

Si/ SiGe/ Si-SOI 异质结构的同步辐射双晶貌相术和高分辨三轴晶 X 射线衍射

马通达¹ 屠海令¹ 胡广勇² 邵贝羚² 刘安生²

(1 北京有色金属研究总院 国家半导体材料工程研究中心, 北京 100088)

(2 北京有色金属研究总院 国家有色金属及电子材料分析检测中心, 北京 100088)

摘要: 运用同步辐射双晶貌相术结合高分辨三轴晶 X 射线衍射对经原位低温热处理的 Si/ SiGe/ Si-SOI 异质结构进行研究,发现 Si 层(004)衍射峰两侧半高宽(FWHMs)处同步辐射双晶形貌像特征存在明显差异.对同步辐射双晶摇摆曲线中 Si 层(004)衍射峰的不对称性给予了解释,同时阐明了高分辨三轴晶 X 射线衍射 2-扫描曲线中 Si 层(004)衍射双峰与 Si 层衍射结构的对应关系.

关键词: 同步辐射双晶貌相术; 高分辨三轴晶 X 射线衍射; 衍射双峰

PACC: 0785; 2920L

中图分类号: TN304.054

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2005)07-1359-05

1 引言

将表面平滑且应变弛豫的 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 合金层作为“虚衬底”(virtual substrate),在其上可以获得使载流子迁移率增加的应变 Si 层^[1].符合上述条件的 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ “虚衬底”既可以在 Si 衬底上得到,也可以在 SOI(silicon-on-insulator)衬底上得到.为了在 SOI 衬底上获得弛豫 SiGe 层已经发展了如下的制备技术:晶片键合(wafer bonding)^[2],智能剥离(smart cut)^[3],氧离子注入隔离(separation by implantation of oxygen)^[4],对 SOI 衬底上低 Ge 含量 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 层进行氧化(the oxidation of $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ with low Ge content on a SOI substrate)^[5],以及在 SOI 衬底上沉积 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 层后进行退火(post-deposition annealing of $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ films deposited on SOI substrate)^[6].可以看到,上述工艺过程普遍采用了高温退火.对于 SOI 衬底,高温退火可使其绝缘层呈现粘滞性,从而保证失配应变从 SiGe 合金层向 SOI 顶层 Si 传递,实现 SiGe 层低位错密度下的应变弛豫.然而,高温退火容易导致位错生成和其它相关的退化机制,诸如 Ge 偏析、表面粗糙化等,所以

降低退火温度对于获得高质量 SiGe 层是有益的. Huang 等人^[6]采用 BSG(boron-silicate-glass)作为衬底绝缘层得到了高质量应变弛豫 SiGe 层并降低了退火温度.

同步辐射双晶貌相术(SRDT)作为一种无损表征方法最早被用来研究 GaAs 衬底上 GaAlAs 外延层中的失配位错^[7].比较位错的同步辐射双晶形貌相及其理论模拟的结果发现二者十分吻合^[8].双晶貌相术还具有将衬底和外延层分别成像的优点^[9].高分辨三轴晶 X 射线衍射(HRTXD)可以将晶体结构中的取向差和晶面间距的结构信息区分开来,常被用来对应变弛豫过程进行研究^[10].通过对称和非对称衍射,HRTXD 可以精确测定应变弛豫度^[10],还可检测体 Si 衬底和 SOI 顶层 Si 的晶格取向差^[11].

本文利用超高真空化学汽相沉积(UHVCVD)在键合背蚀 SOI(BESOI)衬底上外延生长 Si/ SiGe/ Si 异质结构,并对其进行了原位低温热处理获得了部分弛豫的 SiGe 层和应变 Si 层.运用 SRDT 得到了各个外延层的形貌像,并结合 HRTXD 实验结果对经过原位低温热处理的 Si/ SiGe/ Si-SOI 异质结构特征进行了讨论.

2 实验

样品采用 BESOI 作为衬底材料,顶层是 Si (001). 利用 UHVCVD^[12,13] 在此衬底上连续外延生长 Si/ SiGe/ Si. 进行外延生长前, 首先将 BESOI 衬底置于沸腾的 $H_2SO_4 - H_2O_2 = 4 : 1$ 溶液中进行 15min 化学清洗, 然后在去离子水中漂洗 10min. 将样品放入装样室前, 在 10% HF 溶液中浸泡 30s 以去除表面氧化膜. 当外延生长系统真空度达到 10^{-5} Pa 时, 将样品推入生长室. 生长室由 1000l/s 的涡轮分子泵抽真空, 基底真空度可达 5×10^{-7} Pa, 外延生长过程中生长室压力低于 0.13Pa. 当真空达到基底真空度后, 将样品快速升温至 750 ~ 800 进行表面高温去氧, 保温 5min 后降至生长温度, 对于 Si 是 600, SiGe 是 550. 外延生长的气体源采用 SiH_4 和被 H_2 稀释为 15% 的 GeH_4 , 生长时流速分别为 10sccm 和 2sccm. 最终得到的异质结构自上至下依次为 Si 帽层、SiGe 合金层、Si 缓冲层以及 BESOI 衬底. 外延生长完成后, 对样品进行 750, 30min 的原位低温热处理.

同步辐射双晶貌相术在北京同步辐射实验室 4W1A 线上的形貌站进行. 双晶衍射的第一晶体为 $(n, -n)$ 排列的 Si (111) 晶体, 选择 (004) 衍射成像. 储能环工作电压为 2.2GeV, 束流范围为 50 ~ 100mA. 同步辐射双晶形貌像记录采用高清晰富士胶卷, 为提高像清晰度胶片显影采取单面冲洗方式^[14]. 高分辨三轴晶 X 射线衍射测量在 Philips X'Pert X 射线衍射仪上进行, 经四晶体 Ge (220) 单色器的 $Cu K\alpha_1$ ($\lambda = 0.154056nm$) 射线作为辐射源, 角分辨率小于 12', 探测器前安装三次反射 Ge (220) 分析晶体 (接受角约为 12'). 工作电压 40kV, 工作电流 40mA. 环境温度变化小于 1.

3 结果

3.1 同步辐射双晶貌相术

经过第一晶体的同步辐射入射束沿样品表面 110 方向入射, 当满足 (004) 晶面 Bragg 衍射条件时发生衍射. 图 1 (a) 和 (b) 分别为以样品表面法线为轴旋转 180° 前后所获得的 (004) 摇摆曲线. 横坐标为入射线与样品表面的夹角, 纵坐标表示衍射强度计数.

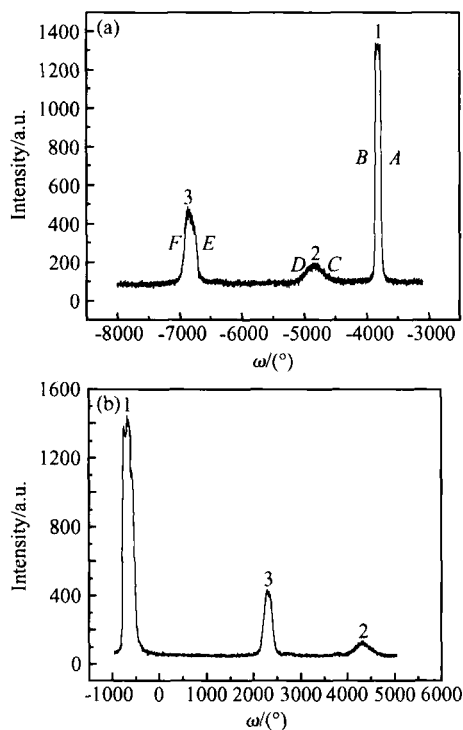


图 1 同步辐射双晶 (004) 摇摆曲线 (a) 为样品旋转前的双晶摇摆曲线; (b) 为样品旋转 180 后的摇摆曲线

Fig. 1 Synchrotron radiation double-crystal (004) rocking curves (a) Rocking curve before rotation of the specimen; (b) Rocking curve after 180° rotation of the specimen

对图 1 中 1, 2 和 3 峰的半高宽 AB, CD 和 EF 处进行 SRDT 成像. 在摇摆曲线的这些部位, 由于曲线的坡度很陡, 所以当晶体中有微小应变或点阵常数差时, 强度计数的变化明显, 因此对晶体缺陷的探测异常灵敏^[14]. 经比较, 上述三组形貌像中 EF 处的形貌差异最大, 如图 2 所示.

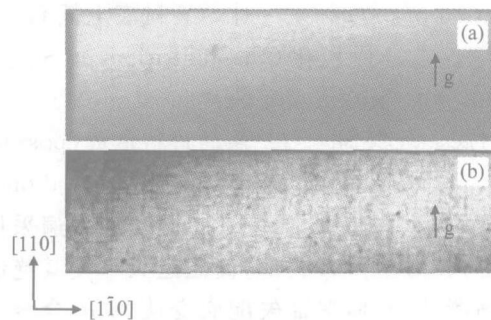


图 2 3 峰半高宽 EF 处的同步辐射双晶形貌像 (a) E 处双晶形貌像; (b) F 处双晶形貌像

Fig. 2 Synchrotron radiation double-crystal topographs (a) and (b) taken at FWHMs E and F

3.2 高分辨三轴晶 X 射线衍射分析

外延生长的单层或多层异质结构中外延层与衬底之间往往存在取向差^[15],三轴晶 X 射线衍射的高分辨特性可以将晶体结构中的取向差和晶面间距的结构信息区分开来. 本文采取如下操作对样品进行表征. 首先,对样品进行双晶摇摆曲线测量,得到此异质结亚结构的衍射峰;然后,将 2θ 角固定在某个峰位上,利用三轴晶进行 ω 扫描,找到更加精确的衍射峰位置,并将 2θ 角固定下来,接着,进行三轴晶 ω 扫描,重复上述步骤得到优化的 2θ 和 ω ;最后确定 $\omega_{\text{offset}} = -2/2$. 通过以上实验操作发现,BESOI 体 Si 衬底与 BESOI 顶层 Si 和 Si/SiGe/Si 外延层之间在 (004) 衍射平面内存在 0.63 的取向差. 利用三轴晶 X 射线衍射对 Si 层 (004) 晶面做 2θ 扫描时得到具有衍射双峰的扫描曲线,如图 3 所示.

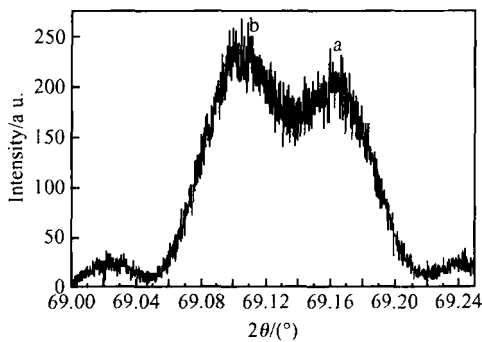


图 3 Si 层的三轴晶 X 射线衍射 2θ 扫描曲线

Fig. 3 Triple axis diffraction 2θ scan curve of Si layers

4 讨论

(1) 由强度计数和峰形可知,图 1 中 1 峰最可能为 BESOI 体 Si 衬底的衍射峰. 2 和 3 峰应该分别来自 SiGe 层和 Si 层(包括 Si 帽层、Si 缓冲层和 BESOI 顶层 Si) (004) 衍射,但是它们与衍射结构的对应关系还需进一步确定. 图 1 中样品旋转 180° 前后的三峰关系如下: 1 和 3 峰的角间距由 3000 变为 -3000, 2 和 3 峰的角间距基本保持不变, 1 和 2 峰的角间距则由 1000 变为 -5000. 已知 $\Delta\theta = 1/2(\theta_A + \theta_B)$ 和 $\Delta\theta = 1/2(\theta_A - \theta_B)$, 其中 θ 为衍射面 Bragg 角, α 为衍射面与表面的夹角, θ_A 和 θ_B 分别表示样品旋转前后同一摇摆曲线两衍射峰的角间距. 据此推断, 2 峰源于 SiGe 层衍射, 3 峰来自 Si 层

衍射. 1 和 2 峰的角间距归因于 BESOI 体 Si 衬底和 SiGe 层 (004) 衍射面间距的不同和它们之间的取向差, 1 和 3 峰的角间距为 BESOI 体 Si 衬底和 Si 层 (004) 衍射面之间存在倾斜角所致, 2 和 3 峰的角间距归因于 Si 层和 SiGe 层衍射面间距的不同. 上述结果结合 (113) 非对称衍射可测定 SiGe 层中 Ge 原子百分比含量为 18.7%, 弛豫度为 4.7%.

(2) 图 2(a) 和 (b) 的特征差异显著. 图 2(b) 中有正交且平行于 011 方向的失配位错阵列, 而图 2(a) 中只有微弱的交叉状衬度, 此衬度与图 2(b) 中所示的失配位错有关^[16]. 我们知道, 发生在 SiGe 层中的应变弛豫经常在 SiGe 层和 Si 衬底之间的界面上或 Si 衬底中引入位错^[17]. 这一点已被样品的高分辨电子显微像分析所验证^[18].

(3) 图 3 显示所有 Si 层的 (004) 衍射面的面间距并不相同. 对比 BESOI 体 Si 衬底的 (004) 面间距可知, 图 3 双峰中 a 峰对应的面间距小于体 Si 衬底的面间距, 也即与 a 峰对应的 Si 层衍射结构在 (004) 面内处于拉伸应变状态, 拉伸应变量为 0.14%. 图 3 双峰中 b 峰的 (004) 面间距则大于体 Si 衬底的面间距, 我们认为, 这可能与 Ge 原子在 Si 外延层中的扩散有关, 其扩散机制仍在研究之中.

(4) 仔细观察发现, 图 1 中 3 峰的峰形具有不对称性. 我们把这种峰形不对称现象归因于所有 Si 层 (004) 衍射面间距的不同 (如图 3 所示) 和衍射峰宽化. 众所周知, 由于外延层较薄以及衍射晶体中存在由位错应变场引起的晶面扭曲或弯曲 (如图 2(b) 所示) 均可使衍射峰在双晶衍射 ω 或 2θ 扫描模式下发生宽化. 正是上述因素使图 1 所示双晶摇摆曲线中 Si 层衍射峰宽化成为一个峰 \rightarrow 3 峰, 加之来自不同 Si 层的衍射强度不同, 最终导致 3 峰峰形的不对称.

(5) 将由图 1 中 3 峰半高宽 EF 处获得的同步辐射双晶形貌像与高分辨电子显微像分析结果^[17] (即 Si 帽层中的缺陷数量远少于 Si 缓冲层和 BESOI 顶层 Si 中的缺陷数量) 进行比较, 不难看出 E 和 F 分别对应于 Si 帽层衍射峰的半高宽和 Si 缓冲层与 BESOI 顶层 Si 衍射峰的半高宽. 三轴晶 X 射线衍射对 Si 层做 2θ 扫描时去除了由缺陷引入的晶面扭曲或弯曲等衍射峰峰形宽化作用, 使得 Si 层衍射峰呈现双峰特征. 图 3 所示 a 和 b 峰峰位分别对应于图 1 中处于高角和低角位的 E 和 F, 所以 a 峰和 b 峰应分别对应于 Si 帽层和 Si 缓冲层与 BE-

SOI 顶层 Si 的(004)衍射.

5 结论

本文利用同步辐射双晶貌相术结合高分辨三轴晶 X 射线衍射对经原位低温热处理的 Si/ Si Ge/ Si-SOI 异质结构进行表征. 通过对样品旋转 180° 前后所获得的同步辐射双晶摇摆曲线的分析, 判定了衍射峰与异质结亚结构的对应关系. 在同步辐射双晶摇摆曲线各衍射峰半高宽处进行同步辐射双晶貌相术分析, 发现 Si 层衍射峰两侧半高宽处的形貌像存在明显差异. 三轴晶高分辨 X 射线衍射的结果表明, Si 层 2- θ 扫描曲线具有双峰特征, 并且 BESOI 体 Si 衬底与其顶层 Si 和 Si/ Si Ge/ Si 外延层的(004)衍射面之间存在取向差. 综合同步辐射双晶貌相术和三轴晶高分辨 X 射线衍射的结果, 认为同步辐射双晶摇摆曲线中 Si 层衍射峰是 Si 帽层、Si 缓冲层和 SOI 顶层 Si 衍射峰的合峰. 高分辨三轴晶 X 射线衍射 2- θ 扫描曲线中高、低角位的衍射峰分别与来自 Si 帽层、Si 缓冲层和 SOI 顶层 Si 的(004)衍射相对应.

致谢 感谢清华大学微电子所陈长春和黄文韬在样品生长方面给予的帮助, 感谢北京同步辐射实验室田玉莲、黄万霞、袁清习和朱佩平在同步辐射实验过程中给予的支持.

参考文献

- [1] Mii Y J, Xie Y H, Fitzgerald E A, et al. Extremely high electron mobility in Si/ Ge_xSi_{1-x} structures grown by molecular beam epitaxy. *Appl Phys Lett*, 1991, 59:1611
- [2] Chen Z Y, Currie M T, Leitz C W, et al. Relaxed silicon-germanium on insulator substrate by laser transfer. *J Electron Mater*, 2001, 30:L37
- [3] Huang L J, Chu J, Canaperi C, et al. SiGe-on-insulator prepared by wafer bonding and layer transfer for high-performance field-effect transistors. *Appl Phys Lett*, 2001, 78(9):1267
- [4] Ishikawa Y, Shibata N, Fukatsu S. SiGe-on-insulator substrate using SiGe alloy grown Si(001). *Appl Phys Lett*, 1999, 75(7):983
- [5] Tezuka T, Sugiyama N, Mizuno T, et al. A novel fabrication technique of ultrathin and relaxed SiGe buffer layers with high Ge formation for sub-100nm strained silicon-on-insulator MOSFETs. *Jpn J Appl Phys*, 2001, Part1 40:2866
- [6] Huang F Y, Chu M A, Tanner M O, et al. High-quality strain-relaxed SiGe alloy grown on implanted silicon-on-insulator substrate. *Appl Phys Lett*, 2000, 76:2680
- [7] Petroff J F, Sauvage M, Riglet P, et al. Synchrotron-radiation plane-wave topography: Application to misfit dislocation imaging in Si-Ge heterojunctions. *Phil Mag A*, 1980, 42:319
- [8] Riglet P, Sauvage M, Petroff J F, et al. Synchrotron-radiation plane-wave topography: Comparison between experiments and computer simulations for misfit-dislocation images in Si-Ge heterojunctions. *Phil Mag A*, 1980, 42:339
- [9] Mai Zhenhong, Wang Chaoying, Wu Lansheng, et al. X-ray study of InAlAs/ InGaAs/ InP heterostructures. *Science China (Series A)*, 1994, 37(9):1125
- [10] Huang F Y, Chu M A, Tanner M O, et al. High-quality strain-relaxed SiGe alloy grown on implanted silicon-on-insulator substrate. *Appl Phys Lett*, 2000, 76(19):2680
- [11] Cohen G M, Mooney P M, Jones E C, et al. Characterization of the silicon on insulator film in bonded wafers by high resolution X-ray diffraction. *Appl Phys Lett*, 1999, 75:787
- [12] Luo Guangli, Lin Xiaofeng, Liu Zhinong, et al. Growth of fully relaxed Si_{0.83}Ge_{0.17} layer free of dislocations by UHV/CVD system. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2000, 21(7):682 (in Chinese) [罗广礼, 林小峰, 刘志农, 等. 弛豫 SiGe 外延层的 UHV/CVD 生长. *半导体学报*, 2000, 21(7):682]
- [13] Cheng Buwen, Li Daizong, Huang Changjun, et al. Growth of SiGe/ Si heterostructures by UHV/CVD. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2000, 21(3):250 (in Chinese) [成步文, 李代宗, 黄昌俊, 等. UHV/CVD 生长 SiGe/ Si 异质结构材料. *半导体学报*, 2000, 21(3):250]
- [14] Xu Shunsheng, Feng Duan. X-ray diffraction topography. Beijing: Science Press, 1987 (in Chinese) [许顺生, 冯端编. X 射线衍射貌相学. 北京: 科学出版社, 1987]
- [15] Koppensteiner E, Ryan T W, Heuken M, et al. Combining four-crystal seven-reflection and three-crystal five-reflection diffractometry for the characterization of ZnSe layers grown on GaAs by MOVPE. *J Phys D: Appl Phys*, 1993, 26:A35
- [16] Sawano K, Koh S, Shiraki Y, et al. In-plane strain fluctuation in strained-Si/ SiGe heterostructures. *Appl Phys Lett*, 2003, 83:4339
- [17] Hull R, Bean J C. Nucleation of misfit dislocations in strained-layer epitaxy in the Ge_xSi_{1-x}/ Si system. *J Vac Sci Technol A*, 1989, 7:2580
- [18] Ma Tongda, Tu Hailing, Shao Beiling, et al. Investigation of strained Si/ SiGe-OI heterostructure using high resolution electron microscope. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2004, 25(9):1123 (in Chinese) [马通达, 屠海令, 邵贝玲, 等. Si/ SiGe-OI 应变异质结构的高分辨电子显微分析. *半导体学报*, 2004, 25(9):1123]

Si/SiGe/Si-SOI by Synchrotron Radiation Double-Crystal Topography and High-Resolution Triple-Axis X-Ray Diffraction

Ma Tongda¹, Tu Hailing¹, Hu Guangyong², Shao Beiling², and Liu Ansheng²

(1 *National Engineering Research Center for Semiconductor Materials, General Research Institute for Nonferrous Metals, 100088 Beijing, China*)

(2 *National Center of Analysis and Testing for Nonferrous Metals and Electronic Materials, General Research Institute for Nonferrous Metals, 100088 Beijing, China*)

Abstract: Synchrotron radiation double-crystal topography (SRDT) in combination with high-resolution triple-axis X-ray diffraction (HRTXD) is employed to characterize Si/SiGe/Si-SOI subjected to in-situ low-temperature annealing. An obvious difference is found in the topographs taken at the FWHMs of the Si layers (004) diffraction peak. The asymmetry of the Si layers (004) diffraction peak is observed in synchrotron radiation double-crystal rocking curves and explained according to the results of SRDT and HRTXD. The double (004) diffraction peaks of the Si layers acquired by HRTXD 2 - scan are respectively identified.

Key words: synchrotron radiation double-crystal topography; high-resolution triple-axis X-ray diffraction; double diffraction peaks

PACC: 0785; 2920L

Article ID: 0253-4177(2005)07-1359-05