

Zastosowanie transmisyjnej topografii rentgenowskiej w nierównoległym układzie spektrometru dwukrystalicznego do badania homoepitaksjalnych warstw Si

WSTĘP

Ważnym zagadnieniem przy wytwarzaniu nowoczesnych przyrządów półprzewodnikowych jest opanowanie technologii wzrostu epitaksjalnego. W mikroelektronice znajduje zastosowanie szeroki asortyment warstw epitaksjalnych wytwarzanych na bazie Si i GaAs, przy czym zakres grubości warstw zawiera się w przedziale od kilku do kilkudziesięciu mikronów. Potrzebne są warstwy odkładane na podłożach o różnej rezystywności z profilem rezystywności z góry zdeterminowanym i o małej gęstości defektów strukturalnych /dyslokacje, defekty upakowania itp./. Decydujące znaczenie w uzysku dobrych struktur półprzewodnikowych ma określona jednorodność domieszek w kierunku wzrostu i w płaszczyźnie prostopadłej do niego.

Stopień doskonałości strukturalnej epitaksji uwarunkowany jest w głównej mierze różnicą stałych sieciowych pomiędzy podłożem a warstwą i różnicą ich współczynników rozszerzalności cieplnej. Ostatni czynnik odgrywa istotną rolę zwłaszcza w heteroepitaksji; w trakcie chłodzenia wskutek różnych współczynników rozszerzalności podłoża i warstwy powstają deformacje plastyczne, które w szczególności niekorzystnych warunkach mogą doprowadzić nawet do pęknięć warstwy.

Niedopasowanie sieciowe na granicy podłoże - warstwa wynikające z różnych stałych sieciowych podłoża i warstwy związane jest częściowo z deformacją sieci w warstwie przejściowej, a częściowo z generacją dyslokacji niedopasowania [5]. Gęstość dyslokacji niedopasowania jest funkcją niedopasowania sieciowego i grubości warstwy epitaksjalnej [3].

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki rentgenowskich badań strukturalnych krzemowych warstw epitaksjalnych wytwarzanych w Zakładzie Epitaksji ONPMP. Badania wykonano pod kątem problemu niedopasowania sieciowego występującego w homoepitaksji krzemu, a otrzymane wyniki zinterpretowano na tle teorii van der Merwe'go, dotyczącej niedopasowania sieciowego na granicy dwóch kryształów [5].

Należy podkreślić, że dyslokacje w warstwie przejściowej są przedmiotem intensywnych badań strukturalnych, gdyż ich obecność obok innych defektów wpływa w znacznym stopniu na charakterystyki złącza. W przypadku dużych niedopasowań sieciowych badania struktury warstwy przejściowej wykonuje się za pomocą elektronowej mikroskopii prześwietleniowej /heterozłącza/. W zakresie niedopasowań sieciowych poniżej

$m = \frac{\Delta a}{a} = 5 \cdot 10^{-3}$ korzystniejsza jest z wielu względów dyfrakcyjna topografia rentgenowska, która umożliwia w tym zakresie otrzymanie przejrzystego obrazu struktury warstwy przejściowej z rozdzielaniem indywidualnych dyslokacji. Dużą zaletą tej metody jest możliwość przeprowadzenia badań na typowych dla zastosowań elementach o średnicach do niespełna 100 mm i o grubościach kilkuset mikronów bez istotnych dodatkowych przygotowań, badania mają więc charakter nieniszczący.

Zakres niedopasowań sieciowych od 0 do $5 \cdot 10^{-3}$ odpowiada w przypadku homoepitaksji Si przedziałowi zmian stałych sieciowych spowodowanych typowym domieszkowaniem. Stąd wniosek, że dyfrakcyjna topografia rentgenowska znajduje właściwe zastosowanie w badaniach struktury warstw homoepitaksjalnych w zakresie koncentracji domieszki od 0 do wartości bliskich granicy rozpuszczalności.

OPIS METODY I BLIŻSZE OKREŚLENIE PROBLEMATYKI BADAWCZEJ

W dyfrakcyjnych badaniach topograficznych szeroko jest stosowana transmisyjna technika Langa z kontrastem ekstynkcyjnym $\mu \cdot d \ll 1$ lub - w przypadku odkształconych próbek - jej udoskonalona wersja - technika SOT /scanning - oscillation technic/. Obok wielu znanych zalet tych metod badawczych występuje tu poważne ograniczenie praktyczne w postaci długich czasów ekspozycji wynikające ze skaningu próbki.

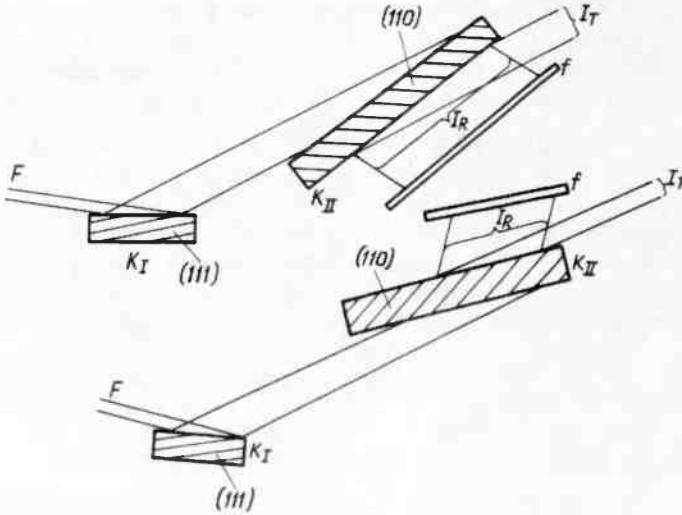
Schwuttke [1] w badaniach krzemowych warstw epitaksjalnych korzystał również z techniki SOT, zastąpił jednak lampę mikroogniskową standardowym źródłem promieniowania X z liniowym ogniskiem w połączeniu z ruchomą szczeliną Sollera, skracając w ten sposób wydatnie czas ekspozycji.

Badania przedstawione w niniejszej pracy wykonano metodą nie wymagającą ani skaningu próbki, ani też oscylacji. Wykorzystano do tego celu spektrometr dwukrystaliczny w układzie m, n^{*} stosując do odwzorowań topograficznych szeroką wiązkę. Zasady powyższej metody, bliższe dane, jak również analityczne rozważania dotyczące warunków dyfrakcji dla takiego układu spektrometru dwukrystalicznego można znaleźć w literaturze [2,3]. Poniżej ograniczymy się jedynie do przedstawienia pewnych cech charakterystycznych spektrometru dwukrystalicznego w układzie nierównoległym, wykorzystanych w naszych badaniach, nie wnikając głębiej w istotę zasady.

Na rys. 1 przedstawiono szkice układów spektrometru zastosowanych do badań topograficznych krzemowych warstw epitaksjalnych. Monochromatorem /K₁/ jest kryształ Si /1 1 1/ z wykorzystaniem odbicia asymetrycznego umożliwiającego poszerzenie wiązki /cięty pod kątem 8° względem płaszczyzn /1 1 1/. Kryształ badany K₂ Si /1 1 1/ z warstwą epitaksjalną znajduje się w odległości 180 mm od K₁. Układ spektrometru został zrealizowany na bazie dyfraktometru rentgenowskiego DRON 1,5 z goniometrem typu GUR-5.

* Określenie stosowane powszechnie w literaturze, oznaczające, że odbicia /a ściślej dyfrakcja/ w takim układzie spektrometru realizowane są od różnych płaszczyzn sieciowych /a więc przy różnych odległościach międzypłaszczyznowych d/ na kolejnych kryształach spektrometru. Znaki +, - lub +, + oznaczają dwa możliwe sposoby wzajemnego usytuowania obydwu kryształów.

Kryształ badany ustawiony jest w układzie transmisji przy wykorzystaniu asymetrycznego odbicia $/220/$ /asymetryczny przypadek Lauego/. Możliwe jest również wykorzystanie symetrycznego odbicia laueowskiego $/220/$ /patrz również rys. 2/, jednak w przypadku badań cienkich monokryształów Si $/200 \mu\text{m}/$ w celu uzyskania kontrastu anomalnego korzystniejsze jest ustawienie jak na rys. 1.



Rys. 1. Schemat stosowanych układów spektrometru dwukrystalicznego do transmisyjnej topografii rentgenowskiej a/ układ $+m, -n$; b/ układ $+m, +n$. K_I - monochromator - asymetryczne odbicie Bragga Si $/111/$, K_{II} - kryształ badany - asymetryczne odbicie Lauego Si $/220/$, F - źródło promieniowania rentgenowskiego, f - film

W badaniach stosowano wyłącznie promieniowanie $\text{Cu } K_{\alpha}$. Dodatkowa zaleta asymetrycznego ustawienia K_2 polega na możliwości zbadania większej powierzchni w stosunku do ustawienia symetrycznego. Przedstawiony układ pozwala na stacjonarne zbadanie powierzchni do 5 cm^2 , a wymagany czas ekspozycji wynosi ok. 2,5 godz. Film umieszcza się w odległości ok. 5 mm za kryształem K_2 .

Struktury epitaksjalne wytwarzane na cienkich podłożach są wygięte /odkształcone sprężycie/. Wygięcie zależy od kilku różnych czynników. Oprócz wspomnianego już niedopasowania sieciowego na granicy pomiędzy podłożem a warstwą zależy ono ponadto jeszcze od grubości warstwy i podłoża [3]. Stacjonarne badanie topograficzne wygiętych próbek wymaga skończonej dyspersji $\Delta\theta$ w układzie spektrometru dwukrystalicznego, w przeciwnym wypadku bowiem nie byłoby możliwe badanie szerokich pól.

W odróżnieniu od spektrometru w układzie równoległym, opisywany tu spektrometr charakteryzuje się większą dyspersją [3] i umożliwia w ten sposób badanie dużych powierzchni z próbek odkształconych. Odpowiednie dyspersje $\Delta\theta$ dla układu $m+, n-$ i $m+, n+$ można wyznaczyć z konstrukcji du Mond'a; wynoszą one odpowiednio:

$$\Delta\theta_1 = \frac{\Delta\lambda\alpha_1}{\lambda\alpha_1} \text{tg}\theta_1 - \text{tg}\theta_2 \quad /1/$$

$$\Delta\theta_{II} = \frac{\Delta\lambda\alpha_1}{\lambda\alpha_1} / \text{tg } \theta_1 + \text{tg } \theta_2 / \quad /2/$$

gdzie: $\frac{\Delta\lambda\alpha_1}{\lambda\alpha_1}$ - względna szerokość spektralna linii K_{α_1}

θ_1 - kąt Bragga dla kryształu K_1 ,

θ_2 - " " " " " K_2 .

Duża dyspersja $\Delta\theta$ spektrometru w układzie nierównoległym w stosunku do układu równoległego nie narzuca tak wielkich wymagań co do wzajemnego wyjustowania obydwu kryształów, a tym samym nie ma potrzeby stosowania bardzo dokładnych goniometrów, jak również zbędna jest wysoka stabilizacja intensywności promieniowania X.

Należy tu wyjaśnić, że w omawianym układzie o czułości detekcji defektów w mikroskali /dyslokacje, defekty upakowania itp./ decyduje zjawisko anomalnej transmisji promieniowania X zachodzące w badanym kryształcie K_2 . Istotnym czynnikiem dla odwzorowania tych defektów za pomocą anomalnej transmisji jest w pierwszym przybliżeniu warunek na μd / μ - liniowy współczynnik absorpcji, d - grubość próbki/. W celu dostatecznego wyeliminowania udziału pola falowego z dużą absorpcją i zapewnienia dostatecznego wąskiego wachlarza falowego / δ Bormanna/ μd nie może być mniejsze niż 5.

W naszych badaniach konieczne było zastosowanie asymetrycznego odbicia /22 0/ na kryształcie K_2 w celu spełnienia tego warunku. Uzyskano dzięki temu $\mu d = 6$ /w stosunku do $\mu d = 3$ dla symetrycznego odbicia /22 0/ przy grubości kryształu K_2 $d = 200 \mu\text{m}$./

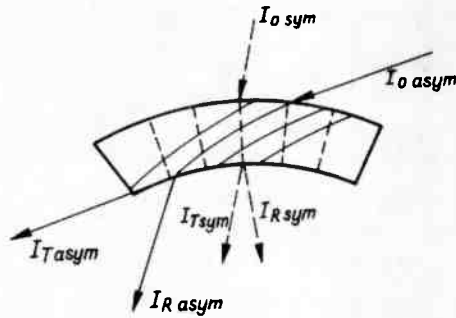
Spełnienie warunku $\mu d = 6$ umożliwiło wystarczająco ostre odwzorowanie defektów zalegających na głębokości kilkudziesięciu mikronów od powierzchni wyjściowej badanego kryształu, a więc pozwoliło na badanie warstw epitaksjalnych do grubości rzędu kilkudziesięciu μm . Do analizy odkształceń sieciowych w makroskali wykorzystano, jak to omówiono wcześniej, zależności 1/ i 2/, stosując zależnie od stopnia odkształceń próbki bądź układ $m+$, $n-$, bądź też układ $m+$, $n+$.

Trudności związane z odwzorowaniem szerokich pól nie są jedynym problemem towarzyszącym badaniom na odkształconych próbkach epitaksjalnych. Anomalna transmisja zależy krytycznie od odkształceń sieciowych badanych obiektów [4]. Stosowanie asymetrycznego odbicia w kryształcie K_2 jest z punktu widzenia występujących odkształceń próbek niekorzystne, gdyż wydatnie zmniejsza intensywność. Jak wynika z rys. 2, płaszczyzny sieciowe wykorzystywane do asymetrycznego odbicia Laueowskiego są wygięte. Dopasowanie pól falowych do wygiętych płaszczyzn sieciowych związane jest z dodatkową absorpcją energii, a więc wpływa na osłabienie intensywności refleksu [4]. Przerwane linie ilustrują płaszczyzny sieciowe wykorzystywane w symetrycznym przypadku Lauego. Płaszczyzny te pomimo odkształceń próbki pozostają płaskie, czyli symetryczny przypadek Lauego jest pozbawiony dodatkowych strat energii.

Niemniej jednak za zastosowaniem asymetrycznego odbicia w przypadku naszych badań przemawia lepszy warunek na μd omówiony wyżej i konfrontacja praktycznych wyników otrzymanych przy stosowaniu odbicia symetrycznego i asymetrycznego.

Pozostaje jeszcze jeden ważny problem związany z odkształceniami próbek, który uniemożliwia ścisłą konfrontację uzyskanych wyników eksperymentalnych z analizą teoretyczną niedopasowań sieciowych van der Merwego. W tej analizie zakłada się nieskończenie grube podłoża, a odkształcenia ograniczone są wyłącznie do warstwy [5]

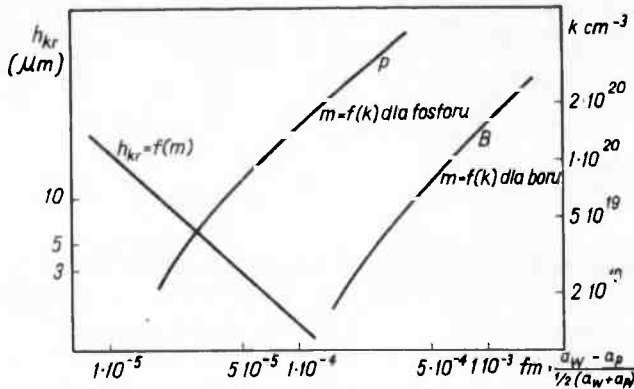
W przypadku cienkich kryształów podłożowych odkształcenia przenoszą się na podłoże /relaksacja energii granicznej uwarunkowana wygięciem podłoża/, obniżając dzięki temu udział energetyczny w generacji dyslokacji niedopasowania.



Rys. 2. Kierunki wiązki padającej I_0 , transmisyjnej I_T i odbitej I_R w kryształcie badanym / K_2 / w przypadku jednorodnego wygięcia. Linie ciągłe oznaczają ślady płaszczyzn /110/ wykorzystywane dla asymetrycznego przypadku Lauego; linie przerywane oznaczają ślady płaszczyzn /110/ wykorzystywane dla symetrycznego przypadku Lauego

WYNIKI EKSPERYMENTALNE

Do badań wybrano krzemowe warstwy epitaksjalne wykonane na bezdyslokacyjnych, domieszkowanych podłożach Si /domieszka Sb, $\beta \leq 1 \cdot 10^{-2} \Omega \text{cm}$ /. Warstwy epitaksjalne nie były domieszkowane, a ich rezystywność wynosiła $\rho \leq 30 \Omega \text{cm}$. Ze względu na znaczne różnice w tetraedrycznych promieniach kowalentnych pomiędzy Sb /1,36 Å/ a Si /1,17 Å/ spodziewane jest duże niedopasowanie sieciowe na granicy podłoże - warstwa. W literaturze brak niestety danych dotyczących zmian stałych sieciowych Si w funkcji koncentracji domieszki Sb.



Rys. 3. Zależność niedopasowania sieciowego m w funkcji koncentracji domieszki P i B w podłożu dla homoepitaksji Si /warstwa epitaksjalna niedomieszkowana/, [6], [7], oraz zależności grubości krytycznej h_{kr} warstwy epitaksjalnej w funkcji niedopasowania sieciowego m [5]

Można jedynie przez analogię do domieszkowania borem /0,88 Å/ wyciągnąć pewne wnioski co do zmian niedopasowania sieciowego w funkcji koncentracji domieszki Sb w podłożu. Korzystając z danych literaturowych [6,7] przedstawiono na rys. 3 zależność niedopasowania sieciowego $m = \frac{a_w - a_p}{1/2(a_w + a_p)}$ w funkcji koncentracji domieszki /B i P/ w podłożu /warstwa niedomieszkowana/. W przypadku boru, maksymalnej wartości koncentracji / $4 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ / odpowiada $m = 5 \cdot 10^{-2}$. W przypadku domieszkowania Sb można przyjąć, że maksymalna wartość niedopasowania m będzie nieco mniejsza. Maksymalna wartość koncentracji Sb w Si wynosi $6,8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$.

Na rys. 4a i b przedstawiono topografię krzemowej warstwy epitaksjalnej wykonanej na podłożu Si /111/; grubość podłoża $d_p = 290 \mu\text{m}$, rezystywność $S_p \leq 0,1 \Omega \text{ cm}$, grubość warstwy $d_w = 50 \mu\text{m}$, rezystywność $S_w = 80 \Omega \text{ cm}$.

Wykorzystano asymetryczne odbicie /0 2 0/, przy czym odwzorowanie z rys. 4a odpowiada układowi m+, n-, a odwzorowanie z rys. 4b układowi m+, n+. Wąskie odwzorowanie na rys. 4a świadczy o odkształceniu próbki, identyczny obszar próbki można odwzorować znacznie szerzej w układzie z większą dyspersją, jak to widać na rys. 4b. Łatwo zauważyć, że obydwa odwzorowania są z punktu widzenia czułości na detekcję defektów w mikroskali równoważne.

Na rys. 4 widać mocno rozwiniętą strukturę dyslokacyjną, przy czym linie dyslokacyjne rozciągają się wzdłuż trzech kierunków [1 1 0] w płaszczyźnie próbki /111/. Są to typowe dyslokacje niedopasowania z wektorami Burgersa $1/2 [1 1 0]$, których gęstość powierzchniowa zależy od niedopasowania sieciowego [1,3]. Szersze pasma skierowane również wzdłuż trzech kierunków [1 1 0], są prawdopodobnie uwarunkowane efektami odkształceń sieciowych w warstwie przejściowej.

Na rys. 3 liniowy przebieg określa grubość krytyczną h_{kr} warstwy epitaksjalnej w funkcji niedopasowania sieciowego m lub inaczej, próg generacji dyslokacji niedopasowania [3]. Jest on określony równaniem [5]:

$$\ln \frac{2\pi m e}{1 - \nu} + \frac{4\pi / 1 - \nu / \sqrt{1 - 2\nu} h_{kr} m}{1 - 2\nu / 1} = 0, \quad /3/$$

gdzie:

$$m = \frac{a_w - a_p}{1/2(a_w + a_p)} \quad \text{- niedopasowanie sieciowe,}$$

$$e = 2,71,$$

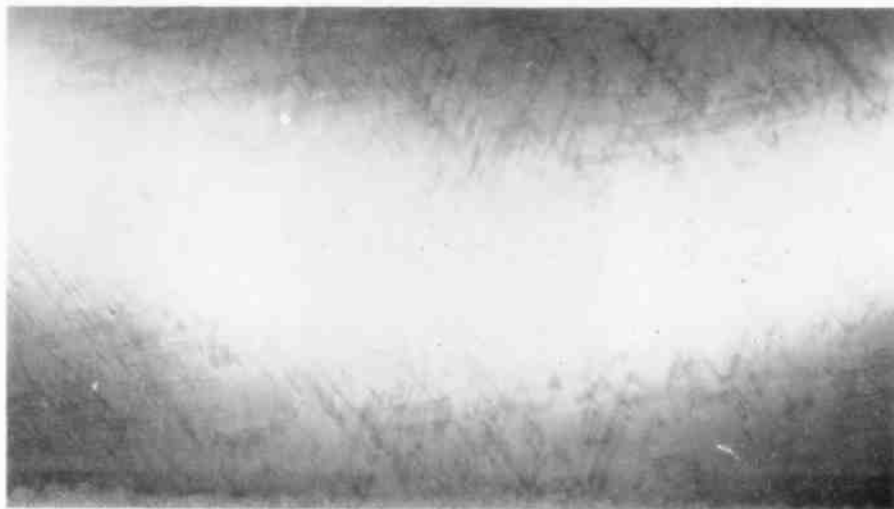
$$\nu = \text{współczynnik Poissona} = 0,3,$$

$$h_{kr} = \text{grubość krytyczna,}$$

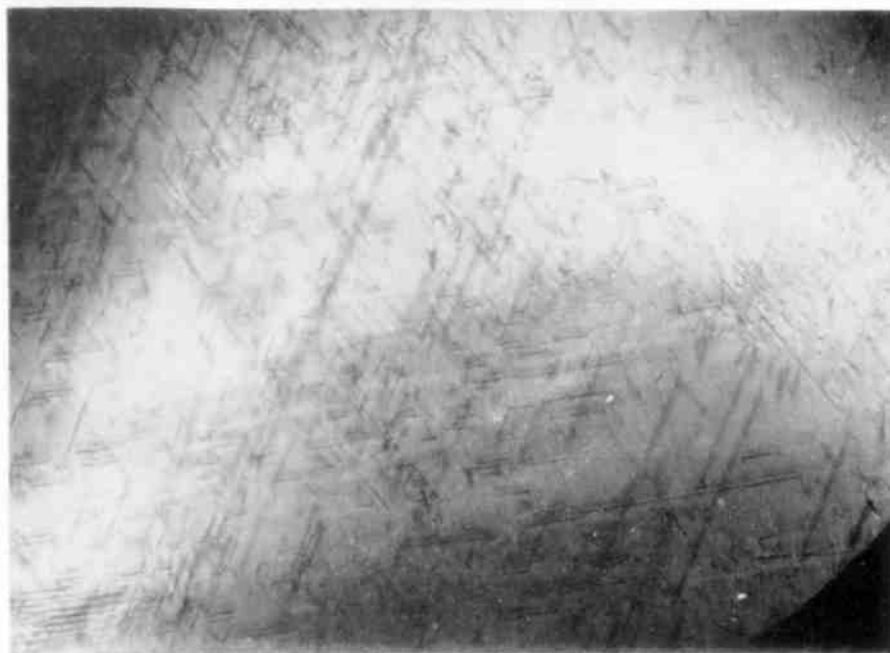
$$l = \text{odległość między sąsiednimi atomami w płaszc. /111/} = 3,85 \text{ \AA} \text{ dla Si.}$$

Z rys. 3 wynika, że próg generacji dyslokacji w przypadku domieszkowania borem /tzn. również Sb/ jest bardzo niski i wynosi dla koncentracji $1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$, $h_{kr} = 1 \mu\text{m}$. Oznacza to, że dla badanej epitaksji /rys. 4/ wykonanej na podłożu o rezystywności $\leq 1 \cdot 10^{-2} \Omega \text{ cm}$ /koncentracja Sb ok. $1 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ / już przy najmniejszej grubości warstwy epitaksjalnej powinny występować dyslokacje niedopasowania, im grubsza natomiast warstwa, tym ich gęstość powinna być większa. Dla warstwy epitaksjalnej o grubości $50 \mu\text{m}$ /rys. 4/ oszacowano gęstość dyslokacji na 10^4 cm^{-2} .

Na rys. 5 przedstawiono wynik badań warstwy epitaksjalnej o bardzo zbliżonej rezystywności warstwy / $> 30 \Omega \text{ cm}$ / i podłoża / $\leq 0,01 \Omega \text{ cm}$ /, lecz o zmniejszonej grubości warstwy / $10 \mu\text{m}$ /. Nie stwierdzono, wbrew przewidywaniom wynikającym



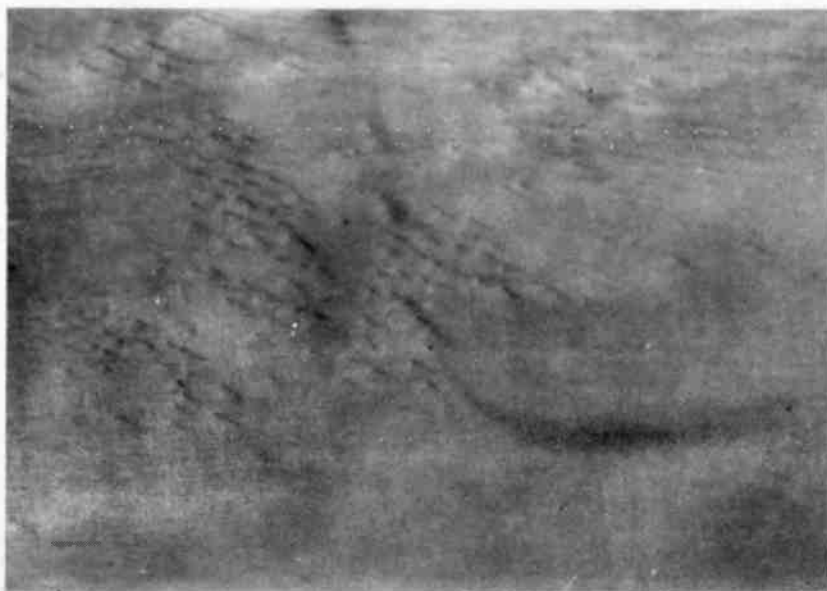
Rys. 4a. Topografia transmisyjna homoepitaksji Si /parametry podane w tekście/ wykonana za pomocą spektrometru dwukrystalicznego w układzie $+m, -n$ /pow. 10x/



Rys. 4b. Topografia transmisyjna tej samej próbki jak na rys. 4a wykonana za pomocą spektrometru dwukrystalicznego w układzie $+m, +n$ /pow. 10x/



Rys. 5. Topografia transmisyjna cieńszej warstwy epitaksjalnej /w porównaniu z rys.4/, lecz o tym samym niedopasowaniu sieciowym m /jak na rys. 4/, układ +m, -n /pow. 15x/



Rys. 6. Topografia transmisyjna warstwy epitaksjalnej o grubości jak na rys. 5 lecz z mniejszym /w porównaniu do rys. 4 i 5/niedopasowaniem sieciowym m, układ +m, -n /pow. 15x/

z zależności 3/, żadnych dyslokacji niedopasowania. Widoczne są jedynie odkształcenia sieciowe /na dole rys. 5/ skierowane wzdłuż kierunku $[11\bar{0}]$ i nachylone dyslokacje wychodzące na powierzchnię warstwy /u góry na rys. 5/, uwarunkowane przypuszczalnie niejednorodnym rozkładem domieszki Sb w podłożu.

Topografię wykonano w układzie $m+$, $n-$. Porównując ją z odwzorowaniem z rys. 4a łatwo stwierdzić, że wygięcie próbki z warstwą o grubości 10 μm jest znacznie mniejsze. Wynika to oczywiście z cieńszej warstwy epitaksjalnej.

Na rys. 6 przedstawiono zdjęcie topograficzne warstwy odłożonej na podłożu o parametrach jak wyżej /rys. 4 i 5/, natomiast rezystywność warstwy /domieszkowanej P/ jest niższa $\rho_w = 0,27 \Omega \text{ cm}$. Oznacza to, że mniejsze jest w tym przypadku niedopasowanie sieciowe m , w porównaniu z dwiema poprzednimi próbkami. Grubość warstwy wynosi 9 μm . Topografię wykonano w układzie $m+$, $n-$. Stwierdzono dla tego przypadku jeszcze mniejsze odkształcenie próbki. Na rys. 6 nie obserwuje się również żadnych dyslokacji niedopasowania. Widoczne są jedynie dyslokacje nachylone do powierzchni o lokalnie zróżnicowanej gęstości, których źródłem jest prawdopodobnie /jak wyżej/ niejednorodny rozkład domieszki.

PODSUMOWANIE WYNIKÓW - WNIOSKI

Uzyskane wyniki badań na homoepitaksjalnych warstwach krzemowych nie są zgodne - w części dotyczącej progu generacji dyslokacji niedopasowania - z teorią o niedopasowaniu sieciowym [5]. Można wnioskować, że rozbieżność ta wynika ze struktury obszaru granicznego pomiędzy podłożem i warstwą, a mianowicie, że dopasowanie sieciowe nie jest realizowane w bardzo wąskim przedziale grubości zgodnie z założeniami teorii o niedopasowaniu sieciowym kryształów.

Przyczyna tkwi przypuszczalnie w dyfuzji domieszki z podłoża do warstwy w trakcie procesu epitaksjalnego /autodoping effect/. Odbija się to oczywiście niekorzystnie na własnościach elektrycznych złącza, gdyż rozmywa profil rezystywności.

Innym powodem tłumaczącym niezgodność między otrzymanymi wynikami a teorią może być relaksacja naprężeń uwarunkowana odkształceniem próbek.

Ponadto stwierdzono, że wygięcie próbki epitaksjalnej zależy nie tylko od niedopasowania sieciowego m , lecz także od grubości warstwy epitaksjalnej, a ściślej od stosunku grubości warstwy do grubości podłoża, jak sugerują autorzy [3].

Wreszcie można także stwierdzić, że metoda spektrometru dwukrystalicznego w układzie m , n przy wykorzystaniu szerokiej wiązki dzięki swojej dyspersji umożliwia w pełni badania warstw epitaksjalnych i pozwala na interpretację wielu problemów strukturalnych związanych z wytwarzaniem warstw homoepitaksjalnych.

Na zakończenie autor wyraża podziękowanie Kierownikowi Zakładu Epitaksji Pani dr inż. E. Nosarzewskiej za przygotowanie próbek epitaksjalnych do badań oraz za przedyskutowanie węzłowych zagadnień z dziedziny technologii wytwarzania warstw.

Literatura

1. Schwuttke G.H.: Traus. of III. Intern. Vacuum Congr. 2, 301, 1965.
2. Jaeger H.: Z. angew. Phys. 20, 73, 1965.
3. Kohra K., Hashizume H., Yoshimura J.: Japan. Journal of Appl. Phys. 9 1029, 1970.
4. Penning P., Polder D.: Philips Res. Repts 16, 419, 1961.
5. Van der Merwe J.H.: Journ. of Appl. Phys. 34, 117, 1963.
6. Horn F.H.: Phys. Reus. 97, 1521, 1955.
7. Cohen B.G.: Solid State Electr. 10, 33, 1967.