

X 射线回摆曲线定量检测 Si-GaAs 抛光晶片的亚表面损伤层厚度

曹福年 卜俊鹏 吴让元 郑红军 惠 峰 白玉珂 刘明焦 何宏家

(中国科学院半导体研究所 北京 100083)

摘要 本文通过测量 Si-GaAs 抛光晶片及其本体(腐蚀了晶片的亚表面损伤层)的 X 射线回摆曲线 FWHM, 与抛光晶片的 TEM 观测相结合, 作出晶片回摆曲线 FWHM 的比率 R 与 TEM 观测的晶片亚表面损伤层厚度 D 的关系曲线, 建立了一种定量检测 Si-GaAs 抛光晶片的亚表面损伤层厚度技术, 文中将对这种技术进行描述并作讨论

PACC: 6820, 6845

1 引言

随着 GaAs 器件和电路的发展, 对于作为直接离子注入工艺应用的基体材料和 MBE、MOCVD 外延用的衬底材料的 Si-GaAs 晶片, 不仅要求高质量的抛光表面, 而且要求非常薄的晶片亚表面损伤层。尤其诸如 GaAs 高速数字集成电路、微波单片集成电路及许多重要器件是在 Si-GaAs 抛光晶片上直接离子注入制作的, 通常其离子注入深度在晶片表面下 ~100nm 范围, Si-GaAs 晶片的亚表面损伤层就在这个范围内, 因此, 亚表面损伤层将对器件和电路性能造成损害。事实表明, 亚表面损伤降低了离子注入层电阻率的均匀性和电子迁移率; 降低了源漏饱和电流的均匀性和器件的成品率^[1]等。所以, 研究和制备超薄亚表面损伤层的 Si-GaAs 晶片是十分重要的。国际上 80 年代就开展这方面的研究, 采用了多种方法对 GaAs 晶片的亚表面损伤层进行了检测, 如化学腐蚀法^[2]、光子背散射法(PBS)^[1]、低穿透 X 射线回摆曲线技术^[3]和 TEM^[4]技术等, 这些方法都各有优点, 也存在着专用设备昂贵或测量结果不能定量等不足之处。

本文采用通用的 X 射线双晶衍射测量 Si-GaAs 抛光晶片及其本体的回摆曲线 FWHM, 并与抛光晶片的 TEM 观测相结合, 建立一种 X 射线回摆曲线 FWHM 定量检测 GaAs 抛光晶片亚表面损伤层厚度的方法。

2 实验

优质非掺杂 Si-GaAs 晶体是用高压 LEC 技术生长的, 并经常规退火处理, 最后用不同工

曹福年 男, 1940 年出生, 高级工程师, 长期从事 GaAs 单晶研制和晶体性质研究
卜俊鹏 男, 1965 年出生, 高级工程师, 从事 GaAs 单晶研制和晶片加工工艺研究
1997-12-16 收到, 1998-03-25 定稿

加工成 $\Phi 2$ 直径的(100)抛光晶片。

样品选取: $\Phi 2$ 直径的(100)抛光晶片, 厚度 $\sim 600\mu\text{m}$, 沿 $\bar{1}10$ 解理成两半, 并在带主定位边的半片中, 在中心沿 $\bar{1}10$ 方向解理成宽 6mm , 长约 24mm 的窄条做 X 射线测试样品, 相邻的 $\Phi 2$ 片约四分之一作透射电镜样品

透射电镜样品制备: 将透射电镜用的抛光晶片样品沿 $\bar{1}10$ 方向解理成约 1mm 宽的小窄条, 每四条的(100)面用胶粘合, 然后用金钢砂研磨减薄至约 $80\mu\text{m}$, 再解理成约 $2.5 \times 2.5\text{mm}$ 的小片, 用氩离子减薄至约 100nm 后, 制成剖面样品, 要求样品薄区大于晶片厚度 $600\mu\text{m}$ 。

X 射线回摆曲线使用高精度高分辨率的日本 SLX-IAL 双晶衍射仪, 使用 Cu $K\alpha(004)$ 进行测量

透射电子显微镜使用日本 TEM -200CX 分析透射电子显微镜进行观测

X 射线检测: 对于不同抛光工艺研制的具有不同亚表面损伤层的抛光晶片样品, 先测其 X 射线回摆曲线 FWHM 值为 F_p ; 然后用 H_2SO_4 : H_2O_2 : $\text{H}_2\text{O} = 5 : 1 : 1$ 溶液将原样品腐蚀掉约 $10\mu\text{m}$ (完全去除亚表面损伤层)再测量其 FWHM 值 F_B 。

TEM 观测: 对不同晶片的剖面样品, 用透射电镜进行明场或暗场观测, 在确认表面后进行拍照 根据观测的放大倍数和洗印照片的放大倍数即可确定标尺

3 结果及讨论

3.1 X 射线测试

对不同抛光工艺研制的多个晶体的抛光晶片的 X 射线样品, 先测得抛光晶片(含亚表面损伤层)的 X 射线回摆曲线的 FWHM 值, 定其为 F_p , 再测各个样品本体(不含亚表面损伤层)的 FWHM 值, 定为 F_B , 求出其比率 R , $R = [F_p - F_B] / F_p$, 结果列于表 1。

表 1 X 射线回摆曲线 FWHM 的 F_p , F_B 及比率 R

样品	$F_p/(\circ)$	$F_B/(\circ)$	$R/\%$	样品	$F_p/(\circ)$	$F_B/(\circ)$	$R/\%$
A	11.3	9.36	17.17	H	9.45	9.05	4.23
B	10.79	9.06	16.03	I	9.69	9.36	3.41
C	10.49	8.75	16.60	J	9.93	9.60	3.32
D	10.46	9.2	12.00	K	9.81	9.68	1.34
E	10.71	9.36	11.21	L	9.04	8.78	2.88
F	9.62	8.68	9.77	M	10.35	10.21	1.35
G	10.22	9.54	6.65				

3.2 透射电镜测量

用 TEM 明场或暗场观测 SiGaAs 抛光晶片剖面样品, 样品薄区尺寸大于晶片厚度 $600\mu\text{m}$, 保证能观察到晶片表面, 由于胶的存在, 抛光片表面容易分辨, 结果表明, 亚表面损伤层为位错或缺陷密集区, 具有明显的衬度反差, 在晶体一测还可观察到等高或等厚条纹, 有的可见小黑白瓣缺陷, 如图 1(见图版 1)所示 根据 TEM 观测的放大倍数和洗印照片的放大倍数确定的标尺, 就可测出亚表面损伤层厚度 D , 表 2 所列是与表 1 对应的 13 个样品(A~M)的 TEM 观测 D 值

表 2 TEM 观测的晶片亚表面损伤层厚度 D

样品号	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
D/mm	128	127	100	85	60	53	52	53	47	30	30	27	25

3.3 R 与 D 的关系

以 X 射线回摆曲线 FWHM 的比率 R 作纵坐标, 以 TEM 测出的亚表面损伤层厚度 D 作横坐标, 得出 R 与 D 的关系曲线, 见图 2 (见图版 D)。由图 2 可见, 统计看来 R 和 D 为线性关系, 只要测出比值 R , 就能得到具体 D 值

4 讨论

在发表的多种 GaAs 抛光晶片的亚表面损伤层厚度的检测方法中, 化学腐蚀法是最简单的, 一般是显示晶片亚表面损伤特征并以跟踪腐蚀测量其损伤层厚度, 通常 $10\mu\text{m}$ 左右, 但是根据我们最近的研究^[5], 这种化学腐蚀的亚表面损伤层厚度实际是晶片亚表面损伤层及其形成的应力区的总厚度。现在器件生产中应用的光子背散射法 (PBS), 它是对无损伤和清洁表面晶片进行快速方便非破坏性的检测技术, 由于光子背散射不仅与亚表面损伤而且与晶片表面散射中心有关, 因此它是一种定性检测技术。S Mccuigan^[4]等采用 TEM 对非掺 Si-GaAs 抛光晶片进行观测, 获得其亚表面损伤层厚度 70nm , 结果定量明确, 但是, TEM 制样复杂困难, 不宜作为常规检测方法。H. Kuwamoto^[3]等采用了有效 X 射线穿透深度 $0.43\mu\text{m}$ 的低穿透 X 射线回摆曲线技术, 估计了 Si-GaAs 晶片的亚表面损伤层厚度。我们的研究表明^[6], X 射线回摆曲线 FWHM 不仅与晶片亚表面损伤层有关, 也受到晶体自身本征缺陷的影响。因此, 如何避免晶片本征缺陷的影响, 是 X 射线回摆曲线 FWHM 准确检测晶片亚表面损伤层厚度的关键。本研究采用分别测量抛光晶片和晶片去除亚表面损伤层的本体 X 射线 FWHM, 并用其比率 R , 可以消除晶片自身本征缺陷的影响, 很好达到表征亚表面损伤层的结果。TEM 能直接观测抛光晶片的亚表面损伤层, 如图 1 在具有许多小黑白瓣缺陷的晶片薄区中, 明显可见其亚表面损伤层为缺陷密集区域。S Mccuigan^[4]等的 TEM 研究认为非掺 Si-GaAs 晶片的亚表面损伤层是高密度位错区域。

本研究选取同一晶片的最邻近区域, 采用 X 射线回摆曲线测量抛光晶片及其本体的 FWHM 的比率 R 和 TEM 直接观测抛光晶片亚表面损伤层厚度 D , 两种方法测量的结果是同一亚表面损伤层厚度。X 射线 FWHM 的比率 R 和 TEM 的 D 关系呈近线性关系。因此, 只要测出 Si-GaAs 抛光晶片及其本体的 X 射线 FWHM 值, 利用 R - D 关系, 就能用 X 射线回摆曲线 FWHM 定量检测其亚表面损伤层厚度。对于同一优质 GaAs 单晶, 其本征缺陷基本相同, 采用抽检单晶适当部位的晶片的本体 X 射线 FWHM 值为代表, 可用本法比较准确地无损估计单晶其余绝大部分晶片的亚表面损伤层厚度。本技术不仅对 Si-GaAs 晶片有效, 而且适用于所有 GaAs 晶片。

致谢 本研究得到陈诺夫、范缙文和张金福等同志在 X 射线回摆曲线 FWHM 测量和 TEM 观测工作的大力帮助, 作者深表感谢

参 考 文 献

- [1] L. C. Shannon *et al.* , *Sem i-Insulating III-V M aterials*, Toronto, 1990, P359.
[2] T. J. Magee *et al.* , ARACOR Technical Report, 1984, TR-80-84-1.
[3] H. Kuwamoto *et al.* , *J. Electrochem. Soc.* , 1990, **137**: 3272.
[4] S. McGigan *et al.* , *J. Crystal Growth*, 1986, **76**: 217.
[5] 曹福年, 等, 砷化镓及有关化合物会议论文集, 张家界, 1997, P45.
[6] 何宏家, 等, 砷化镓及有关化合物会议论文集, 昆明, 1993, P136.

Quantitative Measurement of Subsurface Damage Layer Thickness in Polished SI-GaAs Wafers by X-Ray Rocking Curve FWHM

Cao Funian, Bu Junpeng, Wu Rangyuan, Zheng Hongjun,
Hui Feng, Bai Yuke, Liu Mingjiao, He Hongjia

(Institute of Semiconductors, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083)

Received 16 December 1997, revised manuscript received 25 March 1998

Abstract A quantitative measurement technique of subsurface damage layer thickness in polished SI-GaAs wafers has been obtained by combining X-ray rocking curve FWHM with TEM observations. It is given that the rate (R) of X-ray rocking curve FWHM of the polished SI-GaAs wafer and its body (subsurface damage layer is etched) correlates with the thickness (D) of the same polished wafers subsurface damage layer observed by TEM. In this paper, the technique is described and discussed.

PACC: 6820, 6845