

应变硅结构的高分辨 X 射线衍射及其图谱分析*

马通达^{1,2,†} 屠海令¹ 邵贝羚² 刘安生² 胡广勇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: 运用高分辨 X 射线双晶衍射(DCD)、三轴晶衍射(TAD)和 TAD 图谱对绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构进行表征. 利用 TAD 结合 DCD(TAD-DCD)对称和非对称衍射测定了体 Si 衬底和外延层以及外延层之间的取向关系、SiGe 外延层的 Ge 含量及其弛豫度等异质外延生长的重要参数. TAD 倒易空间图谱能够给出全面的晶体结构信息. 高分辨率 TAD 倒易空间图谱可实现对应变 Si 层应变量的测定.

关键词: TAD-DCD; RLM; 应变 Si

PACC: 8160C; 6855; 3220R

中图分类号: TN304. 054

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2006)S0-0175-04

1 引言

在表面平滑且应变弛豫的 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 合金层上可以获得使载流子迁移率增加的应变 Si 层^[1]. 弛豫 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ “虚衬底”(virtual substrate)既可以在 Si 衬底上得到^[2], 也可以在 SOI(silicon-on-insulator)衬底上得到^[3~7]. 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 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 合金层向 SOI 顶层 Si 传递, 实现 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 层低位错密度下的应变弛豫. 然而, 高温退火容易导致位错形核、Ge 偏析和表面粗糙等, 所以降低退火温度有利于获得高质量的弛豫 $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 层.

目前对半导体多层膜的分析普遍采用 DCD 技术^[8], 通过实验和理论模拟分析, 能够较精确地测定多层膜和超晶格的成分、厚度、失配、界面弛豫及弯曲等结构参数. 但 DCD 使用的是开放式探测器, 接受来自样品各个方向的散射, 所以 DCD 摇摆曲线记录的是样品在 Bragg 角附近散射的积分强度信息. 而 TAD 在样品和探测器之间增加了一个具有独自转轴并能与探测器一起转动的第三晶体, 即分析晶体. 分析晶体大大减小了探测器的接收角, 大幅度提高了衍射峰的分辨率^[9], 克服了 DCD 的不足. Chu 及其合作者^[10]利用高分辨 TAD 对绝缘体上 SiGe 异质结构倒易空间图谱中嵌镶块引入的倒易阵点扩展进行了解释. Huang 等人^[7]成功运用 TAD 表征了应变传递, 并精确测定了 Ge 的组分和 SiGe 合金层的弛豫度.

本文利用超高真空化学气相沉积(UHV/CVD)在键合 SOI 晶片上沉积 Si/SiGe/Si 异质结构, 随后进行原位低温热处理. 运用高分辨 TAD 结合 DCD 技术(TAD-DCD)和 TAD 图谱对该结构进行表征, 得到了丰富的结构信息, 包括衬底与外延层、外延层与外延层之间的取向关系, SiGe 合金层的成分及其应变弛豫度, 以及 Si 盖帽层的应变等, 为生长工艺的进一步改进提供了可靠依据.

2 实验

采用键合 SOI 晶片作为衬底材料, 顶层 Si 方向是(001). 利用 UHV/CVD 在此衬底上连续外延生长 Si/SiGe/Si. 进行外延生长前, 首先将键合 SOI 晶片置于沸腾的 $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 = 4 : 1$ 溶液中化学清洗 15min, 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 去除表面氧化膜. 当外延生长系统真空达到 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, Si 外延生长温度是 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而下依次为: Si 帽层(20nm)、SiGe 合金层(35nm)、Si 缓冲层(15nm)以及 SOI 衬底(顶层 Si 85nm). 外延生长

* 国家自然科学基金资助项目(批准号:50502008)

† 通信作者. Email: matongda@126.com

2005-10-11 收到, 2005-12-23 定稿

完成后,对样品进行 750°C, 30min 的原位低温热处理.

高分辨 X 射线衍射测量在 Philips X'Pert 衍射仪上进行,经四晶体 Ge(220)单色器的 Cu K α_1 射线作为辐射源,角分辨率为 12'.进行 TAD 测量时,探测器前需要安装三次反射 Ge(220)分析晶体或狭缝.工作电压为 40kV,工作电流为 40mA.环境温度变化小于 1°C.

3 结果与讨论

3.1 TAD-DCD 测定晶体结构

由于 DCD 衍射几何使用了开放式探测器,对于两层以上的异质结构,DCD 摇摆曲线很难精确测定各个外延层的晶面间距以及外延层之间、外延层与衬底的取向关系.TAD 的高分辨特性则可以将晶体结构中的取向差和晶面间距等结构信息区分开来.然而,TAD 衍射几何中由于采用了分析晶体,降低了计数强度,延长了采谱时间.为了快速获得晶体取向、晶面间距等结构信息,可以对样品进行 TAD 和 DCD 整合测量,具体步骤如图 1 所示:(1)对样品进行 DCD 摇摆曲线测量,找到晶体结构的全部衍射峰;(2)将 ω 角(入射束与样品表面的夹角)固定在某个衍射峰位上,利用三轴晶进行 2θ 扫描,找到更加精确的衍射峰位置,将 2θ 角(入射束与衍射束间的夹角)固定下来;(3)进行三轴晶 ω 扫描,确定与 2θ 角对应的 ω 角;(4)将(2)和(3)再重复进行一次得到优化的 ω 和 2θ .

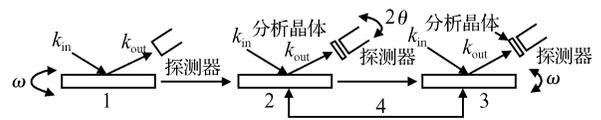


图 1 TAD 结合 DCD 测定晶体结构的过程

Fig.1 Schematic process of the structure determination using the combination of TAD with DCD

利用上述方法对绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构进行(004)衍射测量,发现体 Si 衬底与所有 Si 层(包括 Si 盖帽层、Si 缓冲层和 SOI 顶层 Si)和 SiGe 外延层在[004]方向上分别存在 0.6290°和 0.6324°的取向差;SiGe 外延层与所有 Si 层的取向差则较小,为 0.0034°.体 Si 衬底与 SOI 顶层 Si 之间的取向差是在键合 SOI 晶片制备过程中引入的^[10,11],该取向差的存在导致了 SOI 顶层 Si 上所有外延层与体 Si 衬底的取向差;SiGe 外延层与所有 Si 层之间的取向差是表面台阶和晶格失配的综合作用结果^[12].

在赝晶生长和简单异质外延的情况下,单一对称 X 射线衍射可以获得足够的结构信息.当外延层超过临界厚度时,异质外延结构会从赝晶生长转向非赝晶生长,应变发生部分弛豫,外延层面内的晶格参数与衬底的晶格参数不再相等.为了测定应变状态,除了对称衍射,必须对样品进行非对称衍射测量,例如 113 衍射.如表 1 所示,绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构中不同层的(113)衍射面之间存在取向差.SiGe 外延层和所有 Si 层(113)衍射晶面的取向差(0.3034°)是由 SiGe 外延层和所有 Si 层处于不同的应变状态所致.

表 1 TAD-DCD 的测量及计算结果

Table 1 Measurements of Si/SiGe/Si on SOI using the combination of TAD with DCD

测量及计算结果	(004)衍射			(113)衍射				R, %
	$\Phi = \omega - 2\theta/2$ /(°)	$2\theta/(°)$	$\omega/(°)$	$\Phi = \omega - 2\theta/2$ /(°)	a_{\perp}/nm	a_{\parallel}/nm	a_0/nm	
SiGe 层	-0.6574	55.4542	1.5420	-26.1851	0.5505	0.5437	0.5475	13.6
Si 层	-0.6540	56.1274	2.1820	-25.8817	0.5430	0.5434	0.5432	—
体 Si 衬底	-0.0250	56.1358	2.8168	-25.2511	0.5431	0.5431	0.5431	—

垂直和平行于样品表面的倒易晶格矢量 k_{\perp} 和 k_{\parallel} 在 $\omega-2\theta$ 空间与衍射峰位有如下关系^[13]: $k_{\perp} = 2r_E \sin\theta \cos(\omega - \theta)$ 和 $k_{\parallel} = 2r_E \sin\theta \sin(\omega - \theta)$, 式中 r_E 为 Ewald 球半径,由 $r_E = 1/\lambda$ 给出,其中 λ 为 X 射线波长.对外延层进行倒易晶格矢量计算时,如果外延层和衬底之间存在倾斜,在计算过程中应对上述表达式进行修正.对于 SiGe 外延层的(113)衍射,面内和垂直于平面的晶格常数 a_{\parallel} 和 a_{\perp} 分别由式 $a_{\parallel} = \sqrt{2}/k_{\parallel}$ 和 $a_{\perp} = 3/k_{\perp}$ 给出. a_{\parallel} 和 a_{\perp} 也被用于

计算外延层的弛豫度 $R = (a_{\parallel} - a_s)/(a_0 - a_s)$, 式中 a_s 为衬底的晶格常数, a_0 为 SiGe 合金的晶格参数, $a_0 = a_{\perp} [1 - 2\nu(a_{\perp} - a_{\parallel})/a_{\perp}(1 + \nu)]$, 式中 $\nu = 0.28$, 为 Poisson 比.具体测量数据和计算结果如表 1 所示.根据 Vegard 定则,SiGe 合金的晶格参数对应的 Ge 含量为 18.7%,与生长工艺参数相符.SiGe 外延层发生部分弛豫.

3.2 倒易格点图谱分析

将 0.06° 狭缝固定于探测器前,并在不同的 ω

角下做 $\omega/2\theta$ 扫描[样品和分析器(连探测器)以 1 : 2 的扫描速度联动], 可以获得绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构(004)倒易格点的等强度线, 如图 2 所示, 图中右边两衍射峰分别来自体 Si 衬底和所有 Si 层衍射, 左边衍射峰来自 SiGe 外延层衍射. 体 Si 衬底和外延层以及 SiGe 外延层和所有 Si 层之间在 [004] 方向上存在取向差. 此结果与 TAD-DCD 的测量结果相一致.

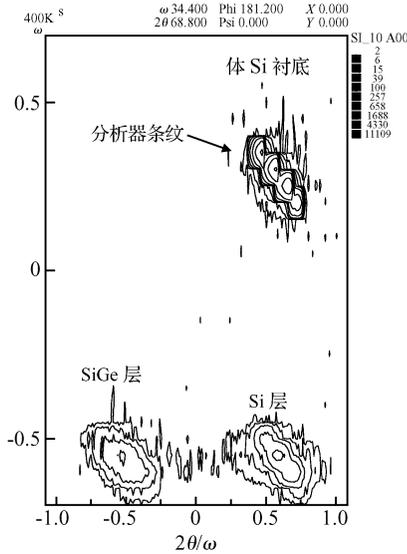


图 2 绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构(004)衍射倒易格点图谱
Fig.2 (004) RLMs of Si/SiGe/Si on SOI

为了进一步提高测量的分辨率, 利用三次反射 Ge(220)分析晶体取代狭缝, 再次在不同的 ω 角下

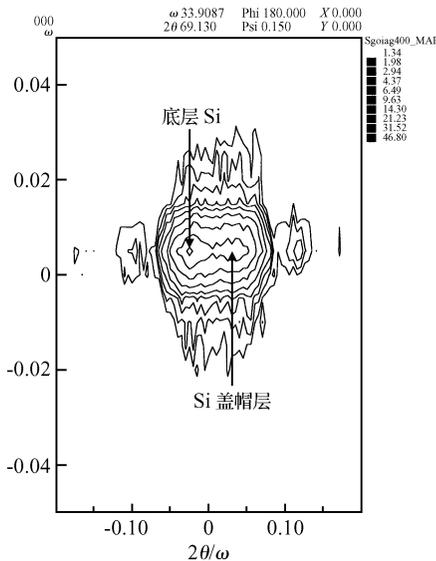


图 3 绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构中所有 Si 层(004)衍射倒易格点图谱
Fig.3 (004) RLMs of the Si layers in Si/SiGe/Si on SOI

对绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构做 $\omega/2\theta$ 扫描, 得到(004)倒易格点的等强度线. 经比较, 采用分析晶体后, 等强度线可给出更加丰富的结构信息, 如图 3 所示, 图中出现的衍射双峰与图 2 中所有 Si 层衍射峰相对应. 研究表明^[14], 衍射双峰分别来自 Si 盖帽层和 SiGe 外延层下方的 Si 层, 即 Si 缓冲层和 SOI 顶层 Si. Si 盖帽层的 2θ 发生漂移, 证明 Si 盖帽层发生面内拉伸应变, 应变量为 0.02%.

4 结论

利用高分辨 TAD-DCD 衍射技术和 TAD 图谱对 UHV/CVD 法制备的绝缘体上 Si/SiGe/Si 异质结构进行了表征, 获得了晶体取向、成分、弛豫度以及应变等晶体结构信息. TAD-DCD 作为有效的表征手段具有方便快捷的特点, 但该方法只能得到局部概要的信息. TAD 图谱可以给出全面的晶体结构信息, 采用三次反射 Ge(220)晶体作为分析器, 可以实现对 Si 盖帽层应变的表征.

致谢 感谢清华大学微电子所陈长春博士和黄文韬博士在样品生长方面给予的帮助和支持.

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] Welser J, Hoyt J L, Gibbons J F. Electron mobility enhancement in strained-Si n-type metal-oxide-semiconductor field-effect transistors. IEEE Electron Device Lett, 1994, 15: 100
- [3] Chen Z Y, Taraschi G, Currie M T, et al. Relaxed silicon-germanium on insulator substrate by layer transfer. J Electron Mater, 2001, 30: L37
- [4] 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
- [5] Ishikawa Y, Shibata N, Fukatsu S. SiGe-on-insulator substrate using SiGe alloy grown Si(001). Appl Phys Lett, 1999, 75(7): 983
- [6] 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 Part I, 2001, 40: 2866
- [7] 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
- [8] 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]
- [9] Fewster P F. X-ray diffraction from low-dimensional struc-

- tures. *Semicond Sci Technol*, 1993, 8: 1915
- [10] Chu M A, Tanner M O, Huang F, et al. Photoluminescence and X-ray characterization of relaxed $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ alloy grown on silicon on insulator (SOI) and implanted SOI substrates. *J Cryst Growth*, 1997, 175/176: 1278
- [11] Hong S, Foo Y L, Bratland K A, et al. Smooth relaxed $\text{Si}_{0.75}\text{-Ge}_{0.25}$ layers on Si(001) via in situ rapid thermal. *Appl Phys Lett*, 2003, 83(21): 4321
- [12] Nagai H. Structure of vapor-deposited $\text{Ga}_x\text{In}_{1-x}\text{As}$ crystals. *J Appl Phys*, 1974, 45: 3789
- [13] Van der Sluis P. Determination of strain in epitaxial semiconductor layers by high-resolution X-ray diffraction. *J Phys D: Appl Phys*, 1993, 26: A188
- [14] Ma Tongda, Tu Hailing, Hu Guangyong, et al. Si/SiGe/Si-SOI by synchrotron radiation double-crystal topography and high-resolution triple-axis X-ray diffraction. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2005, 26: 1359 (in Chinese) [马通达, 屠海令, 胡广勇, 等. 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. *半导体学报*, 2005, 26: 1359]

High Resolution X-Ray Diffraction and Reciprocal Lattice Mapping of Strained-Si/SiGe on SOI*

Ma Tongda^{1,2,†}, Tu Hailing¹, Shao Beiling², Liu Ansheng², and Hu Guangyong²

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

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

Abstract: High resolution X-ray double-crystal diffraction (DCD), triple-axis diffraction (TAD), and TAD reciprocal lattice mapping (RLM) are employed to characterize Si/SiGe/Si heterostructures on SOI. The crystallographic misalignment within the layers, and Ge concentration and relaxation percentage of the SiGe layer are measured using TAD combined with DCD (TAD-DCD). TAD RLM can present necessary structural parameters of Si/SiGe/Si heterostructures on SOI. The strain in the thin Si capping layer is determined by high resolution TAD RLM.

Key words: TAD-DCD; RLM; strained Si

PACC: 8160C; 6855; 3220R

Article ID: 0253-4177(2006)S0-0175-04

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 50502008)

† Corresponding author. Email: matongda@126.com

Received 11 October 2005, revised manuscript received 23 December 2005

©2006 Chinese Institute of Electronics