

半导体表面晶体完整性的 SEM 电子通道花样研究

邱 素 娟 林 奇 全

(机电部第十三研究所,石家庄,050051)

1990 年 2 月 26 日收到

本文对各种 GaAs 晶体表面作了 SEM 电子通道技术测量, 对测得的电子通道花样进行了结晶学注释, 确定了评价晶体完整性的标准, 可广泛用来检查和评估半导体表面的晶体完整性。

主题词 电子通道像、晶带、晶面、晶体完整性 GaAs

一、引言

1967 年人们在用扫描电镜 (SEM) 研究锗和硅单晶时发现了电子通道花样, 它是由一些规则的线或带的衬度构成的花样, 是入射电子与晶格相互作用后产生的一种衬度效应。其信息来源于晶体表面上 1—2 微米, 但主要为五百埃以内的声子散射电子的贡献, 因此它可以反映样品表面的晶体完整性。

本文研究了 GaAs (100) 等各种表面状态的电子通道像, 从繁多的花样中总结出评价晶体完整性的标准, 给出了电子通道样式的七个等级和对应的典型样品, 用比较的方法就可以快速方便地评价晶体表面的完整性。

二、晶体中的电子通道效应^[1]

图 1 给出了产生电子通道效应的示意图, 图 1(a) 为 SEM 镜筒内电子束与样品间的关系, 图 1(b) 为荧光屏上形成衬度带的示意图。设样品某一晶面 (h, k, l) 垂直于样品表面, 有一波长为 λ 的入射电子束相对于晶面 (h, k, l) 连续改变其入射角 θ , 在 $\theta < \theta_B$ 区域内, 背散射电子数目较多, 在 $\theta > \theta_B$ 时, 背散射电子数目较少, 对应荧光屏上的亮度见图 1(b)。其中 θ_B 为满足布拉格条件 (1)

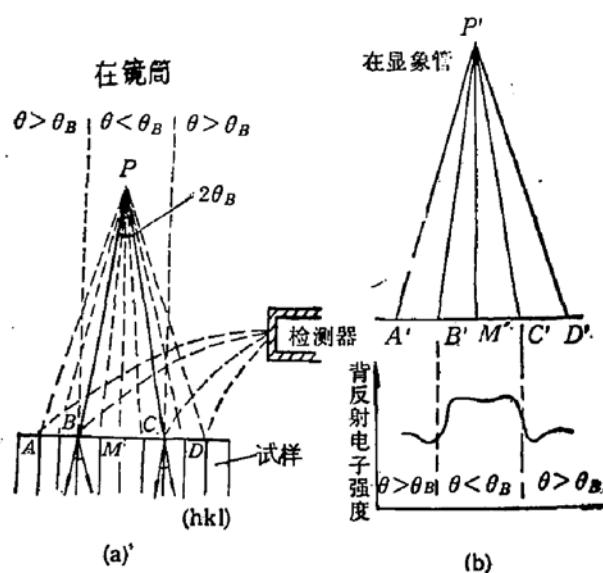


图 1 电子通道效应成像示意图

式的人射角

$$2d_{hkl} \sin \theta_B = \lambda \quad (1)$$

其中 d_{hkl} 为晶面间距。就这样在荧光屏上获得的与 (h, k, l) 晶面相对应的明暗衬度带称为通道带。不同符合成像条件的晶面簇对应的晶带就构成了电子通道花样。

三、电子通道花样的注释

注释就是找出花样中各通道带与晶体内各对应晶面的关系，它是分析通道像的基础。

1. 分析注释的依据

(i) 在 SEM 电子通道像中，晶面 (h_i, k_i, l_i) 在成像平面的等效投影几何关系属于极射投影。

(ii) 样品每簇晶面 (h_i, k_i, l_i) 在成像平面的通道带均平行于此晶面与成像平面的交线。严格讲通道带是由两条双曲线构成，一般可视为平行带。同一晶轴的各晶面簇在成像平面上的晶带相交于一点称为晶带轴。

(iii) 通道带的宽度与晶面间距成反比，还与等效投影距离、投影角等仪器参数有关。为避免仪器参数的影响，在同一幅通道图中，可以用相对通道带宽度来分析

$$k_{ij} = \frac{w_i}{w_j} = \frac{d_j}{d_i} \quad (2)$$

其中 w_i 为 (h_i, k_i, l_i) 晶带宽度， d_i 为晶面间距。

(iv) 改变扫描角 θ ，除满足(1)式的通道基带外，还有高次通道带 ($n > 1$) 出现，其满足下式

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

高次带与基带平行，其宽度是基带的 n 倍

$$W_n = nW_1 \quad (4)$$

(v) 严格讲两晶带间夹角并不等于其对应两晶面间的夹角，与晶面方向、晶轴与光轴的相对位置等有关，在我们分析中晶带轴与光轴间夹角小于七度，可近似用上述两种夹角相等来分析。

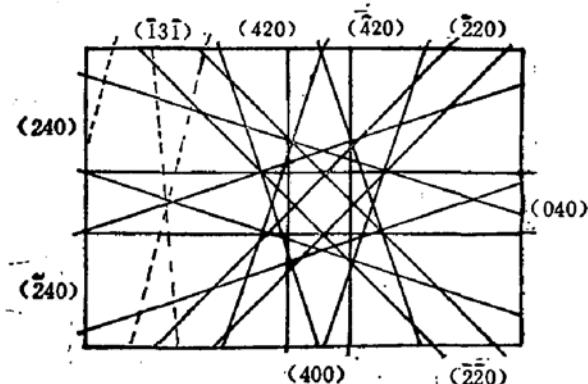


图 2 GaAs (100) 样品的通道带注释图

2. GaAs (100) 晶面通道花样的注释

根据上述原则，考虑到常出现的通道带均属于低指数晶面和结构因子 F_{hkl} 反映的对称性等因素，照片中的通道带主要是由具有同一晶轴的 (220)、(400) 和 (420) 晶带组成，在晶轴偏离光轴较远处还有 (131) 或 (311) 晶带出现见图 2 和照片 1*。其余精细条纹是一些高指数晶

* 照片 1, 照片 2, 照片 3, 照片 6, 见图版 I

照片 4(a)(b), 照片 5(a)(b), 照片 7(a)(b) 见图版 II

面的晶带边构成。

四、典型样品的通道像与晶体完整性评价

1. GaAs 单晶片的电子通道像

照片 1* 是 LEC-SI GaAs (100) 单晶片, 镜面抛光后用 $H_2SO_4:H_2O_2:H_2O = 5:1:1$ 腐蚀立即放入真空室测得的电子通道像, 这是完整晶体的通道像, 可以清晰地看到 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 晶带 $n = 4$ 的高次带。照片 2* 的样品同上, 只是化学腐蚀后放在空气中的时间很长, 表面自然氧化层较厚, 由于自然氧化膜的漫反射, 电子通道像不如前者清楚, 只模糊可见 $n = 4$ 的 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 晶带的高次带。

照片 3* 是机械抛光后的硅片表面的电子通道像, 模糊可见 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 晶带的 $n = 2$ 高次带。GaAs 抛光样品与照片 3 相近(略), 只是 GaAs 硬度低于硅, 常出现与划痕相对应的类似双曲线通道条纹(略照片)。

2. 外延层的电子通道像

在 GaAs 衬底上生长的 GaAs 外延层的电子通道像如同照片 2, 可以看到 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 晶带 $n = 4$ 的高次带。在 Si 衬底上生长的 GaAs 外延层电子通道像如照片 4*。与前者相比照片 4(a) 只模糊可见 $n = 3$ 的 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 高次晶带。这表明其晶体完整性比 GaAs/GaAs 外延层差。我们知道一般 LEC-SI GaAs 单晶的位错密度 $< 5 \times 10^4$ 个/ cm^2 , 其电子通道像如照片 1 和照片 2。在 Si 衬底上生长 GaAs 异质外延层, 由于晶格失配位错密度一般为 $\sim 10^7$ 个/ cm^2 , 因此即使较好的 GaAs/Si 异质外延层的电子通道像也不如 GaAs/GaAs 外延层清晰。在照片 4(a) 中还看到三条近似双曲线的竖线, 它们是否与 GaAs 和 Si 晶体间的晶格失配信息有关尚待研究。照片 4(b) 给出了在一结构缺陷附近的 GaAs/Si 外延层电子通道像, 其缺陷位于电子束光轴附近, 因此花纹成辐射状, 在离光轴稍远处可见到类似双曲线的条纹。由于结构缺陷的影响此照片只看到标志晶体结构基本特征的 (220) 和 (400) 晶面的电子通道基带, 完全看不清楚高次带和高指数晶面的精细花纹。

3. 离子注入损伤层的电子通道像

照片 5* 是 GaAs 离子注入损伤层的电子通道像。样品是在 LEC-Si GaAs 单晶表面以 160 keV 的能量和 $2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ 的剂量注入 Be^+ 。其中照片 5(a) 是样品表面的电子通道像, 照片 5(b) 是用腐蚀方法去除 1800 Å 的表面层后又照出的电子通道像。由于辐照损伤照片 5(a) 只模糊可见 $n = 2$ 的 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 晶带, 几乎不见精细花纹。去掉 1800 Å 表面层的电子通道像就连 $n = 1$ 的 (220) 和 (400) 基带也不清了, 且晶带间夹角畸变晶带扭曲, 这表明单晶层损伤严重已发生晶格错乱。这个测量结果与实际情况相符合, 因为离子注入引起的损伤程度也近似于高斯分布, 照片(b)比(a)更接近损伤的峰值部位。由于电子通道信息主要来自表面层 500 Å 之内, 因此可以用来检测损伤层的纵向分布状况。

4. 离子注入退火层的典型电子通道像

上述照片 5 的样品经过适当条件的热退火后晶体完整性得到恢复, 再观察其电子通道像如同照片 2(略)。照片 6* 是一 Be 注入 GaAs 退火样品, 注入能量是 100 keV 剂量

是 $2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$, 经过 950°C 5 秒钟的无包封快速热退火。从照片可见晶体完整性较好, 可以看到 $n = 4$ 的 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 高次晶带, 但有少量小点和小条, 分析认为这是少量的 GaAs 分解坑。当退火时间加长则这小分解点进一步发展成为分解坑如照片 7(a)*, 其对应的电子通道像为照片 7(b)*, 这种表面状态只可以看到 (220) 和 (400) 晶面的电子通道基带。

5. 晶体完整性与通道带衬度的等级关系

如上所见电子通道花样复杂而多样, 如何用来评价晶体完整性, 经过大样品的分析对比, 我们选用 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 通道带的各高次带出现的等级以及高指数晶面通道花纹的清晰程度来标志晶体的完整性, 表 1 给出晶体完整性与通道像衬度的等级关系。从表中可见把电子通道花样与衬度情况分为七个等级, 各有与之对应的晶体状态, 未知样品可以通过其电子通道像对比的方法来评价晶体的完整性, 方便且直观。

表 1 晶体完整性与电子通道衬度的等级关系

晶体完整性等级	(220) 晶带		高指数晶面的通道花纹情况	典型样品
	n	清晰度		
1	4	清晰	清晰	刚腐蚀好的 GaAs 单晶片
2	4	可见	较清楚	有自然氧化层的腐蚀 GaAs 单晶片、GaAs 衬底上生长的 GaAs 外延层、退火良好的 GaAs 离子注入层
3	3	可见	清楚	较好的 Si 衬底上生长的 GaAs 外延层、退火不充分的 GaAs 离子注入层
4	2	可见	可见	良好抛光的 GaAs 和 Si 片、注入剂量较小的损伤层
5	1	可见	不清	表面严重分解的退火 GaAs 表面、注入剂量稍大的损伤表面
6	晶带扭曲		不清	晶格畸变、重注入损伤区
7	大的双曲线条纹		不清	表面有机械划痕的样品、机械抛光不好的样品

五、结语

电子通道效应自 1967 年发现以来, 人们经过探索与应用, 大约在 1972 年奠定了分析基础。但就应用原理、分析方法和应用范围方面还在不断完善与扩大, 特别是电子通道衬度分析方法尚未从理论上直接建立试样状态和衬度效应的定量关系。Wolf E. D.^[2]用测量横跨通道带亮度的变化来评价辐照损伤的程度, 但是这很难保证不同批次测量样品的电子通道像之间亮度可比较性, 而且他们所评价的样品损伤程度都很大, 既使如此样品表现出来的衬度差别却不很大。我们选用低指数晶带 $(\bar{2}\bar{2}0)$ 随着电子束入射角改变而出现的各级 ($n = 1, 2, 3, 4$) 高次带的出现与清晰程度, 以及用高指数晶面不完整的通道花纹的清晰情况做参考, 建立了晶体完整性与电子通道衬底对应的等级关系(见表 1), 用对比的方法来评价晶体的完整性, 与 Wolf E. D. 方法比较有如下优点:

- (i) 受仪器等条件变化的影响小, 不同批次测量的样品可以互相比较, 便于分析。
- (ii) 用本方法评价晶体完整性不仅方便快速且灵敏度较高。

本研究可以用来评价以下几种情况下的晶体完整性:

- (i) 完整的 GaAs 晶体表面与有自然氧化层，腐蚀后残留极薄的氧化层与光刻胶的 GaAs 晶体表面，以及抛光层表面等的表面状态与晶体的完整性。
- (ii) 同质外延层和异质外延层的表面晶体完整性。
- (iii) 离子注入层的损伤程度及损伤的纵向分布状况。
- (iv) 评价注入损伤层退火后晶体完整性的恢复情况，便于优化退火条件。

就评价半导体表面晶体完整性来说，本方法不需要对样品进行特殊制备，比透射电镜简单方便，与背散射沟道技术相比灵敏度较高，例如离子注入剂量低到 $2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ 的 Be 注入损伤与退火好坏程度皆可以分辨。因此可以说电子通道技术为评价半导体表面晶体完整性提供了一个快速、方便且灵敏度较高的检查方法，预计在异质外延如 Si 上生长 GaAs 等方面也可以反映晶体失配信息，尚有待研究。

参 考 文 献

- [1] 廖乾初、蓝芬兰，“电子通道分析技术和应用”，冶金工业出版社。
- [2] Wolf, E. D. and Hunsperger, R. G. *Appl. Phys. Letters*, 16 526 (1970).

Study on Crystal Perfection of Semiconductor Surfaces by SEM Electron Path Patterns

Qiu Sujuan and Lin Qiquan

(The 13th Institute of Ministry of Machinery & Electronics Industries)

Abstract

Various GaAs crystal surfaces have been investigated with SEM electron passage pattern method. Crystallography annotations have been made, and a standard to evaluate the crystal perfection has been defined. The method can be widely used for examining and appraising the crystal perfection of semiconductor surfaces.

Key words Electron passage photograph, Crystal-band, Crystal-surface, Crystal perfection, GaAs