

SIMOX 薄膜材料的红外光谱特性和薄膜厚度的非破坏性测量方法*

卢殿通¹ P. L. F. Hemment²

(1 北京师范大学低能核物理研究所, 北京市辐射中心, 北京 100875)

(2 Department of Electronic and Electrical Engineering,
University of Surrey, Guilford, Surrey GU2 5XH, UK)

摘要: 报道了 SOI 材料薄膜厚度的非破坏性快速测量方法, 详细地研究了 SIMOX 材料的红外吸收光谱特性, 求出了特征峰对应的吸收系数。提出利用红外吸收光谱测量 SIMOX 绝缘埋层厚度的非破坏性方法, 并根据离子注入原理计算出表面硅层的厚度。SIMOX 薄膜的表层硅和绝缘埋层的厚度是 SOI 电路设计时最重要的两个参数, 提供的非破坏性测量方法, 测量误差小于 5%。在 SIMOX 材料开发利用、批量生产中, 用此方法可及时方便地检测 SIMOX 薄膜的表层硅和绝缘埋层的厚度, 随时调整注入能量和剂量。

关键词: SIMOX 薄膜; 红外光谱; 非破坏性测量

PACC: 6170T; 7340T; 7865; 3220F; **EEACC:** 2530F; 2550B

中图分类号: O484.4; O657.33 **文献标识码:** A **文章编号:** 0253-4177(2000)10-0993-06

IR Properties in SIMOX Films and New Nondestructive Method Determining Thickness of Buried SiO₂ Layers and Surface Si Layers*

LU Dian-tong¹ and P. L. F. Hemment²

(1 Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University, Beijing 100875, China)

(2 Department of Electronic and Electrical Engineering, University of Surrey, Guilford, Surrey GU2 5XH, UK)

Received 30 June 1999, revised manuscript received 19 November 1999

Abstract: SIMOX (Separation by Implanted Oxygen) films could be formed by high dose ($1.3-1.8 \times 10^{18}/\text{cm}^2$) implantation into Si(100) at 170—200 keV in several techniques. The SIMOX films were eval-

* 国家自然科学基金(No. F040105)和北京自然科学基金(No. 4952002)资助项目[Project Supported by National Natural Science Foundation of China Under Grant No. F040105 and by Natural Science Foundation of Beijing Under Grant No. 4952002].

卢殿通 男, 1941 年出生, 教授, 北京大学物理系半导体物理专业毕业, 从事半导体离子注入、微电子、SOI 技术研究。

P. L. F. Hemment, Professor of Surrey University, UK.

1999-06-30 收到, 1999-11-19 定稿

ated by means of infrared absorption spectroscopy (IR). There are three major characteristic peaks in the IR spectra. The three absorption coefficients were calculated carefully. A new nondestructive method of determining the thickness of buried SiO₂ layers and surface Si layers in a few minutes is suggested by using IR spectra without destruction of the SIMOX wafers.

Key words: SIMOX film; IR spectra; nondestructive method of measurement

PACC: 6170T; 7340T; 7865; 3220F; EEACC: 2530F; 2550B

Article ID: 0253-4177(2000)10-0993-06

1 引言

SOI(Silicon on Insulator)技术是21世纪的硅集成电路技术^[1]. 离子注入SIMOX(Separation by Implanted Oxygen)材料是最重要的SOI材料. 国际上, 美国、英国、德国、日本等国有关单位都进行了大量的研究工作. 目前, SIMOX材料的工艺日趋成熟. SIMOX材料的成本大大低于用蓝宝石制成的SOS(Silicon on Sapphire)材料的成本, 而且在性能和加工方面都优于SOS材料. SIMOX材料可以用来制备高速度、高集成度、低功耗、抗辐射的SOI/CMOS电路, 该电路多用于卫星和导弹的控制系统中.

对于SOI-SIMOX材料薄膜厚度的测量, 以前多用卢瑟夫背散射(RBS)、扩展电阻(SR)、透射电镜(TEM)、二次离子质谱(SIMS)、SOI-MOSFET器件、椭偏光谱(ES)等方法^[1—6]. 这些方法中, RBS、SR、TEM和SIMS在测量中必须破坏样品, MOSFET方法必须制作成SOI器件才能测量, ES测量过程复杂, 费时费工.

在SIMOX材料的批量生产过程中, 急需快速测定表层硅和绝缘埋层的厚度, 及时调整注入能量和剂量, 使SIMOX材料的表层硅和绝缘埋层的厚度达到电路设计要求的指标. 作者详细地研究了SIMOX材料的红外吸收光谱特性, 求出了特征峰对应的吸收系数, 提出了利用红外吸收光谱测量SIMOX绝缘埋层厚度的非破坏性方法. 并根据离子注入原理进一步计算出表面硅层的厚度. 这是一个非破坏性的测量方法, 在SIMOX材料开发利用、批量生产中, 用红外吸收光谱法可及时方便地检测SIMOX薄膜的表层硅和绝缘埋层的厚度, 随时调整注入能量和剂量. 此方法有广泛的应用前景.

2 实验

2.1 样品制备

采用8—10Ω·cm的n-Si(100)或p-Si(100)单晶抛光片(为了研究和比较, 我们选用n-Si和p-Si两种衬底样品. 研究发现, p-Si样品制备的SOI表层硅也转化为n-Si. 要想得到表层硅为n型的SOI样品, 需要另外掺杂. 究竟是选用n-Si还是p-Si作衬底, 要根据SOI电路的制造要求而定). 注入剂量(1.3—2.0)×10¹⁸/cm², 注入能量170—200keV, 注入样品的有效面积为2cm×2cm. 注入时靶温为500—700℃. 注入后, 样品退火1200—1350℃, 2—10h, 氮气保护.

2.2 实验结果

2.2.1 SIMOX样品的扩展电阻测量和结果讨论

SIMOX样品退火前后进行扩展电阻测量, 扩展电阻测量可以给出电阻率和载流子浓度的剖面分布. 由电阻率和载流子浓度分布的变化可以确定表面硅层和绝缘埋层的厚度.

图1是样品45-0和45-1的扩展电阻测量结果. 样品的氧离子注入剂量为1.44×10¹⁸/cm², 注入能量为200keV. 样品45-0注入后未退火, 45-1注入后退火1300℃, 6h. 由扩展电阻测量得到的电阻率分布曲线结果, 可以确定SIMOX薄膜的表面硅层和SiO₂绝缘埋层的厚度d_{Si}和d, 如表1所示.

表 1 由扩展电阻测量得到的表面硅层厚度 d_{Si} 和 SiO_2 绝缘埋层的厚度 d_i Table 1 Thickness of Surface Si Layer and Buried SiO_2 Layer Measuring by Spreading Resistance Method

样 品	能 量 / keV	剂 量 / cm^2	退 火	d_{Si}/nm	d_i/nm
45-0	200	1.44×10^{18}	无	$d_{Si} + d_i = 630$	
45-1	200	1.44×10^{18}	$1300^\circ C, 6h$	350	280

未退火样品, 表面单晶层没有完全恢复, 电阻率很高, 和绝缘埋层一样, 表现出高电阻区域。经过高温退火的样品, 表面单晶层完全恢复, 电阻率下降。由于表面硅层中残留的氧起施主作用, 氧施主浓度超过原衬底硅的施主浓度(或 p-Si 的受主浓度), 使表面硅层的载流子浓度高于衬底硅的载流子浓度。由半导体物理可知: 半导体的电阻率 ρ 与载流子浓度 n 、载流子迁移率 μ 和电荷 e 的关系为: $\rho = 1/ne\mu$, 所以在扩展电阻测量结果中, 可以看到表面硅层的电阻率低于衬底硅的电阻率。利用分步注入和高温长时间退火等方法, 可以减少表面硅层中残留的氧, 使表面硅层的电阻率接近衬底硅的电阻率^[7]。

2.2.2 SIMOX 样品的干涉显微测量

用专用的研磨器, 把 SIMOX 样品边沿磨一个很小的角度 $< 15'$, 把研磨的斜面抛光成镜面, 使样品的表面硅层和绝缘埋层剖面显露出来。用干涉显微镜观测, 并把干涉条纹拍照下来。图 2(a) 是用干涉显微镜拍照下来的干涉条纹照片。图 2(b) 是用读数显微镜测量表面硅层和绝缘埋层的分界线所对应的干涉条纹数的示意图。

从照片中很清楚地看见 SIMOX 薄膜材料中的表面硅层和绝缘埋层的分界线。用读数显微镜读出 X_0 、 X_1 和 X_2 的数值, 绿光波长 $\lambda = 550nm$, 代入公式(1)和(2), 就可以算出表面硅层和绝缘埋层的厚度 d_{Si} 和 d_i ^[6]。其中 X_0 、 X_1 、 X_2 分别为: 用读数显微镜测定的干涉条纹间距、表面硅层厚度间距和埋层厚度间距, X_1/X_0 、 X_2/X_0 分别为表面硅层和埋层厚度对应的干涉条纹数。

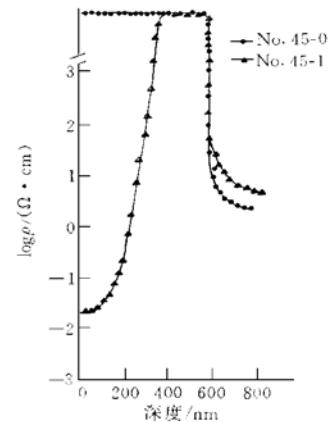


图 1 样品 45-0 和 45-1 的扩展电阻测量结果

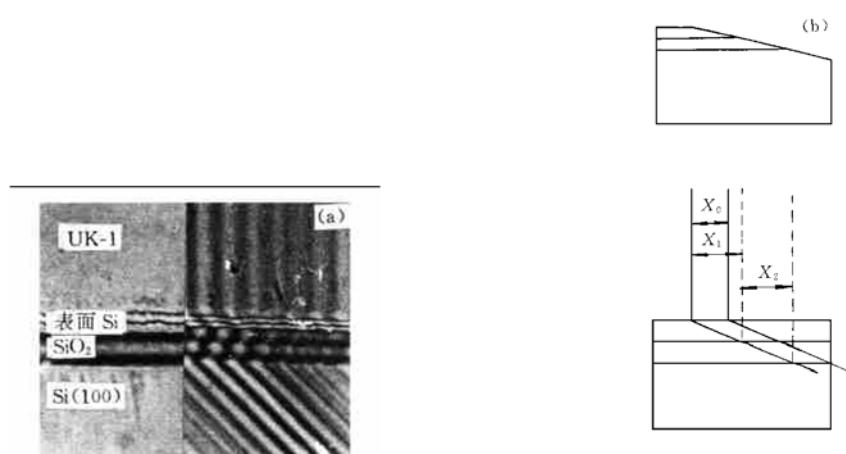
FIG. 1 $\log \rho$ Versus Depth for Sample 45-0 and 45-1

图 2(a) 用干涉显微镜拍照下来的干涉条纹照片

FIG. 2(a) Interference Stripe Photograph by Interference Microscope

图 2(b) 干涉条纹法测量表面硅层和绝缘埋层的厚度 d_{Si} 和 d_i 原理FIG. 2(b) Principle of Measuring Thickness of Surface Si Layers and Buried SiO_2 Layers by Interference Stripe Method

$$d_{\text{Si}} = \frac{\lambda}{2} \times \frac{X_1}{X_0} \quad (1)$$

$$d_i = \frac{\lambda}{2} \times \frac{X_2}{X_0} \quad (2)$$

样品 UK-1, 衬底硅 p-Si(100), $40\Omega \cdot \text{cm}$; 注入条件: 200keV , $1.8 \times 10^{18}/\text{cm}^2$, 靶温 600°C , 退火 1300°C , 6h. 测得表面硅层和绝缘埋层的厚度分别为 $d_{\text{Si}} = 290\text{nm}$, $d_i = 409\text{nm}$.

2.2.3 SIMOX 的红外吸收光谱特性和结果讨论

实验发现在 SIMOX 材料的红外吸收光谱中, 在波数 $400\text{--}1600\text{cm}^{-1}$ 范围内, 存在三个特征吸收峰: 第一个峰 $P_1(1070\text{--}1085\text{cm}^{-1})$ 最强, 这是著名的 Si—O 键伸缩振动峰; 第二个峰 $P_2(803\text{--}805\text{cm}^{-1})$, 这是 Si—Si 键伸缩振动峰, 第三个峰 $P_3(455\text{--}460\text{cm}^{-1})$, 这是 Si—O—Si 键弯曲振动峰.

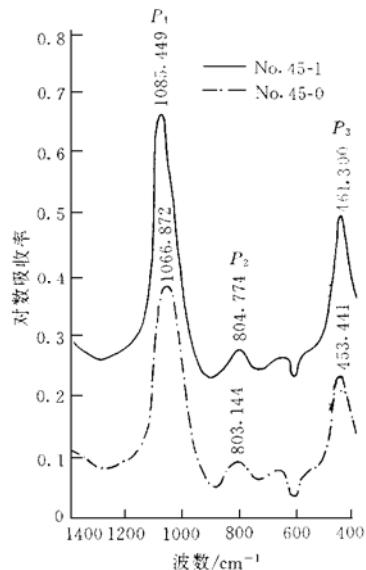


图 3 样品 45-0 和 45-1 的红外吸收光谱特性

FIG. 3 Infrared Absorption Spectra of Sample 45-0 and 45-1

图 3 给出样品 45-0 和 45-1 的红外吸收光谱特性. 两个样品的注入条件相同, 样品 45-0 注入后未退火, 45-1 注入后退火 2h, 1300°C . 由图可见, 经高温退火后, 红外吸收光谱中的三个特征峰都向高波数方向移动. 为了消除测量误差, 用原始 Si(100) 单晶抛光片的红外吸取光谱, 扣除 SIMOX 样品的红外吸取光谱的本底.

根据光吸收的 Lambert-Bouguer 定律:

$$I = I_0 e^{-\alpha d}$$

$$\text{或 } A = \log \frac{I_0}{I} = 0.434\alpha d \quad (3)$$

其中 A 是吸收度; I_0 和 I 分别是入射光强和透射光强; α 是吸收系数; d 是样品中 SiO_2 的吸收厚度(硅对红外光是透明的). 红外吸收光谱测量可以直接得到吸收度 A 的值, 只要能精确地测量出吸收系数 α , 我们就可以精确地测量出绝缘埋层的厚度 d_i .

为了精确测定 SIMOX 的红外吸收系数, 选用同一个 SIMOX 样品, 采用多种破坏性方法, 测量出 SiO_2 埋层厚度 d_i . 本实验用扩展电阻、干涉显微镜和椭圆偏振光(后者先用等离子体 CF_4 刻蚀, 去掉表面硅层, 然后用椭圆偏振光仪, 直接测量出 SiO_2 的厚度 d_i). 多种方法测量的结果取平均值得到 SiO_2 埋层厚度 d_i , 测量误差小于 5%.

由红外光谱测出的吸收度 A 和多种方法测量得到的 SiO_2 埋层厚度 d_i , 可以计算出三个特征峰的吸收系数 α_1 、 α_2 和 α_3 . 其结果列在表 2 中. 在表中也给出文献[9]中报道的热氧化和 CVD 生长的 SiO_2 的三个特征峰的吸收系数.

表 2 SIMOX 材料的红外光谱三个特征峰的吸收系数

Table 2 Absorption Coefficient of Three Characteristic Peaks for SIMOX

样 品	退 火	d_i/nm	$\alpha_1/\text{cm}^{-1}(\text{Si—O})$	$\alpha_2/\text{cm}^{-1}(\text{Si—Si})$	$\alpha_3/\text{cm}^{-1}(\text{Si—O—Si})$
45-0	无	319.3	2.39×10^4	0.285×10^4	1.27×10^4
45-1	$1300^\circ\text{C}, 2\text{h}$	325.6	3.10×10^4	0.344×10^4	1.30×10^4
热氧化 ^[8]			3.20×10^4	0.345×10^4	1.08×10^4
CVD ^[8]			2.56×10^4	0.250×10^4	0.76×10^4

为了便于比较, 我们也测量了热氧化和 CVD 生长的 SiO_2 的红外吸收光谱. 图 4 给出热氧化和 CVD 生

长的 SiO_2 的红外吸收光谱. 其中热氧化条件是: 干氧 O_2 , 1100°C , 2h ; 加湿氧 O_2 , 4min , 生成 SiO_2 的厚度为 332nm . CVD 生长 SiO_2 的条件是: 1000°C , 20min , 生成 SiO_2 的厚度为 108nm .

通过比较 SIMOX 样品和热氧化 SiO_2 的红外吸收光谱特性, 发现经过高温退火的 SIMOX 的三个特征峰和热氧化 SiO_2 的三个特征峰的峰位和吸收系数符合得很好.

利用本实验得到的 SiO_2 红外吸收系数和光吸收的普遍规律公式(3), 我们就可以通过测定 SIMOX 材料的红外吸收光谱的吸收度 A , 计算出 SIMOX 的埋层厚度 d_i . 这是一种非破坏性的测量方法. 由于 $\text{Si}-\text{O}$ 键的吸收峰高, 吸收度 A 大, 所以利用第一个特征峰 P_1 测量 SIMOX 的 SiO_2 的埋层厚度 d_i , 误差小, 精度高. 表 3 列出用红外吸收谱测定 SIMOX 的埋层厚度 d_i 的例子.

表 3 红外吸收谱测定 SIMOX 的埋层厚度 d_i 的实验结果

Table 3 Experimental Results of Thickness of Buried Layer Measured by IR

样品	能量/keV	剂量/ cm^{-2}	退火/ $^\circ\text{C}$	退火/h	吸收度 A	吸收系数 α/cm^{-1}	埋层厚 d_i/nm
5	190	1.3×10^{18}	无	无	0.2615	2.39×10^4	252.2
5-1	190	1.3×10^{18}	1300	6	0.3890	3.10×10^4	289.1
10	170	1.4×10^{18}	无	无	0.3066	2.39×10^4	295.6
10-8	170	1.4×10^{18}	1270	8	0.4265	3.10×10	317.0
11	170	1.6×10^{18}	无	无	0.3789	2.39×10^4	365.3
12	170	1.8×10^{18}	无	无	0.4169	2.39×10^4	402.0

由表 3 的数据可以看出: 实验测定结果和理论符合得很好. 注入能量相同时, 注入剂量增加, SIMOX 的 SiO_2 埋层厚度增加; 同样的注入能量和剂量, 样品经高温长时间退火后, SIMOX 的 SiO_2 埋层厚度增加. 这说明: 高温退火时, 埋层界面两边的氧原子向埋层方向移动, 形成稳定的 SiO_2 结构, 并使埋层界面陡峭.

2.2.4 SIMOX 薄膜表面硅层厚度的计算方法

表面硅层厚度的控制, 是靠选取适当的注入能量. 在注入剂量不变的情况下, 能量越高, 平均投影射程越大, 绝缘埋层离硅表面的距离越深, 表面硅层的厚度就大. 由于体硅的原子密度为 $C_{\text{Si}} = 5 \times 10^{22}/\text{cm}^3$. 在高温退火后的 SIMOX 材料的埋层 SiO_2 中, 硅的原子密度为 $N_{\text{Si}}(\text{SiO}_2) = (2.2 - 2.3) \times 10^{22}/\text{cm}^3$. 硅在埋层 SiO_2 中的原子密度小于硅在硅中的原子密度, 所以离子注入形成 SOI 材料后, 埋层体积膨胀, 产生胀应力.

根据离子注入原理^[10], 氧离子注入硅中, 一定的能量对应确定的平均投影射程 R_P , 高剂量氧离子注入硅中后, 所形成的 SiO_2 层对称地分布在深度为 R_P 的两边. 如果忽略氧离子注入硅中, 表面硅层被溅射掉的部分, 则 SIMOX 材料表面硅层的厚度 d_{Si} 近似认为是平均投影射程 R_P 减去埋层厚度 d_i 的一半.

$$d_{\text{Si}} = R_P - \frac{1}{2} d_{\text{SiO}_2} \quad (4)$$

用本文介绍的非破坏性方法测定的 SIMOX 薄膜厚度 d_{Si} 和 d_i , 列在表 4 中. 其结果和其它方法测出的结果符合得很好.

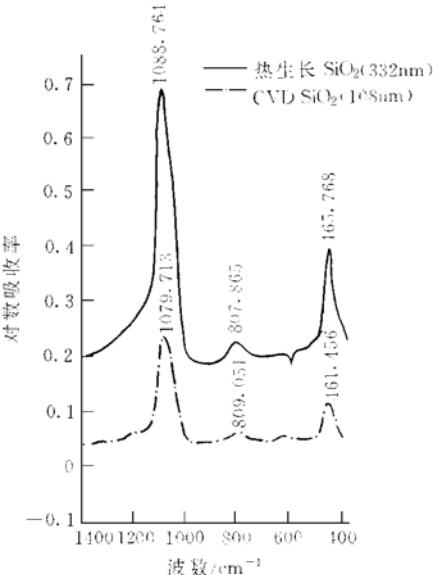


图 4 热氧化和 CVD 生长的 SiO_2 的红外吸收光谱

FIG. 4 Infrared Absorption Spectra of SiO_2

表 4 埋层厚度 d_1 的实验结果和表层硅厚度 d_{Si} 计算结果Table 4 Experimental Results of Buried SiO₂ Layer and Calculated Results of Surface Si Layer

样品	能量/keV	剂量/cm ⁻²	退火/°C	退火/h	射程 R _p /nm	表层硅 d_{Si} /nm	埋层 d_1 /nm
5	190	1.3×10^{18}	无	无	473.4	347.3	252.2
5-1	190	1.3×10^{18}	1300	6	473.4	329.9	289.1
10	170	1.4×10^{18}	无	无	422.2	274.4	295.6
10-8	170	1.4×10^{18}	1270	8	422.2	263.7	317.0
11	170	1.6×10^{18}	无	无	422.2	239.5	365.3
12	170	1.8×10^{18}	无	无	422.2	221.2	402.0

3 结论

红外吸收光谱测量 SIMOX 的埋层厚度的方法是一种非破坏性的快速测量方法, 测量精度高, 数分钟就可完成。这个方法可以用来快速监测 SIMOX 材料的生产工艺, 根据埋层厚度的要求, 及时调整氧注入剂量。利用红外吸收光谱测得的 SIMOX 的埋层厚度和离子注入原理公式可以算出表层硅的厚度。此方法在批量研制和生产 SOI 材料过程中, 可以带来巨大的经济效益。

参 考 文 献

- [1] J. P. Colinge, SOI 技术—21 世纪的硅集成电路技术, 北京: 科学出版社, 1993, 1—82.
- [2] P. L. F. Hemment *et al.*, Nucl. Instr. and Meth., 1985, **B6**: 292.
- [3] Lu Diantong *et al.*, Vacuum, 1989, **39**(2—4): 219—221.
- [4] Lu Diantong *et al.*, Nucl. Instr. and Meth., 1991, **B55**: 705—709.
- [5] 梁中宁, 莫党, 卢殿通, 半导体学报, 1989, **10**(2): 132—140[LIANG Zhongning, MO Dang, LU Diantong, Chinese Journal of Semiconductors, 1989, **10**(2): 132—140(in Chinese)].
- [6] Dian-Tong Lu and Heiner Ryssel, "Infrared Characteristic Spectra of SIM NI Films", Proc. of 3rd Inter. Conf. Solid-State and Integrated Circuit Technology, Beijing, 1992, 292—295.
- [7] Dian-Tong Lu *et al.*, "Properties of SOI-SIM NI Films", Proc. of 5th Inter. Conf. on Solid-State and Integrated Circuit Technology, Beijing, 1998, 307—310.
- [8] LU Diantong and Heiner Ryssel, Chinese Journal of Semiconductors, 2000, **21**(9): 849(in English)[卢殿通, Heiner Ryssel, 半导体学报, 2000, **21**(9): 849].
- [9] Joe Wong, J. Electron Mater., 1976, **5**: 113.
- [10] 北京师范大学低能核物理研究所, 离子注入原理与技术, 北京: 北京出版社, 1982, 25[Institute of Low Energy Nuclear Physics, Beijing Normal University, Ion Implantation Theory and Technology, Beijing Publishers, 1982, 25(in Chinese)].