

# 用分子束外延在多孔硅衬底上外延 单晶硅来实现 SOI 结构\*

周国良 盛篪 樊永良 张翔九 俞鸣人

(复旦大学表面物理实验室, 上海, 200433)

黄 宜 平

(复旦大学电子工程系, 上海 200433)

1990年7月21日收到, 11月5日定稿

用 HF 溶液对单晶 Si 片进行阳极化处理, 形成多孔 Si。将多孔 Si 衬底放入超高真空室在小剂量的 Si 原子束辐照下进行加热处理, 在较低温度下 (725—750°C) 获得了清洁有序的表面。用分子束外延在多孔 Si 上生长了 1—2 μm 的单晶 Si 膜, 其卢瑟福背散射沟道产额极小  $\chi_{\min} < 3\%$ , 表明外延膜的单晶性能良好。SOI 结构已通过随后的侧向氧化多孔 Si 层获得。

## 一、引言

在绝缘体上生长 Si 单晶(即 SOI); 这在集成电路的早期发展阶段就被作为一种重要的器件隔离方法来使用, 如在蓝宝石衬底上外延 Si。以后则发展为生长 Si/绝缘体/Si (SIS) 结构, 因为这是实现三维集成的关键步骤。为了实现这一目标, 目前已发展了多种形成 Si/氧化 Si/Si 结构的办法, 如在 Si 衬底上大剂量氧离子注入方法<sup>[1]</sup>, 扫描热退火再结晶法<sup>[2]</sup>, 固相侧向外延法<sup>[3]</sup>等等。而在多孔 Si 衬底上用分子束外延 (MBE) 生长 Si 再进行氧化隔离也是其中的一种方法<sup>[4,5]</sup>。

多孔 Si 是由 Si 单晶片放在 HF 溶液中作阳极化处理后在表面形成的一层多孔性的单晶 Si, 由于它的氧化速率比普通的单晶 Si 大得多<sup>[6]</sup>, 故在多孔 Si 衬底上外延 Si 单晶膜后再用离子刻蚀的办法刻出间隔一定距离的窗口, 通过窗口对外延 Si 层底下的多孔 Si 进行侧向氧化就可形成 SOI 结构。这种 SOI 结构因为是由大面积单晶 Si 膜构成的, 故不存在晶粒间界, 外延膜的特性可以大大优于其它方法制造的 SOI 结构。并且由于利用了 MBE 生长技术, 故比较适合于三维集成技术。目前国际上有关这方面的研究报道还不是很多, 国内尚未见有这方面的报道。

本文在低于 750°C 的温度下用小剂量 Si 原子束辐照的方法获得了清洁有序的多孔 Si 表面, 用分子束外延方法成功地生长了高质量的单晶 Si 膜。通过对多孔 Si 进行氧化

\* 国家自然科学基金资助项目。

隔离获得了 SOI 结构。

## 二、实 验

实验所用的衬底样品是 P 型(掺硼) Si(100) 和 Si(111) 抛光单晶片, 电阻率为  $0.003\text{--}0.007\Omega \cdot \text{cm}$ 。选 P 型低阻衬底的目的在于获得厚度均匀的多孔 Si 层以及使其具有良好的氧化活性, 同时也是为了在多孔 Si 表面形成较小孔径的孔<sup>[4]</sup>。阳极化处理是在一个双容器的装置内进行的, HF 溶液的浓度为 30wt%, 阳极电流为  $10\text{--}20\text{mA/cm}^2$ , 多孔 Si 的厚度为  $2\text{--}3\mu\text{m}$ <sup>[7]</sup>。

多孔 Si 样品的表面清洁处理和随后的 Si 外延生长是在 Riber 公司生产的 Si-MBE 系统内进行的, 生长室的基本压强为  $7 \times 10^{-9}\text{Pa}$ , 生长期间的真空度可保持在  $1 \times 10^{-7}\text{Pa}$ 。样品安装在无铟的钼样品座上, 先在进样室经  $300^\circ\text{C}$  预处理 30 分钟, 然后再送入生长室内进行表面清洁处理。为了保持多孔 Si 的氧化活性, 其热处理温度一般不能高于  $800^\circ\text{C}$ , 而通常在 Si 同质分子束外延中使用的多次氧化腐蚀的方法进行 Si 的表面清洁处理, 在真空室中的加热温度一般要达到  $800\text{--}850^\circ\text{C}$ <sup>[8]</sup>。为了降低热处理温度, 我们采用小剂量的 Si 原子辐照 (Si 束流小于  $10^{14}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ ) 下加热处理的方法, 在  $725\text{--}750^\circ\text{C}$  的温度范围内获得了清洁的样品表面。

样品在清洁处理和生长过程中可以通过 10kV 反射式高能电子衍射 (RHEED) 作在位观察, 表面清洁度可由俄歇电子能谱仪 (AES) 检测。Si(100) 和 Si(111) 样品的外延生长温度分别为  $550^\circ\text{C}$  和  $700^\circ\text{C}$ , 生长速率为  $0.1\text{--}0.3\text{nm/s}$ , 外延层厚度为  $1\text{--}2\mu\text{m}$ 。除了在超高真空系统中进行 AES、RHEED 观测外, 样品取出后还进行了 RBS 测量。

SOI 结构形成的工艺过程如下: (a) Si 片在 HF 溶液中作阳极化处理形成多孔 Si, (b) 在多孔 Si 上 MBE 生长 Si 外延层, (c) 在外延层上热氧化形成薄氧化层, 再浅射淀积 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 层并光刻窗口, (d) 用反应离子刻蚀 (RIE) 刻出单晶 Si 岛, (e) 在氧化炉内湿氧( $800^\circ\text{C}$ )侧向氧化多孔 Si 形成 SOI 结构。

## 三、结 果

图 1(a) 所示为在 HF 溶液内经阳极化处理后形成的多孔 Si 样品在经去离子水冲洗 10 分钟、又在进样室经  $300^\circ\text{C}$  加热预处理后的 AES 谱。可以看到, 表面有明显的氧, 但碳的俄歇峰并不明显。这表明在经分析纯的 HF 溶液处理后形成的多孔 Si 样品, 表面基本上不存在碳沾污, 但在去离子水冲洗的过程中形成了一薄层氧化 Si, 由于这层氧化 Si 的存在, 有效地钝化了多孔 Si 的表面, 从而避免了样品在转移过程中直接与大气中的碳原子成键。样品加热到  $750^\circ\text{C}$ , 在小剂量的 Si 原子束辐照下处理 30 分钟后, 氧的俄歇信号消失, SiLVV 峰也完全是清洁 Si 表面的峰形 (见图 1(b)), 说明清洁的多孔 Si 表面已经获得。

由于用电子束轰击加热 Si 源不可能保持其恒定的低速率, 故在实际生长过程中每隔数秒就关闭一次挡板, 以保证 Si 原子速流小于  $10^{14}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$ 。我们曾试图在  $750^\circ\text{C}$  的温度

下不加 Si 束而直接加热样品,发现氧化层不能完全消除.这说明在我们的热处理温度下,还不足以挥发  $\text{SiO}_2$  层.但是,在有小剂量 Si 原子淀积的情况下,这些外来的 Si 原子会与  $\text{SiO}_2$  层发生反应形成  $\text{SiO}_x$  ( $x < 2$ ),这种氧化物的挥发温度要比通常的  $\text{SiO}_2$  来得低,故能有效地去除表面氧化层.

通过 RHEED,可以观察外延生长过程中表面衍射图样的变化情况.在清洁处理以后,RHEED 图样由原来混沌、弥散的光斑转变成明亮的衍射斑点,而且对  $\text{Si}(111)$  样品,局部还可看到  $7 \times 7$  再构,表明经上述处理后的多孔 Si 表面是有序的.由于在多孔 Si 内存在大量直径为几十毫微米量级的孔,其表面总的来说是不平整的,所以经加热处理后样品的 RHEED 图样主要是  $1 \times 1$  的点状结构,这与通常清洁平整的单晶 Si 表面的  $(7 \times 7)$  或  $(2 \times 1)$  线状条纹不同<sup>[8]</sup>.

外延生长时,RHEED 图样起初保持点状,与清洁处理后的情况相同,随着外延层厚度的增加,衍射点逐渐增多并拉长,衍射图样的对比度增强,说明是有序的单晶生长,且平整度逐渐变好.当外延层厚度达到 200nm 时,衍射图样完全变为  $7 \times 7$  或  $2 \times 1$  (分别对应  $(111)$  或  $(100)$  晶合) 线状条纹,与清洁表面的 Si 衬底片的衍射图样相同,说明表面已基本趋于原子级平整.图 2 \* 为  $(111)$  晶面多孔 Si 外延  $1.5 \mu\text{m}$  Si 后的 RHEED 图样,其表面平整性和有序性都非常令人满意.图 3 所示为外延膜的 RBS 谱,(a) 为随机谱,(b) 为沟道谱,最小沟道产额  $\chi_{\min} < 3\%$ ,说明外延层的结构完整性已接近于完美晶体.

图 4 \* 为样品经反应离子刻蚀 (RIE) 和多孔 Si 侧向热氧化后形成 SOI 结构的扫描电镜 (SEM) 剖面像.从图(a)看到,用上述方法能够在  $\text{SiO}_2$  上形成均匀平整的单晶岛(即 SOI 结构),岛的横向尺寸约为  $6 \mu\text{m}$  而纵向的尺寸则几乎不受限制.对外延膜和衬底间进行电压特性测试,在 200V 的偏压下其漏电流小于  $10\text{nA}/\text{cm}^2$ ,表明氧化层的绝缘性能良好.实验还发现,当多孔 Si 密度较高时,即对应孔的密度较小的情况下,经氧化后体积会发生膨胀,这时会引起其上面单晶岛的翘曲(见图 4(b)).一般认为<sup>[9]</sup>,当孔的密度为 55% 时,可避免多孔 Si 由于氧化而引起的体积膨胀.而多孔 Si 的密度与阳极化处理时 HF 的浓度和阳极电流密度有关.故在形成多孔 Si 的过程中,适当选择 HF 的浓度和阳极电流密度是十分必要的.本文采用 30% 浓度的 HF 和  $10\text{--}20\text{mA}/\text{cm}^2$  的电流密

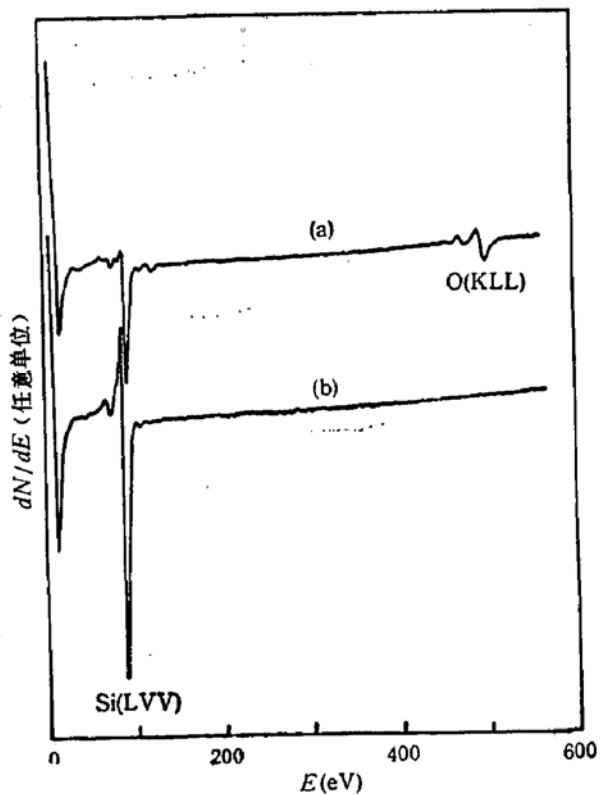


图 1 多孔 Si 表面清洁处理前后的 AES 谱  
 (a) 进样室加热至  $300^\circ\text{C}$  30 分钟后 (b) 生长室  $750^\circ\text{C}$ 、  
 $\text{Si}$  原子束流小于  $10^{14}/\text{cm}^2 \cdot \text{s}$  处理 30 分钟后

\* 图 2,4 见图版 1.

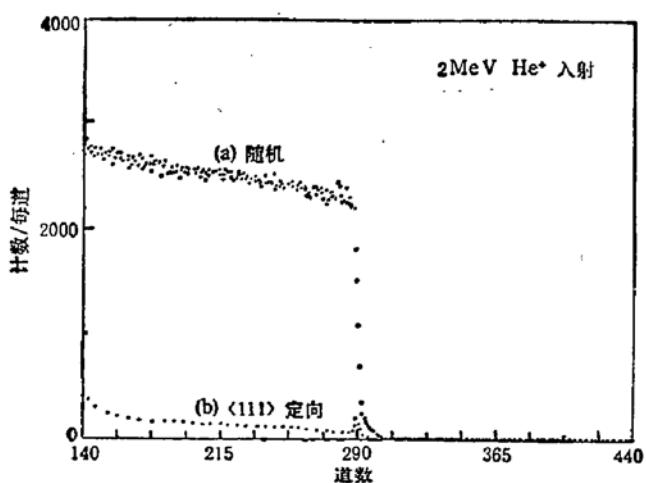


图3 (111)晶面的多孔 Si 外延生长  $1.5\mu\text{m}$  Si 后的 RBS 谱

度就是为了保证形成的多孔 Si 密度在  $1.0 \sim 1.2\text{g/cm}^3$  (即孔的密度约为 55%) 的范围内。详细结果可参见文献[7]。

#### 四、结 束 语

我们用 MBE 方法成功地在多孔 Si 衬底上外延生长了单晶 Si。多孔 Si 的表面清洁处理和外延生长都在低于  $750^\circ\text{C}$  的温度下进行, 保证了多孔 Si 的氧化活性不被破坏。通过多孔 Si 的侧向氧化可以形成 SOI 结构, 在适当控制生长参数以及形成多孔 Si 的 HF 溶液浓度和阳极电流密度的情况下, 可获得高质量的 SOI 结构。

作者感谢王迅教授在本文完成过程中所给予的指导和帮助。

#### 参 考 文 献

- [1] H. W. Lam, and R. F. Pinizzotto, *J. Crystal Growth*, **63**, 554(1983).
- [2] M. W. Geis, H. I. Smith, B-Y. Tsaur, J. C. C. Fan, E. W. Maby, and D. A. Antoniadis, *Appl. Phys. Lett.*, **40**, 158(1982).
- [3] H. Ishwara, A. Tamba, and S. Furukawa, *Appl. Phys. Lett.*, **48**, 773(1986).
- [4] S. Konaka, M. Tabe, and T. Sakai, *Appl. Phys. Lett.*, **41**, 86(1982).
- [5] M. I. J. Beale, N. G. Chew, A. G. Cullis, D. B. Gasson, R. W. Hardeman, D. J. Robbins, and I. M. Young, *J. Vac. Sci. Technol.*, **B3**, 732(1985).
- [6] T. Unagami, and M. Seki, *J. Electrochem. Soc.*, **125**, 1339(1978).
- [7] Gao Minghui, Huang Yiping, Tang Tingao, Sheng Chi, Zhou Guoliang, and Zhang Xiangjiu, *Materials and Process Characterization for VLSI(ICMPC'88)*, Ed. by X. F. Zhong, Y. Y. Wang, and J. Chen, World Scientific (1988), 326.
- [8] 陈可明、蒋维栋、盛晓、周国良、张翔九, 半导体学报, **9**, 435(1988).
- [9] T. L. Lin, and K. L. Wang, *Appl. Phys. Lett.*, **49**, 1104(1986).

## SOI Structure Formed by Molecular Beam Epitaxial Growth of Single Crystalline Si on Porous-Si Substrates

Zhou Guoliang, Sheng Chi, Fan Yongliang, Zhang Xiangjiu and Yu Mingren

(Surface Physics Laboratory, Fudan University, Shanghai 200433)

Huang Yiping

(Department of Electronic Engineering, Fudan University, Shanghai 200433)

### Abstract

Porous silicon layers were formed by anodization of Si wafers in hydrofluoric (HF) solution. After thermal annealing the as-grown porous silicon under small flux Si beam irradiation in ultra-high vacuum system, the authors can obtain clean and ordered porous-Si surfaces at lower temperatures (725—750°C). The single crystal Si layers with thicknesses of 1—2μm have been grown on such surfaces by molecular beam epitaxy. The Rutherford back scattering measurements show a minimum channeling yield  $\chi_{min}$  of 3%, which verifies the good crystallinity of the Si MBE layer. Silicon-on-insulator (SOI) structures have been obtained by successive lateral oxidation of porous-Si.