

两步退火对 SIMOX 结构形成的影响

陈南翔 王忠烈

(北京大学微电子学研究所,北京)

黄 敏

(陕西骊山微电子学研究所,临潼)

1989年6月26日收到

本文通过卢瑟夫沟道背散射 (RBS/Channeling) 及透射电子显微镜 (TEM) 研究了 SIMOX 结构的低、高温两步退火形成。实验结果表明：通过两步退火可以获得顶部硅层中无氧沉淀缺陷的、硅与二氧化硅界面较为突变的 SIMOX 结构。本文也讨论了在两步退火期间，SIMOX 结构形成的物理过程。

主题词 两步退火, 氧沉淀, 氧注入隔离

一、前 言

85年以前，在制备 SIMOX 结构 (Separation by Implanted Oxygen) 时大多数采用常规的高温退火 ($1100^{\circ}\text{C} \leq T_a < 1250^{\circ}\text{C}$) 方法。然而研究结果表明：用该方法制备出的 SIMOX 结构存在着顶部硅层中缺陷较多、 Si/SiO_2 界面较差等问题^[1]。85年以后，制备 SIMOX 结构时的退火温度进入了超高温范围 ($1300^{\circ}\text{C} \leq T_a \leq 1407^{\circ}\text{C}$)，利用超高温退火制备出了顶部硅层中无氧沉淀缺陷、 $\text{Si}-\text{SiO}_2$ 界面突变的 SIMOX 结构^[2-3]。目前，超高温退火已被认为是制备高质量 SIMOX 结构的必备方法^[4]。

我们所进行的超高温退火研究表明^[5]：虽然超高温退火能明显改进顶部硅层及 $\text{Si}-\text{SiO}_2$ 界面的特性，但它同时也引入了硅片形变、有滑移缺陷产生等问题。考虑与器件工艺的兼容性以及存在的问题，我们认为超高温退火在实际应用中是存在一定的问题的。

为了避免超高温退火对 SIMOX 结构质量所带来的副作用，并解决以往的常规高温退火后 SIMOX 结构中所存在的质量问题。我们首次进行了 SIMOX 结构低温退火的形成研究，并研究了低、高温两步退火形成 SIMOX 结构。

二、实验条件及方法

选用 P 型 $\langle 100 \rangle$ 、电阻率为 $20-30\Omega\cdot\text{cm}$ 的 CZ 硅单晶作为原始基质衬底，氧注入能量为 150keV ，注入剂量为 $1.3 \times 10^{18}/\text{cm}^2$ ，注入时硅片温度保持在 500°C 。在退火之前，在注氧硅片的表面低温淀积 SiO_2 (5000\AA)。低温退火的条件为 $550^{\circ}\text{C} 60\text{h}$ ，高温退火的条件为 $1250^{\circ}\text{C} 2\text{h}$ 。退火在氮气氛下进行。

在两步退火过程中氧原子的再分布情况以及顶部硅层氧注入辐射损伤的恢复情况系采用背散射及离子沟道谱 (RBS/Channeling) 进行分析；二步退火后 SiO_2 埋层是否形成

采用红外吸收光谱 (IR) 进行鉴别; SIMOX 样品的结构分析系采用透射电子显微镜 (TEM) 进行。

三、实验结果

图 1 为两步退火后 ($550^{\circ}\text{C} 60\text{h} + 1250^{\circ}\text{C} 2\text{h}$) 样品的 RBS/channeling。此时的离子沟道表面最小产额 x_{\min} 约为 4.9%。而该样品在仅经过低温退火 ($550^{\circ}\text{C} 60\text{h}$) 后的离子沟道表面最小产额 x_{\min} 约为 5.7%^[6]。由此可见: 通过第二步高温退火可进一步减小顶部硅层中的辐射损伤, 在表面处的硅单晶质量已达到原始硅单晶材料的水平。图 1 中近似为“矩形”的氧原子分布表明 (在经过第一步低温退火后, 氧原子分布近似为“高斯”型^[6]): 在第二步高温退火期间, 出现了明显的氧原子再分布, 形成了一定厚度的 SiO_2 埋层。由图 1 可计算出目前所形成的 SIMOX 结构中, 顶部硅单晶层厚度为 190nm, SiO_2 埋层厚度为 260nm, 在 SiO_2 埋层两侧的氧原子分布过渡区近似为 60nm。

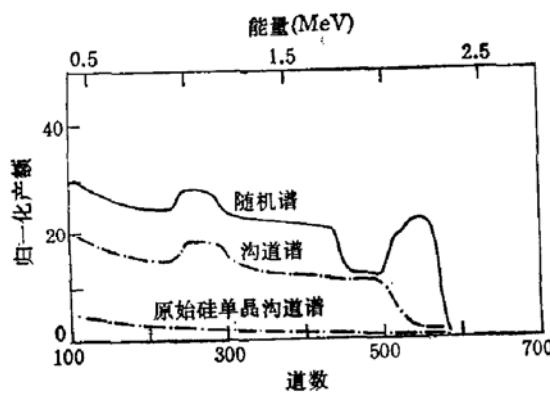


图 1 两步退火后 SIMOX 样品的离子沟道背散射谱

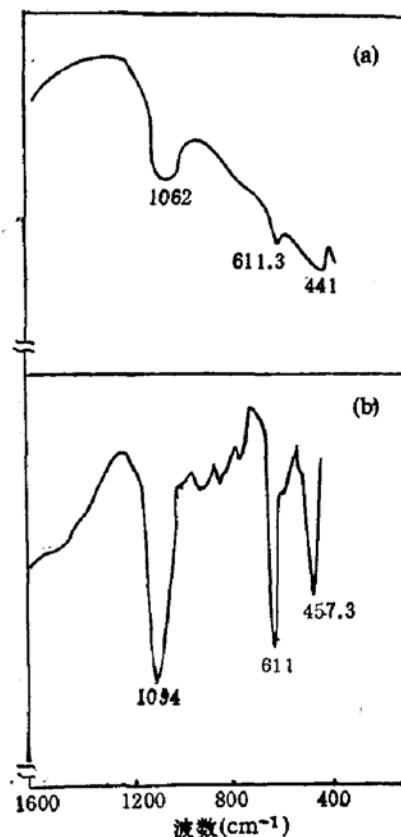


图 2 两步退火前后 SIMOX 样品的红外吸收光谱 (a) $550^{\circ}\text{C} 60\text{h}$ 热处理后 (b) $550^{\circ}\text{C} 60\text{h} + 1250^{\circ}\text{C} 2\text{h}$ 热处理后

图 2 为两步退火后样品的富里叶红外吸收光谱。为了便于比较, 图中也给出了经过低温退火后样品的红外吸收光谱(图 2a), 从图 2 中可见: 经过低温退火后的样品(图 2a), 在波数为 1062.2cm^{-1} 处形成了一个较宽的吸收带(该处吸收与 $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 反对称伸张振动有关), 同时, 在 441.8cm^{-1} 处存在一个极弱的吸收峰(该处为 $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 键合型吸收峰)。这些结果表明: 仅经过低温退火的样品, SiO_2 埋层并没有充分地形成, 实际上形成的是 SiO_x 。而对于经过两步退火后的样品(图 2b), $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 伸张振动型吸收峰不仅发生了位移(位移到 1094cm^{-1} 处), 而且吸收峰明显增强。同样, $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$ 键合型吸收峰也出现了位移(位移到 457.3cm^{-1}), 吸收峰也增强。该结果表明: 经过第二步高温退火, 已形成了

一定厚度的 SiO_2 埋层，并且由于张力键的减少^[7]，使得所形成的 SiO_2 更加接近于热氧化的水平。值得说明的是：通过热氧化形成的 SiO_2 ，其两种模式的 Si-O-Si 吸收峰分别位于 1190cm^{-1} 及 458cm^{-1} ^[8]。

图 3 为经过退火后 SIMOX 样品的剖面透射电镜显微照片*，图 3a 为经过低温退火后样品的剖面结构，图 3b 为经过两步退火后的 SIMOX 结构。为了便于比较，图 3c 给出了一步超高温退火后（ 1400°C , 1h）样品的剖面透射电镜照片。从中可见：对于仅经过低温退火（ 550°C 60h）的样品，并没有形成充分的 SiO_2 埋层，而是形成了一个宽度为 260nm 的氧沉淀带，在该沉淀带中的氧沉淀具有较大的分布密度及较小的尺度，而经过第二步高温退火后，已形成了一定厚度的 SiO_2 埋层。从图 3b 中可以看出：目前已形成了顶部硅层中无氧沉淀缺陷、 $\text{Si}-\text{SiO}_2$ 界面较为突变的 SIMOX 结构，SIMOX 结构中的顶部硅层厚度约为 200nm ， SiO_2 埋层厚度约为 360nm ，同时从透射电镜照片上已很难估算 Si 与 SiO_2 层之间的缺陷过渡区宽度。从图 3c 上可以看到：一步超高温退火所得到的顶部硅层厚度为 280nm ， SiO_2 埋层厚度为 260nm 。

对比超高温退火与两步低、高温退火的实验结果，可以发现：两种退火方法都得到了顶部硅层无氧沉淀缺陷、 $\text{Si}-\text{SiO}_2$ 界面较为突变的 SIMOX 结构。同时，两种退火方法所形成的 SiO_2 埋层中，均存在一定量的异常微结构^[9]。除此之外，在两者之间尚存在下列差异：

- (1) 两步退火所形成的 SiO_2 埋层较厚，相应的顶部硅层厚度减少。
- (2) 两步退火后出现在 SiO_2 埋层中的异常微结构具有较小的尺度及较大的分布密度。

四、分析与讨论

通过图 3 中的实验结果对比，就可以看出：低温退火后所形成的氧沉淀带在经过第二步高温退火后被一定厚度的 SiO_2 埋层所取代。这就意味着在第二步高温退火期间，氧沉淀中的氧沉淀出现了溶解过程。对此，我们的解释如下：

当硅中形成氧沉淀时，其要产生体积膨胀，导致了氧沉淀相的表面自由能增加。于是就存在一个氧沉淀的临界半径 r_c ， r_c 的大小与氧沉淀所处的平衡温度及过饱和氧浓度等因素有关。在给定的温度下，只有大于 r_c 的氧沉淀才是稳定的，否则就会出现溶解。在低温退火时，氧沉淀的临界半径 r_c 是相当小的，这就非常有利于氧沉淀的成核。但由于所处的温度低，已成核的氧沉淀的生长受到限制，于是在低温退火后就导致了一个尺度小但密度大的氧沉淀带形成。在第二步高温退火时，氧沉淀的临界半径 r_c 较大，在低温退火后形成的小尺度氧沉淀此刻是不稳定的。这样在高温退火期间，一些氧沉淀核势必要长大以保证其热稳定性，而另一些未能得到充分生长的氧沉淀就会出现溶解。溶解所释放出的氧原子扩散到其它较大尺度的氧沉淀上，进一步地促进了大尺度氧沉淀的生长。这些长大后的氧沉淀相互连续而转变为 SiO_2 埋层，但同时也在 SiO_2 埋层中遗留下一定密

* 图 3 见图版 I.

度的异常微结构^[4]。

氧沉淀的形成可以分为成核及生长两个过程。从上分析可知：在两步退火过程中，第一步低温退火起到氧沉淀成核的作用，而第二步高温退火起到促进氧沉淀核生长的作用。

氧注入后的退火期间存在着两种动力学过程，即氧注入辐射损伤的恢复过程与 SiO₂ 层的形成过程。从某种意义上讲，这两个动力学过程是互为竞争的。在一步的高温及超高温退火中，两个过程是同时发生的。而在低、高温两步退火过程中，低温退火时消除辐射损伤的固相外延过程占主要地位，而第二步高温退火时，SiO₂ 埋层形成过程占主要地位，这样就极大地避免了由于 SiO₂ 形成对顶部硅层单晶质量所产生的不利影响。

在常规的 SIMOX 结构的退火形成时，表面均要覆盖一层 SiO₂ 层，以此作为退火期间的硅表面单晶的保护层。然而，该表面保护层阻挡了氧原子的“外逸”，使得 SIMOX 结构的顶部硅层中含有较高浓度的氧原子。在两步退火中，由于第一步低温退火已实现了顶部硅层中注入辐射损伤的恢复，因此在第二步高温退火时可以将 SiO₂ 表面保护层去掉。通过第二步高温退火期间氧杂质的外扩散来降低顶部硅层中的氧含量以有利于 MOS 器件的制备。

五、结 论

通过低、高温两步退火，可以制备出顶部硅层中无氧沉淀缺陷、Si-SiO₂ 界面较为突变的 SIMOX 结构。

在两步退火过程中，SiO₂ 层的形成可以概述为：低温退火促进氧沉淀成核，第二步高温退火促进氧沉淀长大，长大后的 SiO₂ 沉淀相互交合而形成 SiO₂ 埋层。

在两步退火过程中所存在的动力学过程可概述为：低温退火时，消除辐射损伤的固相外延过程占主要地位；第二步高温退火时，SiO₂ 的形成过程占主要地位。

有关低、高温两步退火制备 SIMOX 结构的研究仅仅是初步的，退火条件（如温度等）尚须进一步的优化。然而，现有的结果已表明：退火方式的改变对于 SIMOX 结构的影响是不容忽视的。

参 考 文 献

- [1] H.W. Lam *et al.*, *J. cryst. Growth*, **63**, 554 (1983).
- [2] P.L.F. Hemment *et al.*, *Vacuum*, **36** (11/12), 877 (1986).
- [3] C. Jaussand *et al.*, *Mat. Res. Soc. Symp. proc.*, **1988**.
- [4] A.H. Van Ommen IBMM'88, Tokyo, Japan, (1988).
- [5] 陈南翔, 王忠烈, 黄敞, “超高温(1400℃)退火对 SIMOX 结构的影响”, 半导体学报, **11**, (1990), 待发表。
- [6] 陈南翔, 王忠烈, 黄敞, “SIMOX 结构的低温退火形成”, 待发表。
- [7] J. Dylewski *et al.*, *Thin Solid Films*, **35**, 327 (1976).
- [8] M.J. Kim. *et al.*, *J. Appl. Phys.*, **54**(4), 1991 (1983).
- [9] 陈南翔, 王忠烈, 黄敞, “氧注入 SiO₂ 埋层中异常结构的形成”, 待发表。

Effect of Two Step Annealing on Formation of SIMOX Structure

Chen Nanxiang Wang Zhonglie and Huang Chang*

(Institute of Microelectronics, Peking University)

*(Shaanxi Lishan Microelectronics Research Institute)

Abstract

The formation of SIMOX structure by two step annealing (550°C 60 h + 1250°C 2 h) is investigated by using RBS/channeling and cross-Sectional TEM. The results show that the SIMOX structure with more abrupt Si/SiO₂ interface and no oxygen precipitates in the top Si layer can be obtained by the two step annealing. Formation process of SIMOX structure during the annealing is also discussed.

Key words Two step Annealing, oxygen precipitates Separation by Implanted oxygen (SIMOX)