

# As<sup>+</sup>注入 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 中应变弛豫的 双晶 X 射线衍射研究\*

邹吕凡 王占国 孙殿照 何 沙<sup>1</sup> 范缇文 张靖巍

(中国科学院半导体研究所 半导体材料科学实验室 北京 100083)

(1 中南民族学院电子工程系 武汉 430074)

**摘要** 作者首次用 X 射线双晶衍射技术对注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 合金的晶格损伤消除和应变弛豫进行了研究,并与未注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 合金的应变弛豫进行了比较。结果表明,退火后,注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层中的应变分布不同于未注入 As<sup>+</sup> 的应变分布。对于未注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 样品,其 X 射线衍射峰的半宽度 FWHM 由于退火引起应变弛豫导致镶嵌结构的产生而展宽。对于注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 样品,950℃的快速退火过程可以有效地消除晶格损伤,使晶格得以恢复,且其退火后的 X 射线衍射峰的半宽度比未注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 样品的半宽度窄,甚至比部分弛豫的原生样品的半宽度窄。这可能是退火后一部分 Ge 的晶格位置被 As 原子占据,导致晶格体积收缩,应变弛豫,因而失配位错密度低的缘故。

PACC: 6630J, 6110F

近来,我们用 SIMS、TEM、EDS、XPS 等技术对各种组分( $x=0.09\sim0.50$ )的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金中注入的 As 离子行为进行了研究<sup>[1~3]</sup>,指出 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金中 Ge 组分越大,As 扩散越快,且在 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金中容易形成 GeAs 沉淀。由于 As 的原子半径(0.118nm)与 Si 的原子半径(0.117nm)相近,但比 Ge 的原子半径(0.122nm)<sup>[4,5]</sup>小,Ge 的晶格位置如果被 As 原子占据,Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层中的应变分布必将发生改变。为了优化器件的设计,必须精确知道 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub>/Si 异质结构中的应变分布。X 射线双晶衍射(DCXRD)技术提供了一个评价外延膜结晶质量和应变分布的有用手段<sup>[6~8]</sup>。Timbrell 等将 X 射线双晶衍射技术用于检测退火后 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延膜中的应变改变<sup>[9]</sup>,发现对于弛豫的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金的(004)摇摆曲线呈现出非常宽的衍射峰。衍射峰的展宽主要是由于退火后 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金层存在镶嵌结构的缘故<sup>[10]</sup>。本文中,我们首次报道了用 X 射线双晶衍射技术研究注入 As<sup>+</sup> 的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> 外延层中

\* 国家自然科学基金资助项目

邹吕凡 男,博士生,目前主要从事 SiGe 材料的生长、性质及相关器件的研究

王占国 男,中国科学院院士,目前主要从事低维半导体异质结构材料及性质研究

何 沙 男,讲师,目前主要从事凝聚态物理的研究

1996 年 3 月 18 日收到初稿,1996 年 6 月 11 日收到修改稿

退火前后的应变分布,并与未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>外延层中退火前后的应变分布进行了比较。结果表明,对于注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品,950℃的快速退火过程可以有效地消除晶格损伤,使晶格得以恢复,且其退火后的X射线衍射峰的半宽度比未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的窄,甚至比部分弛豫的原生样品的半宽度窄。

实验中所用的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品是用气态源分子束外延(GSMBE)技术生长的,所用气态源为 Si<sub>2</sub>H<sub>6</sub> 和 GeH<sub>4</sub>。生长工艺如下(详细过程见文献[11,12]):采用 CZ p-Si(晶向为<100>,电阻率为 5~10Ω·cm)作衬底,生长温度为 620℃,Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层的厚度为 200nm。生长 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层前,在 750℃下先生长一层 150nm 厚的 Si 缓冲层。Ge 组分由 AES 深度分布确定,其值为  $x=0.43\pm0.02$ 。

在室温下进行 As 离子注入。注入能量为 100keV,注入剂量为  $2\times10^{16}\text{cm}^{-2}$ 。注入后将样品解理分为两组,连同未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品,分别在 950℃和 1050℃下快速退火 18 秒(包括样品升温时间 3 秒)。所使用的为 KST-II 型卤钨灯快速退火系统。退火时,不用密封保护膜,样品注入面紧贴 Si 托片的清洁表面,保护气氛为高纯干氮。

X 射线双晶衍射测量是在 Rigaku SLX-1AL 型 X 射线双晶衍射仪上进行的。X 射线源为 CuK $\alpha_1$ 。采用非对称衍射(掠入射)的 Ge(004)单色器,入射角  $\omega\approx6^\circ$ , $\beta=0.08$ ,其本征半宽度 FWHM≈2.3°。摇摆曲线采用  $\theta/2\theta$  联动方式获得。

图 1 是 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的 X 射线双晶衍射测量结果。其中图 1(a)为原生样品的摇摆曲线,图 1(b)为注入 As<sup>+</sup>后未退火样品的摇摆曲线,图 1(c)、(e)分别为未注入 As<sup>+</sup>而在 950℃和 1050℃退火样品的摇摆曲线,图 1(d)、(f)分别为注入 As<sup>+</sup>并在 950℃和 1050℃退火样品的摇摆曲线。比较图 1(a)、(b)可见,注入 As<sup>+</sup>的样品的 SiGe 峰移向摇摆曲线的低角度侧,这与 P 离子、B 离子注入 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层中的情形相似<sup>[13,14]</sup>。这意味着注入的 As 原子造成晶格膨胀,从而引起注入层的正应变,使得 SiGe 峰移向低角度侧。与原生样品比较,注入 As<sup>+</sup>后, SiGe 峰的强度显著减弱,半宽度显著增宽,这是由于注入层因辐照损伤而成为非晶层的缘故。950℃和 1050℃快速退火后,注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的 SiGe 峰的强度显著增加,这说明 950℃的快速退火过程可以有效地消除晶格损伤,使晶格得以恢复。比较图 1(c)和(e)、(d)和(f)可见,随着退火温度的增加,注入 As<sup>+</sup>和未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的 SiGe 峰移动不明显,即垂直应变  $\epsilon_{\perp}$  随退火温度的增加变化不大,这可能是由于高于 950℃退火后, Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>合金接近完全弛豫的缘故。

对于原生样品,Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>外延层中的垂直应变  $\epsilon_{\perp}$  为  $(2.1\pm0.05)\times10^{-2}$ (图 1(a)),退

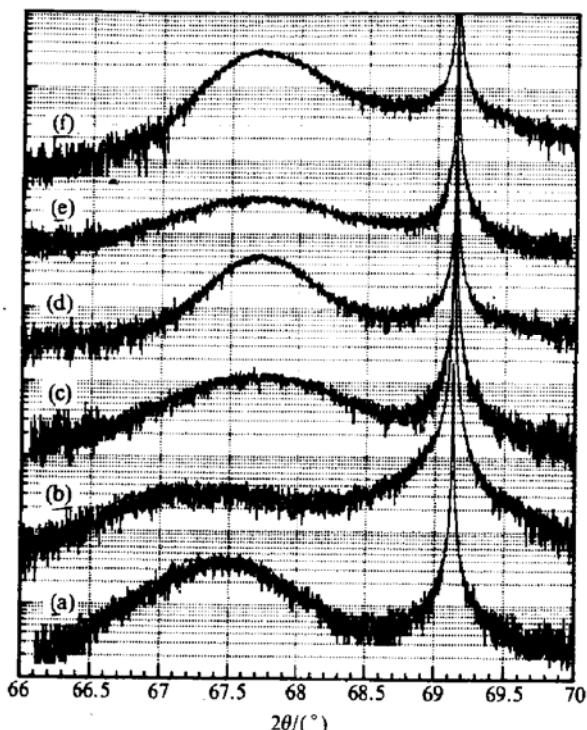


图 1 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的(004)X 射线  
双晶衍射摇摆曲线

- (a) 原生样品;
- (b) As<sup>+</sup>注入并未退火;
- (c) 950℃退火;
- (d) As<sup>+</sup>注入并 950℃退火;
- (e) 1050℃退火;
- (f) As<sup>+</sup>注入并 1050℃退火。

火后,未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>外延层中的垂直应变  $\epsilon_{\perp}$  为  $(1.81 \pm 0.05) \times 10^{-2}$  (图 1(c)、(e)), 注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>外延层中的垂直应变  $\epsilon_{\perp}$  为  $(1.79 \pm 0.05) \times 10^{-2}$  (图 1(d)、(f)), SiGe 峰的移动表明,退火后由于合金层中应变弛豫而引起生长方向上晶格常数的改变。由图 1(c)、(e)可见,未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的 SiGe 峰的移动同时伴有峰的明显展宽。

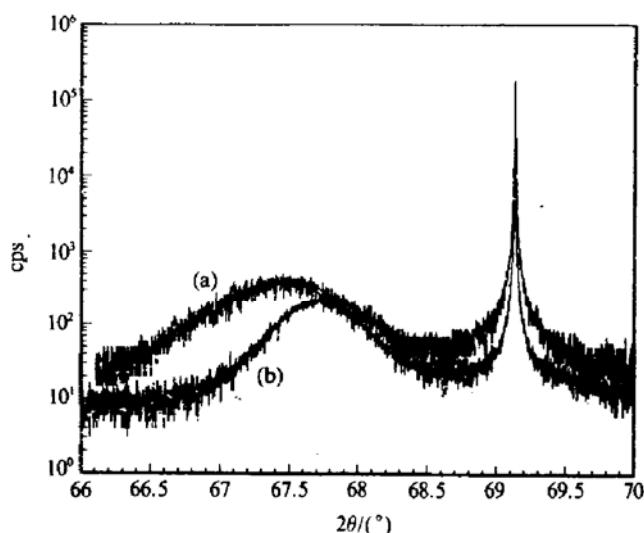


图 2 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的(004)X射线

双晶衍射摇摆曲线

(a) 原生样品; (b) As<sup>+</sup>注入并 950℃退火。

比较图 1(c)和(d)、(e)和(f)可以看到,在同样的退火温度下,注入 As<sup>+</sup>的 SiGe 峰的半宽度比未注入 As<sup>+</sup>的半宽度窄。且由图 2 可见,注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品退火后的 SiGe 峰的半宽度甚至比原生样品的半宽度窄。这些结果说明,退火过程中,注入 As<sup>+</sup>和未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 中的应变弛豫机制不同。

考虑到 SiGe 合金的自然线宽,仪器的本征半宽度,晶格平面弯曲和合金组分波动引起的衍射峰的展宽<sup>[15]</sup>,以及失配位错对衍射峰展宽的贡献,假定失配位错主要是平面分布<sup>[16]</sup>,晶格平面弯曲起因于弹性形变<sup>[17~19]</sup>,可以求得退火后衍射峰半宽度的增量

$$\Delta\beta = \beta_T - \beta_0 = \frac{9b^2t^2}{\beta_T + \beta_0} (\rho_T^2 - \rho_0^2) \quad (1)$$

其中  $\beta_0$ 、 $\beta_T$  分别为退火前、后衍射峰的半宽度;  $\rho_0$ 、 $\rho_T$  分别为退火前、后 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 合金中的位错密度;  $b$  为柏格斯矢量;  $t$  为外延层厚度。根据图 1(a)、(c)、(e)的结果,由式(1)得到  $\rho_T - \rho_0 > 0$ , 即,对于未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层的 X 射线衍射峰的展宽主要是由于应变弛豫产生失配位错进而导致镶嵌结构产生的缘故。根据图 1(a)、(d)、(f)的结果,由式(1)得到  $\rho_T - \rho_0 < 0$ , 这说明退火后,注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 中的失配位错密度低于未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub>, 甚至低于部分弛豫的原生样品。 $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  的注入剂量足以使 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 注入层成为非晶层。在快速退火过程中,杂质的退火特性与固相外延过程有关。在固相外延过程中,掺杂原子与基质原子一起进入晶格点阵,成为载流子,另一部分未激活的砷原子形成 GeAs 沉淀<sup>[2,3,20]</sup>。由于 As 的原子半径与 Si 的原子半径相近,但比 Ge 的原子半径小,退火后,As 若占据 Si 的晶格位置,对 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层中的应变分布影响不大;但若占据 Ge 的晶格位置,晶格体积将收缩,导致 Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> 外延层中应变弛豫,退火过程中,失配位错的产生也会相应地减少。由于镶嵌结构仅仅取决于失配位错密度<sup>[10]</sup>,因而导致注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的 X 射线衍射峰的半宽度退火后变窄。进一步结果将另文研究。

综上所述,退火后,注入 As<sup>+</sup>的 SiGe 外延层中的应变分布不同于未注入 As<sup>+</sup>的应变分布。对于未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品,其 X 射线衍射峰的半宽度由于退火引起应变弛豫导致镶嵌结构的产生而展宽。对于注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品,950℃的快速退火过程可以有效地消除晶格损伤,使晶格得以恢复,且其退火后的 X 射线衍射峰的半宽度比未注入 As<sup>+</sup>的 Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub>样品的半宽度窄,甚至比部分弛豫的原生样品的半宽度窄。这可能是退火后一

部分 Ge 的晶格位置被 As 原子占据, 导致晶格体积收缩, 应变弛豫, 因而失配位错密度低的缘故。就作者所知, 注入  $\text{As}^+$  的  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  外延层中的应变弛豫研究, 以前未见报道。

**致谢** 作者与王玉田副研究员、庄岩助理研究员进行了有益的讨论。对此, 作者表示感谢。

### 参 考 文 献

- [1] Lyufan Zou, Z. G. Wang, D. Z. Sun *et al.*, Comparison of Arsenic Diffusion in Si and  $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$  Epilayers, Oral Presentation in the IEEE 9th Semiconducting and Insulating Materials Conference, Toulouse, France (1996), and Accepted for Publication in the IEEE SIMC-9 Proceedings.
- [2] T. W. Fan, A. Nejim, J. P. Zhang *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1995, **66**: 1117.
- [3] T. W. Fan, Lyufan Zou, Z. G. Wang *et al.*, "GeAs Precipitation in High Dose As Ion Implanted  $\text{Ge}_{0.5}\text{Si}_{0.5}$  alloy" (submitted to J. Appl. Phys.).
- [4] L. Pauling, The Nature of Chemical Bond (Cornell Univ. Press, 1960).
- [5] J. C. Phillips, Bonds and Bands in Semiconductors (Academic, New York, 1973).
- [6] J. -M. Baribeau, Appl. Phys. Lett., 1988, **52**: 105.
- [7] P. J. Wang, M. S. Goorsky, B. S. Meyerson *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1991, **59**: 814.
- [8] K. Eberl, S. S. Iyer, S. Zollner *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1992, **60**: 3033.
- [9] P. Y. Timbrell, J. -M. Baribeau, D. J. Lockwood *et al.*, J. Appl. Phys., 1990, **67**: 6292.
- [10] P. M. Mooney, F. K. LeGoues, J. O. Chu *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1993, **62**: 3463.
- [11] Lyu-fan Zou, Z. G. Wang, D. Z. Sun, *et al.*, in Proceedings of the Third International Conference on Nonlinear Optical Physics and Applications, Harbin (1995), p. 12.
- [12] Lyu-fan Zou, Z. G. Wang, D. Z. Sun *et al.*, in Proceedings of the Third National Conference on Molecular Beam Epitaxy, Jiande (1995), p. 118.
- [13] D. Y. C. Lie, J. H. Song, M. A. Nicolet *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1995, **65**: 592.
- [14] L. P. Chen, T. C. Chou, C. H. Chien *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1996, **68**: 232.
- [15] M. Grundmann, U. Lienert and D. Bimberg, Appl. Phys. Lett., 1989, **55**: 1765.
- [16] P. B. Hirsh, in Process in Metal Physics, edited by B. Chalmers and R. King (Pergamon, New York, 1956), p. 283.
- [17] M. J. Hordon and B. J. Averbach, Acta Metall., 1961, **9**: 237.
- [18] S. N. G. Chu, A. T. Macrander, K. E. Strega *et al.*, J. Appl. Phys., 1985, **57**: 249.
- [19] C. Bocchi, C. Ferrari and P. Franzosi, J. Electron Mater., 1987, **16**: 245.
- [20] V. S. Tishkov, P. I. Gaiduk, S. Yu. Shiryaev *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1996, **68**: 655.

# Analysis of Strain Relaxation in As<sup>+</sup> Implanted Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> Epilayers by Double-Crystal X-Ray Diffraction

Zou Lyufan, Wang Zhanguo, Sun Dianzhao, He Sha<sup>1</sup>,  
Fan Tiwen and Zhang Jingwei

(*Laboratory of Semiconductor Material Science, Institute of Semiconductors,  
The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083*)

(*1 Department of Electronic Engineering, South Central College for Nationalities, Wuhan 430074*)

Received 18 March 1996, revised manuscript received 11 June 1996

**Abstract** We report the first study of strain relaxation in As<sup>+</sup> implanted Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> epilayers, and compare strain relaxation in As<sup>+</sup> implanted Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> epilayers to that in non-implanted Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> epilayers using X-ray double crystal diffractometry (DCXRD). Experimental results show that after rapid thermal annealing (RTA) the full width at half maximum (FWHM) of X-ray peak of As<sup>+</sup> implanted Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> epilayers is narrower than that of non-implanted epilayers, and even than that of the partially relaxed as-grown samples. This may be due to low densities of misfit dislocations which originate from that a portion of As atoms are incorporated into the Ge lattice site along with the host atoms after RTA, so that lattice contracts and strain relaxes in Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> epilayers, and the broadening of X-ray peak of non-implanted Si<sub>0.57</sub>Ge<sub>0.43</sub> epilayers is due primarily to mosaic structure from misfit dislocations generated by the relaxation. The results show that the RTA process at higher than 950 °C can result in complete removal of irradiation damage from As<sup>+</sup> implanted Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> samples.

**PACC:** 6630J, 6110F