$$h_c = \frac{b}{8\pi} \frac{1 - \nu \cos^2 \alpha}{f_{rz} / (1 - \nu) \cos \lambda} \ln \left/ \frac{h_c}{b} \right/ , \quad /9/$$

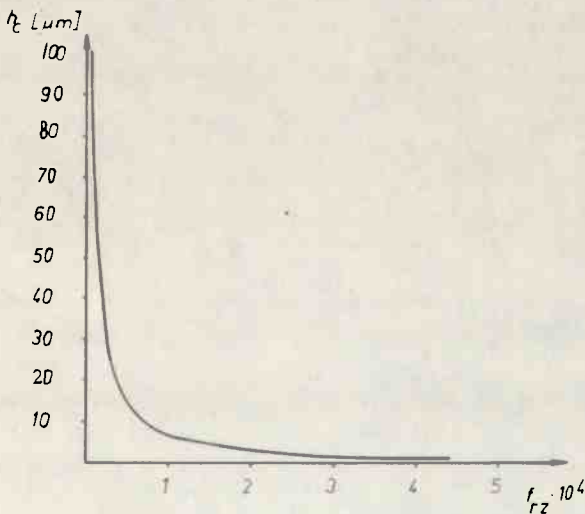
gdzie: b - długość wektora Burgersa /3,84Å/,

ν - współczynnik Poissona,

α - kąt między wektorem Burgersa a linią dyslokacji,

λ - kąt między kierunkiem wektora Burgersa a kierunkiem prostopadłym do linii, leżącym w płaszczyźnie rozdziału.

Zależność grubości krytycznej h_c od współczynnika niedopasowania f_{rz} obliczoną na podstawie wzoru 9, przedstawiono na rys. 3. Założono przy



Rys. 3. Zależność grubości krytycznej od wielkości niedopasowania sieciowego wg Matthews'a

tym, tak jak poprzednio, dyslokację 60° z wektorem Burgersa nachylonym do powierzchni pod kątem $54,74^\circ$.

Powstające na próbkach niedopasowanie sieciowe było tak dobrane, aby liczone na podstawie zależności /9/ wartości h_c były rzędu $10 \div 12 \mu\text{m}$. Umożliwiło to łatwe uzyskanie warstw o grubościach mniejszych od tej wartości. Grubości warstw zawierały się w przedziale $5 \div 28 \mu\text{m}$, z zachowaniem odstępu około $4 \div 5 \mu\text{m}$ pomiędzy poszczególnymi procesami. W każdym z procesów uzyskiwano z reguły cztery próbki, co pozwalało na uniknięcie przypadkowości wyników.

Przed wykonaniem topogramów transmisyjnych metodą Langa z próbek strawiono warstwę epitaksjalną osadzającą się z drugiej strony próbki, w sposób niekontrolowany, z polikrystalicznego krzemu, na którym próbki były położone w reaktorze. W warstwie tej występowały z reguły duże koncentracje dyslokacji niedopasowania.

Przykłady uzyskanych topogramów transmisyjnych z warstw o różnych grubościach pokazano na rysunkach 4-5. Pojawienie się dyslokacji niedopasowania można w sposób wyraźny zaobserwować dopiero na próbkach o grubości warstwy $20 \mu\text{m}$, a więc po znacznym przekroczeniu grubości krytycznej. Przy tej grubości dyslokacje niedopasowania związane są najczęściej z pasmami poślizgowymi i z uszkodzeniami powierzchni przy brzegach próbek.

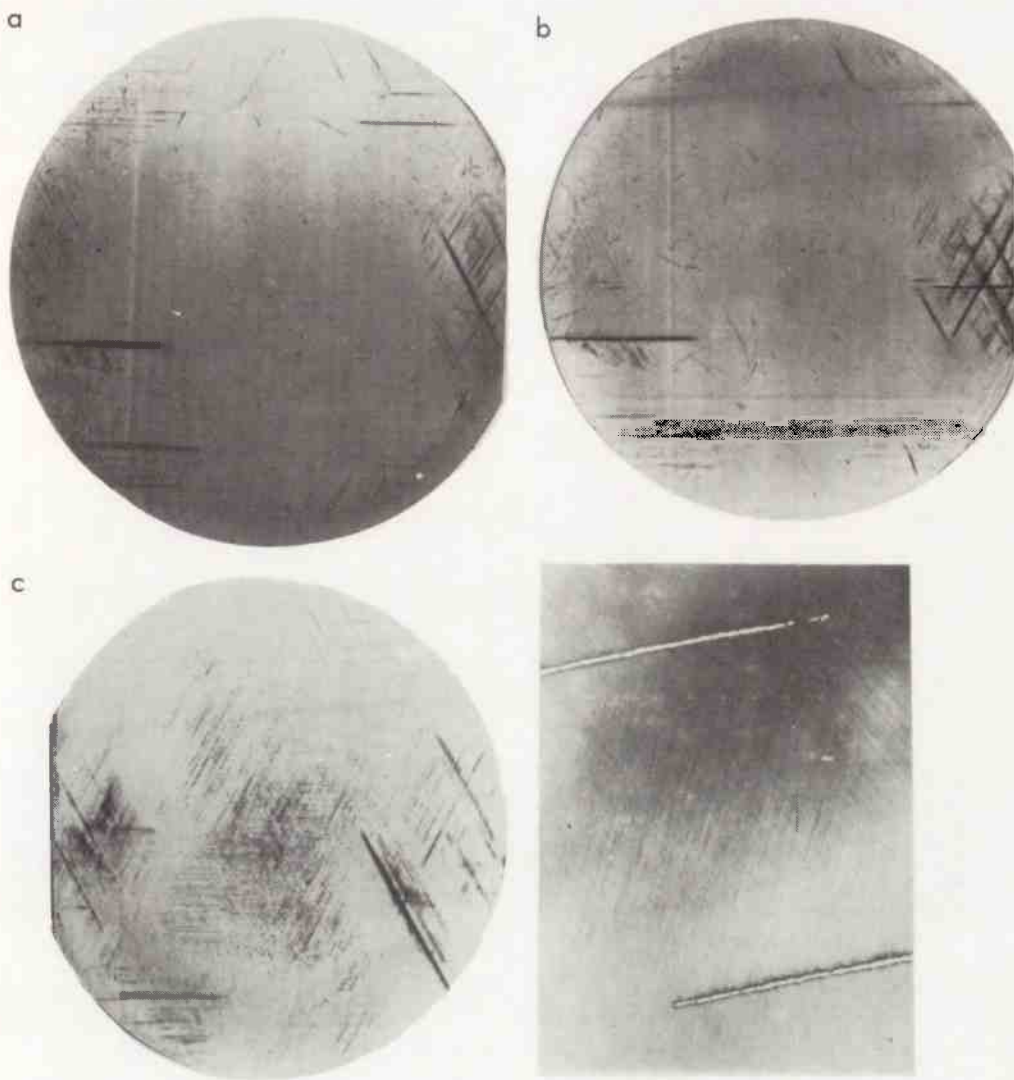
Z dalszym wzrostem grubości obserwuje się wzrost gęstości dyslokacji niedopasowania. Na próbkach z warstwami $28 \mu\text{m}$ obserwuje się duże gęstości dyslokacji niedopasowania, nie związanych z pasmami poślizgu i uszkodzeniami brzegów, w środkowych obszarach próbek. Gęstości dyslokacji na poszczególnych próbkach z tego samego procesu różnią się jednak dość znacznie.

Na części próbek wykonano dodatkowo topogramy odbiciowe obydwu stron próbek. Miało to na celu m.in.:

- 1/ potwierdzenie, że obserwowane na topogramach transmisyjnych dyslokacje niedopasowania są związane z właściwą warstwą, a nie z przypadkową epitaksją na drugiej stronie próbek,
- 2/ zlokalizowanie ewentualnych ujść dyslokacji niedopasowania na powierzchni, z drugiej strony próbek i do pewnego stopnia na powierzchni warstwy.

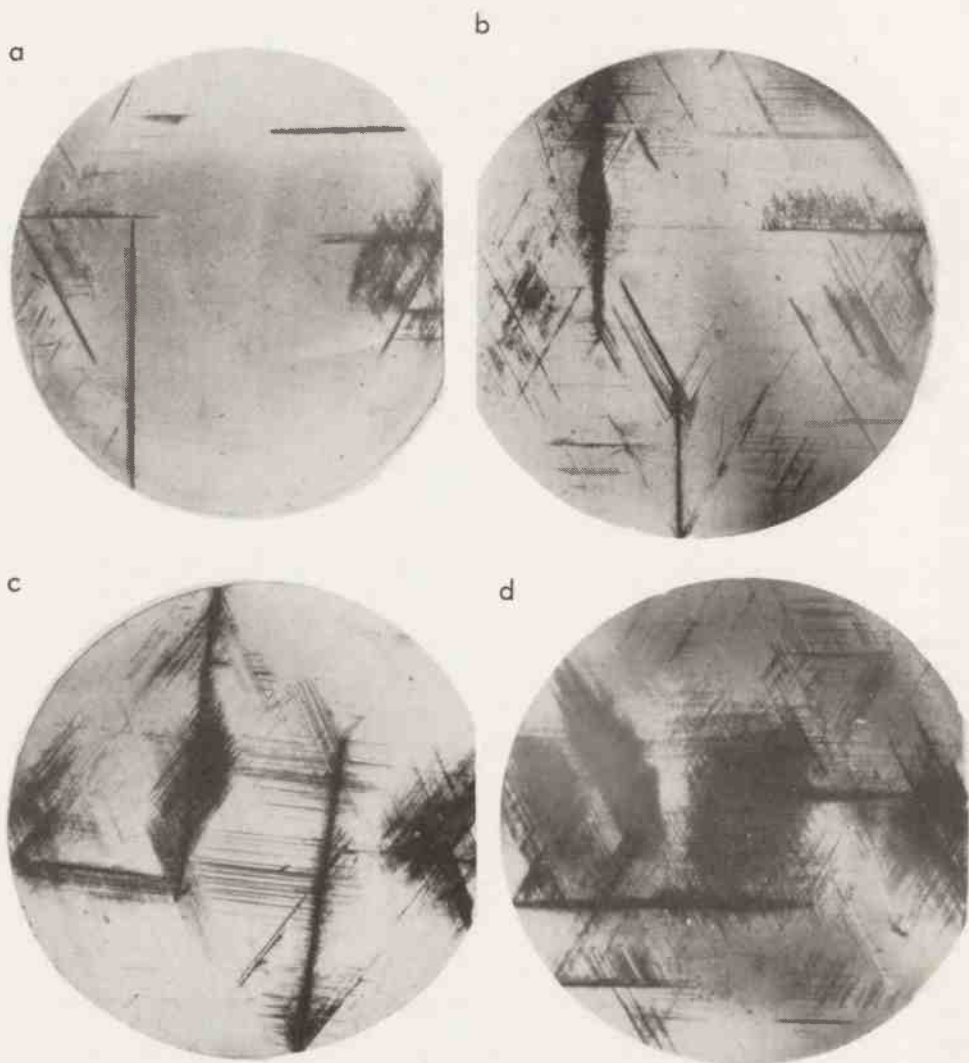
Próby lokalizacji ujść na powierzchni warstwy wykonywano przy zastosowaniu refleksów 511 i 531, które ze względu na mały kąt wejścia rzędu 8° posiadają najmniejsze głębokości wnikania, a jednocześnie wystarczającą czułość dla ujawniania dyslokacji [27].

Stwierdzono, że większość dyslokacji niedopasowania w najgrubszych warstwach epitaksjalnych nie ma zakończeń na powierzchni od strony pod-



Rys. 4. Topogramy transmisyjne Langa warstw
epitaksjalnych p-p o różnych grubościach
a - $d_w = 28 \mu\text{m}$. b - $d_w = 20 \mu\text{m}$,
c - $d_w = 9,7 \mu\text{m}$

Rys. 6. Topogram odbiciowy warstwy
epitaksjalnej o $d_w = 20 \mu\text{m}$;
refleks 620



Rys. 5. Topogramy transmisyjne Langa warstw epitaksjalnych p⁺p, przedstawionych na rys. 4, po zarysowaniu i 2-godzinym wygrzewaniu w temperaturze 1200°C
 a - $d_w = 28 \mu\text{m}$, b - $d_w = 20 \mu\text{m}$, c - $d_w = 15 \mu\text{m}$, d - $d_w = 9,7 \mu\text{m}$

łoża. Nie mogą one powstawać zgodnie z pierwszym modelem Matthews'a, a ewentualnie z drugim.

Pierwszy z modeli Matthews'a z dużym prawdopodobieństwem może być spełniony w przypadku dyslokacji związanych z pasmami poślizgu. Proponowany przez Matthews'a poślizgowy mechanizm rozwijania się dyslokacji niedopasowania potwierdzają omawiane dalej badania wektorów Burgersa i regularny prostoliniowy przebieg linii dyslokacyjnych.

Obydwa proponowane przez Matthews'a modele zakładają formowanie się dyslokacji niedopasowania z dyslokacji /ewentualnie pólpełni dyslokacji/ o płaszczyźnie poślizgu nachylonej do powierzchni warstwy znajdującej się wstępnie w obszarze warstwy. Powstawanie takich dyslokacji nie jest automatycznym rezultatem przekroczenia warunków krytycznych, lecz - jak można przypuszczać - wynikiem pewnych zakłóceń procesu epitaksji. W szczególności można tu wymienić różne zanieczyszczenia warstwy, wytrącenia, wady obróbki lub uszkodzenia powierzchni i obrzeża kryształu. Tym właśnie należy tłumaczyć brak dyslokacji niedopasowania lub bardzo znikomą z punktu widzenia uwalniania naprężeń ich ilość po znacznym przekroczeniu grubości krytycznej.

Pctwierdzenie tych wyników uzyskano po przeprowadzeniu eksperymentów, polegających na silnym zarysowaniu, a następnie dwugodzinnym wygrzewaniu próbek w temperaturze 1200°C /tzn. zbliżonej do temperatury wzrostu warstwy/. Zarysowanie powierzchni powoduje powstanie lokalnej deformacji plastycznej w pobliżu powierzchni, z którą związana jest obecność dyslokacji.

Zarysowanie wykonano w kierunkach krystalograficznych /110/ i /112/, tzn. odpowiednio w kierunku przecięcia płaszczyzny poślizgu z powierzchnią próbki i prostopadle do tego kierunku.

Wygrzewanie w wysokiej temperaturze pozwoliło na uzyskanie dostatecznej ruchliwości dyslokacji, która w strukturze diamentu silnie maleje ze spadkiem temperatury w związku z dużymi barierami Peierlsa [4].

Po zarysowaniu i wygrzewaniu, na próbkach o odpowiednio grubych warstwach obserwowano pojawienie się nowych dyslokacji niedopasowania. W przeważającej części dyslokacje niedopasowania były związane z rysami, chociaż obserwowano pojawienie się nowych dyslokacji niedopasowania nie związanych z rysami. Zdecydowanie więcej dyslokacji związanych z rysami obserwowano przy zarysowaniu w kierunku /112/. Ilustruje to rysunek 5, przedstawiający topogramy próbek z warstwami 15 μm i 20 μm , przed i po wspomnianym eksperymencie.

Moment powstawania dyslokacji niedopasowania po zarysowaniu i wygrzewaniu jest zgodny z oszacowaniem podanym przez Matthews'a $/h_c = 13,5 \mu\text{m}/$ Na badanej serii próbek, poddanych zarysowaniu i wygrzaniu, dyslokacje

pojawiły się przy grubościach warstw od 15 μm wzwyż, nie obserwowano ich natomiast na próbkach z warstwami 10 μm i mniejszymi. W wyniku zastosowania samego procesu wygrzewania, bez uprzedniego zarysowania, powstawanie nowych dyslokacji dla warstw o grubościach poniżej 20 μm praktycznie nie zostało zaobserwowane

BADANIA TYPU DYSŁOKACJI NIEDOPASOWANIA

W aktualnym przypadku identyfikacja typu dyslokacji niedopasowania okazała się znacznie utrudniona. Zastosowanie analizy wygaszeń w metodzie transmisyjnej nie dało zadowalających wyników. Obserwowane zmiany kontrastu w funkcji różnych refleksów transmisyjnych zupełnie nie odpowiadały zmianom wartości $\cos \bar{g} \cdot \bar{b}$ /gdzie \bar{g} wektor dyfrakcji/ dla wszystkich wektorów Burgersa. Występowało ponadto odwracanie się kontrastu przy niektórych położeniach linii dyslokacyjnych w refleksach asymetrycznych.

Próby przeprowadzono w refleksach typu 220, 422 i 111, tzn. w 9 różnych refleksach, na kilku wybranych próbkach.

Trudności przy identyfikacji kierunku wektora Burgersa były w dużym stopniu analogiczne do napotkanych przy prowadzonych wcześniej w Pracowni Rentgenografii badaniach dyslokacji niedopasowania w złączach epitaksjalnych pp^+ [14]. W warstwach tych występował odwrotny układ niedopasowania przy podobnej wielkości współczynnika niedopasowania.

Nietypowe zmiany kontrastu na dyslokacjach niedopasowania w topografii transmisyjnej Langa, jak można przypuszczać, wynikają z następujących przyczyn:

- 1/ blikryształy, jakimi są typowe złącza epitaksjalne, mają dla większości refleksów /zarówno transmisyjnych, jak i odbiciowych/ podwójne maksimum odbicia, co powoduje znaczny /do około 1,8 - 1,9 raza/ wzrost tła topogramów uzyskiwanych w słabo skolimowanej wiązce. Pojedyncze maksima występują jedynie dla symetrycznych refleksów transmisyjnych,
- 2/ jak to wykazały między innymi badania prowadzone w naszej Pracowni na rentgenowskim spektrometrze dwukrystalicznym [26] a więc przy pomocy metody znacznie czulszej, ponadto pozwalającej na bezpośrednią ocenę charakteru deformacji wokół dyslokacji niedopasowania, występuje dalekozasięgowe wygięcie płaszczyzn sieciowych wokół linii dyslokacyjnej. Wygięcie to jest najprawdopodobniej związane z oddziaływaniem dyslokacji niedopasowania z powierzchnią [28]. W pierwszym przybliżeniu odwracanie się kontrastu lub anomalnie silny kontrast tłumaczyć można związanymi z wygięciem lokalnymi przesunięciami maksimum odbicia podło-

za i warstwy. Zmiany wzajemnego pokrywania się maksimów powodują zmiany wielkości intensywności lokalnie odbijającego się promieniowania, obok występującego kontrastu ekstynkcyjnego, związanego z gradientem deformacji. Odwracanie się kontrastu następuje przy nasuwaniu się na siebie maksimów odbić podłoża i warstwy.

Charakterystyczną cechą kontrastu związanego z dodatkowym wygięciem płaszczyzn sieciowych w pobliżu dyslokacji niedopasowania jest znaczne jego osłabienie, gdy dyslokacja biegnie równoległe do płaszczyzn dyfrakcji.

W metodzie odbiciowej z kontrastem ekstynkcyjnym anomalie kontrastu były nieznaczne, choć nieco większe niż w epitaksji p⁺p o odwrotnym niedopasowaniu.

Na bardziej typowe zmiany kontrastu wpływa tu znacznie mniejsza czułość metody. Kontrast powstaje w obszarze bliższym rdzenia dyslokacji, gdzie pole deformacji jest bardziej zbliżone do pola deformacji dyslokacji w monokryształach. W refleksach odbiciowych ponadto odległości kątowe maksimów odbić podłoża i warstwy są większe niż w typowych refleksach transmisyjnych. Zmniejsza to znacznie możliwości występowania efektów związanych z nasuwaniem się maksimów.

Próby identyfikacji wektorów Burgersa przeprowadzono wykonując po trzy refleksy typu 440 lub 620 i symetryczny refleks 333. Na podstawie uzyskanych wyników można z dużym prawdopodobieństwem wyciągnąć wniosek, że większość zaobserwowanych dyslokacji niedopasowania to dyslokacje 60° - o wektorze Burgersa nachylonym do powierzchni próbki pod kątem 54,74°. Świadczą o tym między innymi:

- 1/ silny kontrast w refleksie symetrycznym 333, wykluczający położenie wektorów Burgersa w płaszczyźnie próbki
- 2/ zgodne z odpowiednimi wartościami $\cos \theta$, przy pewnej poprawce na osłabienie kontrastu w położeniach bliskich równoległemu do płaszczyzny dyfrakcji, zmiany kontrastu w różnych refleksach asymetrycznych danej grupy,
- 3/ występowanie w refleksach asymetrycznych 440 i 620 - dla danego kierunku linii dyslokacji o różnym stopniu kontrastu - odpowiadającego dwu możliwym położeniom wektorów Burgersa dla dyslokacji 60°. Ilustruje to rysunek 6, na którym przedstawiono topogram 620.

W pobliżu zarysowań wykonanych dla sprowokowania powstawania dyslokacji niedopasowania obserwowano również często charakterystyczne nieregularne pętle dyslokacyjne /patrz np. rys. 5c/. Mają one, w odróżnieniu od większości dyslokacji niedopasowania, wektory Burgersa położone w płaszczyźnie próbki. Na topogramach odbiciowych wykonanych w symetrycznych refleksach odbiciowych 333 są one zupełnie niewidoczne, pojawia-

ją się natomiast ze stosunkowo słabym kontrastem w niektórych refleksach asymetrycznych typu 620 czy 440, gdy $\cos \theta_b \neq 0$.

PODSUMOWANIE

1. Przeprowadzono badania powstawania dyslokacji niedopasowania w funkcji grubości warstwy dla homoepitaksjalnych warstw krzemowych silnie domieszkowanych borem.
2. Do ujawniania i identyfikacji dyslokacji zastosowano metody topografii rentgenowskiej z kontrastem ekstynkcyjnym - transmisyjną i odbiciową.
3. Zastosowano technikę spektrometru dwukrystalicznego do bezpośredniej oceny współczynnika niedopasowania sieciowego.
4. Drogą numerycznej symulacji krzywych odbić ustalono, że zniżenie wielkości niedopasowania sieciowego, związane z rozmyciem złącza, dla pomiarów spektrometrycznych na typowych warstwach epitaksjalnych jest zaniedbywalne.
5. Potwierdzono możliwość powstawania dyslokacji niedopasowania w krzemowych warstwach epitaksjalnych zgodnie z modelami Matthews'a.
6. Ustalono, że poniżej grubości krytycznej dla danego niedopasowania sieciowego według Matthews'a nie następuje generacja dyslokacji niedopasowania. Powyżej grubości krytycznej powstawanie dyslokacji niedopasowania uwarunkowane jest natomiast obecnością dyslokacji spełniających założenia modeli Matthews'a. Przy odpowiedniej staranności przy prowadzeniu procesu epitaksjalnego możliwe jest znaczne przekroczenie warunków krytycznych bez generacji dyslokacji niedopasowania.

Podziękowanie

Autorzy wyrażają podziękowanie pani dr E. Nossarzewskiej - Orłowskiej oraz panu J. Borkowiczowi z Zakładu Epitaksji ITME za konsultację i przygotowanie próbek warstw epitaksjalnych, a także panu K. Tomickiemu ze Stołecznego Ośrodka Elektronicznej Techniki Obliczeniowej w Warszawie za pomoc w opracowaniu i uruchomieniu programów obliczeń numerycznych. Autorzy pragnęliby również wyrazić podziękowania kolegom z Pracowni Rentgenografii Z-1 ITME za pomoc i życzliwe uwagi.

LITERATURA

1. Frank F.C., Van der Merwe J.H.: Proc.Roy.Soc. A19,205,1949
2. Van der Merwe J.H.: J.Appl. Phys. 34, 117, 1963.
3. Cabrera N.: Memoires Sci.Rev.Met. 62, 205, 1965.
4. Jesser W.A., Kuhlman X.-Wilsdorf D.: Phys.Stat.Sol. 19, 95, 1967.
5. Matthews J.W., Mader S., Light T.B.: J.Appl.Phys.41,3800, 1976.
6. Matthews J.W.: Phys.Thin.Films 4, 137, 1967.
7. Woltersdorf J.: Phys.Stat.Sol. /a/ 34, 183, 1976.
8. Sugita Y.Tamura M., Sugawara K.: J.Appl.Phys.40, 3089, 1969.
9. Tamura M., Sugita Y.: Jap. J.Appl. Phys. 9, 368, 1969.
10. Tamura M., Yoshinaka A., Sugita Y.: J.Cryst.Growth 24/25, 255, 1974.
11. Blank J.: "Heteroepitaxial Semiconductor for Electronic Devices" wyd.Cullen J.W.Wang C.C - Springer Verlag N.York, Heidelberg, Berlin 1978.
12. Cherns D., Stowell M.J.: Thin Solid Films 29, 107, 1975.
13. Matthews J.W., Blakeslee A.E., Mader S.: Thin Solid Films 39, 1976.
14. Hofman W., Pawłowska M, Sass J., Wierzchowski W.: Materiały VII Konferencji Naukowo-technicznej Rentgenografii Stosowanej, Gliwice 1976.
15. Pawłowska M., Hofman W., Sass J., Wierzchowski W., Rupniewski W., Gonczarek M.: Sprawozdanie ONPMP nr 753, 1976.
16. Renninger M. Naturforsch Z.: 16a, 1110, 1961.
17. Nishizawa J., Tersaki, Yagi K, Miyamoto N.: J.Electroch.Soc. 122,664, 1975.
18. Estop E., Izrael A., Sauvage M.: Acta Cryst A 32, 627, 1976.
19. Kishino S., Ogirima M., Kjimura T., Kurata K.: J.Cryst.Growth. 24/25, 266, 1974.
20. Wierzchowski W.: Komunikat na III Konferencji Fizyki Monokryształów, Jadwisin 1977.
21. Wierzchowski W.: XI Kongres Międzynarodowej Unii Krystalograficznej w Warszawie, 1968, Collected Abstracts s. 255.
22. Fukuhara A., Takano Y.: Acta Cryst A 33, 137, 1977.
23. Fukuhara A., Takano Y.: J.Appl. Cryst. 10, 287, 1977.
24. Burgeat F., Taupin D.: Acta Cryst. A 23, 99, 1968.
25. Rungan W.R.; Silicon Semiconductor Technology New York Mc Grow Hill 1965, str. 122.
26. Taupir D.: Bull.Soc.Franc.Miner.Cryst.87, 469, 1964.
27. Wierzchowski W.: Sprawozdanie ONPMP nr 931.
28. Riglet P., Sauvage M.: Praca w druku w Phil.Mag. Petroff J.F.