

# 低剂量 SIMOX 圆片表层硅缺陷密度<sup>\*</sup>

郑 望 陈 猛 陈 静 林梓鑫 王 曜

(中国科学院上海冶金研究所 离子束开放研究实验室, 上海 200050)

**摘要:** 用增强化学腐蚀法研究了低剂量 SIMOX-SOI 材料表层硅质量与实验参数的关系。结果表明, 注入剂量和能量对表层硅质量有明显影响。通过对注入剂量和能量的优化, 表层硅线缺陷密度可低于  $10^4 \text{ cm}^{-2}$ 。在注入能量为 160keV 时, 获得低线缺陷密度对应的注入剂量为  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  左右, 当注入剂量为  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , 获得低线缺陷密度对应的注入能量为 130keV。

**关键词:** SOI; 缺陷; Secco

**PACC:** 6170J; 6170T

中图分类号: O485

文献标识码: A

文章编号: 0253-4177(2001)07-0871-04

## 1 引言

SOI(Silicon-On-Insulator)技术被公认为是能突破体硅材料与硅集成电路限制的新型硅基集成电路技术。基于 SOI 技术的器件和电路具有高速、低功耗、抗辐射特性优异、集成密度高等特点, 这些优点使得 SOI 技术在低功耗、高速存储器和微处理器、移动通讯等便携式电子系统、工作站和微波通讯系统、汽车电子、高温传感器、军事和空间电子、卫星等抗核加固系统方面具有极其广阔的应用前景, 从而引起了世界各大公司和实验室的极大重视<sup>[1]</sup>。

注氧隔离(SIMOX)技术是制备 SOI 材料两种主流技术之一。传统标准剂量注入 SIMOX 圆片由于离子注入剂量大到  $10^{18} \text{ cm}^{-2}$ , 使得顶层硅的缺陷密度很高( $10^8 \text{ cm}^{-2}$ )<sup>[2]</sup>, 同时由于注入时间长, 也使得 SIMOX-SOI 圆片成本高昂。目前, SIMOX 圆片制备技术的发展方向是低剂量、超薄层<sup>[3]</sup>。低剂量的优点是: (1) 提高生产效率(注入剂量为标准剂量注入的  $1/3$ — $1/5$ ); (2) 减少表层硅线缺陷密度; (3) 提高热导率(这一点对高温器件很重要); (4) 提高抗总剂量辐照性能。目前, 人们集中于对低剂量 SIMOX

绝缘埋层(BOX)性能的改善, 但对表层硅质量的表征研究不够<sup>[4,5]</sup>。

事实上, 在批量生产中, 必须要有一整套方法对 SOI 材料的各项质量指标进行表征。目前, 商品化的 SIMOX-SOI 圆片都要给出表层硅的缺陷密度数据。表层硅质量由于与器件制造紧密相关, 已经是人们关注的一个问题<sup>[6]</sup>。由于 SOI 圆片表层硅很薄, 传统的化学腐蚀方法无法对表层硅的质量进行表征, 而常用的透射电镜(XTEM)又不能对低缺陷密度的 SOI 圆片精确表征。增强化学腐蚀 Secco 法是一种适合于表征 SOI 圆片表层硅质量的方法<sup>[7]</sup>。本文采用 Secco 方法, 并结合 XTEM 对低剂量 SOI 圆片表层硅缺陷情况进行研究, 探索低剂量 SIMOX 技术的可行性。

## 2 实验过程

对 P 型  $\langle 100 \rangle$  单晶硅片进行氧离子注入, 注入剂量在  $(3.5\text{--}6.5) \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  之间, 注入能量为 100、130、160keV。注入时衬底温度保持在  $680^\circ\text{C}$ 。每个样品对应的注入能量和剂量见表 1。原注入片在温度为  $1324^\circ\text{C}$  的  $\text{Ar} + \text{O}_2 (< 1\%)$  气氛中退火 5h, 以

\* 国家自然科学基金委员会国家杰出青年基金资助项目(批准号: 59925205)。

郑 望 男, 1977 年出生, 硕士研究生, 从事有关 SOI 材料的制备与表征研究。

陈 猛 男, 1970 年出生, 博士后, 从事有关 SOI 材料的制备与表征研究。

2000-07-29 收到, 2000-12-10 定稿

©2001 中国电子学会

形成陡峭的绝缘埋层。用 XTEM 对形成的 SOI 圆片进行结构表征。表层硅缺陷密度用 Secco 法进行测量。图 1 是 Secco 方法的示意图。增强化学腐蚀 (Secco) 法针对 SOI 材料表层硅较薄的特点, 先用腐蚀液腐蚀顶层单晶硅, 由于在位错线处腐蚀较快, 在顶层单晶硅没有完全腐蚀掉之前, 位错线处已腐蚀到  $\text{SiO}_2$  埋层界面。再在 HF 酸中通过位错线处小孔腐蚀隐埋  $\text{SiO}_2$ (缀饰), 以形成能在光学显微镜下观察的位错图形。这里缀饰的概念基于每个位错都产生一个延伸到埋层  $\text{SiO}_2$  的腐蚀孔的假设, 因此实验的选择, 包括腐蚀液的种类、浓度、腐蚀时间、原始顶层硅膜厚度等是很重要的。我们采用 Giles 等改进的 Secco 腐蚀液配方<sup>[8]</sup>: 4.0g  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  : 3 $\text{H}_2\text{O}$  + 1.0g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  的水溶液 170ml, 加入 70ml 70%  $\text{HNO}_3$ , 再加入 50ml 40% HF。配制好的腐蚀液再用水按体积比 1:1 稀释, 辅之以超声搅拌。腐蚀完的样品用去离子水冲洗干净, 用  $\text{N}_2$  吹干后在光学显微镜下观察位错图形。

表 1 样品的实验参数

Table 1 Experimental Parameters of Specimens

样品编号	注入剂量/ $\text{cm}^{-2}$	注入能量/keV
S1	$5.5 \times 10^{17}$	160
S2	$3.5 \times 10^{17}$	160
S3	$4.5 \times 10^{17}$	160
S4	$5.0 \times 10^{17}$	160
S5	$6.0 \times 10^{17}$	160
S6	$4.5 \times 10^{17}$	130
S7	$4.5 \times 10^{17}$	100

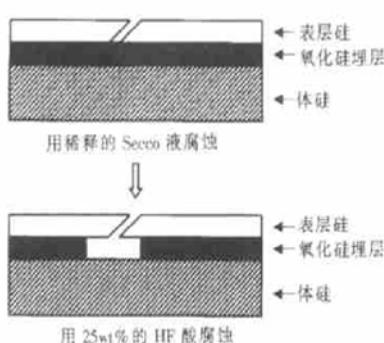


图 1 Secco 方法示意图

FIG. 1 Secco Etching Procedure

### 3 结果与讨论

图 2 给出了典型的低剂量 SIMOX 圆片(样品

S1, 注入条件: 剂量  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , 能量 160keV) 的 XTEM 照片。由图可见, 所得 SIMOX 圆片埋层连续无硅岛, 且表层硅与埋层、埋层与体硅之间的界面清晰陡峭, 未在表层硅中观察到线缺陷。这表明, 该样品表层硅的缺陷密度较低, 在 XTEM 检测范围之外。为了更有效地表征表层硅的线缺陷密度, 我们



图 2 样品 S1 的 XTEM 照片 离子注入能量: 160keV, 剂量:  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

FIG. 2 XTEM Photograph of Sample S1 Ion Implantation Energy: 160keV, Dose:  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

采用 Secco 方法。图 3 给出了对应样品 S1 的表层硅 Secco 光学显微照片。从图中可以看到, 样品表面腐蚀坑的分布是随机的。由于 HF 酸对  $\text{SiO}_2$  的各向同性腐蚀, 腐蚀坑基本呈圆形, 在某些小斑点中间可看到小黑点, 它是第一步腐蚀时形成的小孔。经对缺陷数量的统计表明, 该样品表层硅线缺陷密度为  $7.5 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ , 明显低于通常在高剂量 SIMOX 圆片中

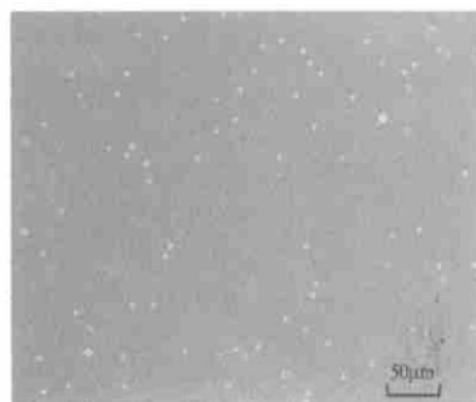


图 3 样品 S1 经 Secco 腐蚀的表面显微照片 离子注入能量: 160keV, 剂量:  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

FIG. 3 Micrograph of Etch Pits After Secco Etching Ion Implantation Energy: 160keV, Dose:  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

观察到的表层硅缺陷密度(约为  $10^8 \text{ cm}^{-2}$ )。以这样的表层硅质量, 已经能够用于制作 CMOS 超大规模集成电路。SIMOX-SOI 材料表层硅缺陷主要是线缺陷, Secco 法测量表层硅缺陷的结果是可靠的<sup>[9]</sup>。当缺陷密度小于  $10^5 \text{ cm}^{-2}$  时, 由于 XTEM 的视场小, 无法精确表征表层硅缺陷。通过改进的 Secco 腐蚀, 可以大面积表征表层硅缺陷, 以弥补 XTEM 表征的不足, 得到可靠的线缺陷密度数据。

对低剂量 SIMOX 圆片结构演变的研究表明, 在确定能量下, 必须要对注入剂量进行合适的选择, 才能获得具有连续无硅岛的埋层结构<sup>[10]</sup>。图 4 给出了在 160keV 注入能量下不同注入剂量下样品的 Secco 统计数据。得到低线缺陷密度对应的注入剂量是  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  和  $6.0 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ 。这表明要获得低线缺陷密度的 SOI 材料, 需要对注入剂量进行优化, 这个结果同 Nakashima 等<sup>[11]</sup>的研究结果是一致的。根据 Nakashima 提出的理论, 当注入剂量低

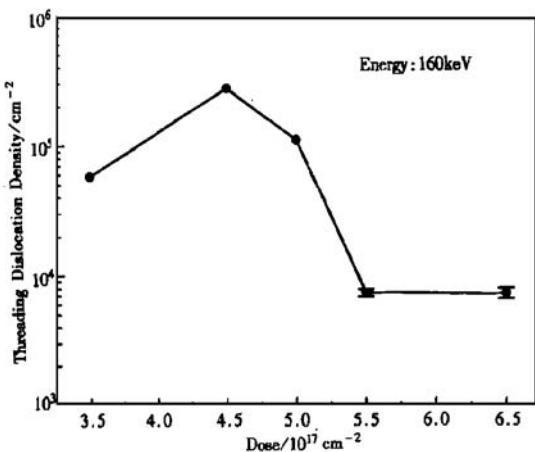


图 4 注入能量为 160keV 时, 不同剂量下的表层硅线缺陷密度

FIG. 4 Relationship Between Threading Dislocation Density and Oxygen Dose at Ion Energy of 160keV

的时候, 在退火过程中, 氧化物沉淀开始形核, 缺陷就在氧化物沉淀之间产生, 当沉淀超过临界尺寸时, 缺陷就会转化为线缺陷延伸到表面以减小沉淀周围的应力。但同时注入的氧在投影射程  $R_p$  附近和损伤区域  $D_p$  附近形成氧沉淀层, 随着注入剂量的增加, 两个沉淀层沉淀的浓度增加, 产生的线缺陷都更容易地延伸到对方的沉淀团上, 这样的缺陷在最后沉淀形成连续的埋层后消失。此时表层硅中的线缺陷就相对减少。当高剂量注入时, 投影射程  $R_p$  附近的氧浓度已经达到了标准剂量比  $\text{SiO}_2$  所需的氧浓度,

而同时随剂量的增加, 在埋层和顶层硅的界面处存在越来越多的氧沉淀, 这些沉淀不足以形核, 但会产生大量缺陷, 这些缺陷能够很容易地穿过表层硅到达表面, 从而形成稳定的线缺陷。这表明, 选择适当的注入剂量, 能够有效降低线缺陷密度。

我们也考察了在同一剂量条件下, 注入能量对表层硅缺陷密度的影响。图 5 给出了剂量为  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  条件下表层硅线缺陷密度同离子注入能量的关系。由图可见, 在  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  剂量下获得低

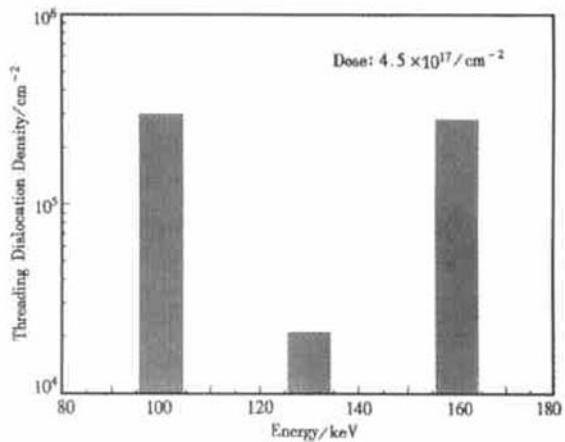


图 5 注入剂量为  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  时, 不同能量下的表层硅线缺陷密度

FIG. 5 Relationship Between Threading Dislocation Density and Ion Implantation Energy at Dose of  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

位错表层硅的较优能量为 130keV。而在上面的讨论中我们知道, 在 160keV 能量注入时最佳剂量并不是  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , 这说明注入能量与剂量有一定的组合, 才可以得到高质量的表层硅。可以作与剂量的影响相似的解释, 即当能量变化时, 峰值就会有变化, 它与损伤浓度一起影响了连续埋层的形成, 它们之间存在一个优化的能量。所以在不同的剂量下要选择适当的能量窗口, 才能得到优化的 SOI 圆片。这同我们的 XTEM 结构研究结果是一致的。在 XTEM 研究中我们发现, 对优化能量和剂量组合 (S6:  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , 130keV 和 S1:  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , 160keV) 下的样品, 均得到了连续的  $\text{SiO}_2$  埋层, 表层硅中观察不到缺陷。图 6 给出了样品 S6 的 XTEM 观察结果。

## 4 结论

用增强化学腐蚀 Secco 法对 SIMOX-SOI 表层

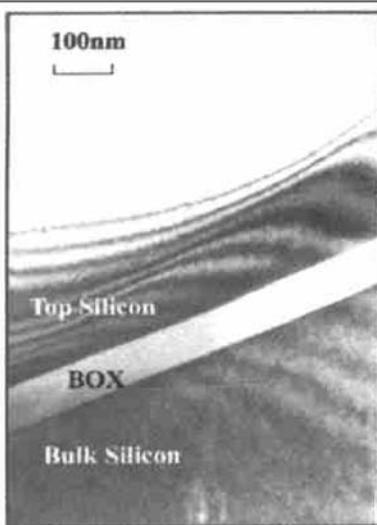


图 6 样品 S6 的 XTEM 照片 离子注入能量: 130keV, 剂量:  
 $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

FIG. 6 XTEM Photograph of Sample S6 Ion Implantation Energy: 130keV, Dose:  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$

硅的缺陷密度进行了研究。我们发现, 低剂量 SIMOX 能够有效地降低 SOI 圆片表层硅的缺陷密度至  $10^4 \text{ cm}^{-2}$ , 大大提高了表层硅质量。研究还表明, 要得到低的线缺陷密度, 必须同时对注入能量和

注入剂量进行优化。

**致谢** 对林成鲁研究员和俞跃辉研究员的指导, 作者在此深表感谢。

### 参考文献

- [1] P. K. Vasudev, Solid-State Electronics, 1995, **39**: 481.
- [2] A. Matsumura, K. Kawamura, T. Mizutani *et al.*, Electrochemical Society Proceedings, 1999, **3**: 79.
- [3] <http://www.ibis.com>.
- [4] S. T. Liu, H. Hughes, W. Jenkins *et al.*, Proceedings IEEE International SOI Conference, 1997, 148.
- [5] Andreas Poble and Gertrud Krauter, Solid-State Electronics, 2000, **44**: 775.
- [6] HUANG Ru, ZHANG Xing, SUN Sheng *et al.*, Chinese Journal of Semiconductors, 2000, **21**(6): 591.
- [7] F. Secco d'Aragona, J. Electrochem. Soc., 1972, **119**: 948.
- [8] L. F. Guiles, A. Nejim and P. L. Hemment, Materials Chemistry and Physics, 1993, **35**: 1647.
- [9] Atsushi Ogura, Toru Tatsumi, Tomohiro Hamajima *et al.*, Appl. Phys. Lett., 1996, **69**(10): 1367.
- [10] CHEN Meng, CHEN Jing, LIN Zi-xin *et al.*, The Fourth National Symposium on SOI Technology, Beijing, 2000, 102.
- [11] S. Nakashima and K. Izumi, J. Mater. Res., 1993, **8**: 523.

## Dislocation Density in Top Silicon Layer of Low Dose SIMOX Wafer\*

ZHENG Wang, CHEN Meng, CHEN Jing, LIN Zi-xin and WANG Xi

(Ion Beam Laboratory, Shanghai Institute of Metallurgy, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China)

**Abstract:** Modified Secco technique is employed to detect the threading dislocation in low dose SIMOX wafers. It is found the implantation dose and the energy have remarkable influence on the quality of the top silicon layer. Lowest dislocation density of  $10^4 \text{ cm}^{-2}$  is detected in the low dose SIMOX SOI wafer with optimized fabrication parameters. In addition, at the ion energy of 160keV, the lowest dislocation density is obtained at the optimized dose of  $5.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , while at the dose of  $4.5 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ , the lowest dislocation density is achieved at the optimized ion energy of 130keV.

**Key words:** SOI; defect; Secco

**PACC:** 6170J; 6170T

**Article ID:** 0253-4177(2001)07-0871-04

\* Project Supported by the National Fundation for Distinguished Young Scholars (Grant No. 59925205).

ZHENG Wang was born in 1977, MS candidate. His research interest is in the fabrication and characterization of SOI materials.

CEHN Meng was born in 1970, postdoctor. His research interest is in the fabrication and characterization of SOI materials.

Received 29 July 2000, revised manuscript received 10 December 2000

©2001 The Chinese Institute of Electronics