

Er⁺ 注入单晶硅中非晶层晶化过程的 TEM 研究

严 勇¹ 王培大² 胡梅生³ 孙慧龄⁴ 李 齐¹ 冯 端¹

(1 南京大学固体物理微结构实验室)

(2 中国科学院半导体研究所, 北京)

(3 南京大学现代分析中心)

(4 中国科学院微电子中心, 北京)

1989年7月21日收到

剖面透射电镜的变温观察及高分辨电子显微镜 (HREM) 象表明, Er⁺ 注入(注入能量 350keV, 注入剂量 $1 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$) 硅单晶后, 在表面可形成一连续非晶层. 热退火过程中, 非晶层可以从非晶/单晶界面处进行固相外延和在内部成核两种方式进行再结晶以至形成多晶层. 再结晶的晶粒中存在大量微孪晶和堆垛层错.

主题词 离子注入, 缺陷, 固相外延, 晶化, HREM

一、引 言

近年来, 随着半导体工业的迅猛发展, 离子注入及其退火技术受到了愈来愈多的重视. Winterbon^[1] 和 Brice^[2] 应用多次矩阵方法和直接法从理论上对注入离子及淀积的能量在注入层中的分布进行了研究. 当考虑材料的电学性能时, 离子注入产生的损伤及非晶化, 以及其后的退火过程等, 便成为必须研究的课题. 不少人曾在这些方面开展过工作^[3-6]. 本文利用高分辨电子显微术对 Er⁺ 注入产生的损伤与缺陷特性及空间分布进行了研究, 并用透射电镜的变温装置对非晶层的晶化过程进行了观察, 获得了一些有意义的结果.

二、实验方法

选用 n 型硅单晶(111)切片, 用能量为 350keV 剂量为 $1 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$ 的 Er⁺ 进行注入. 然后取沿[110]方向切割的剖面, 经机械及亚离子束减薄成电镜可观测试样. 高分辨象的观察在 JEM-4000EX 电镜上进行. 变温观察在 JEOL-200CX 电镜加热台上完成.

三、实验结果

1. Er^+ 注入引起的损伤

注入样品,其表面层按损伤的情况,沿深度方向大致可分为三个区域,依次为非晶层(A),晶态损伤层(B)及完整的单晶衬底(C). 图1为 Er^+ 注入硅单晶样品在常温下的[110]剖面电子显微图象*. 表面非晶层(A)有均匀的衬度,厚度为160nm,该层的选区电子衍射花样图1(b)显示为相当弥散的衍射环,证实了它是处在非晶态. 从该低倍电子显微图看到,非晶/单晶界面清晰而平滑,无明显起伏变化. 并可清晰地观察到单晶层(包括B区、C区)的消光轮廓带,它们与非晶层有完全不同的衬度.

Er^+ 注入硅样品[110]取向的高分辨电子显微镜(HREM)象表明,A区为典型的非晶态,其非晶化程度相当好,没有看到局域的有序态. 非晶/单晶(A/B)间界面十分清楚,无明显过渡区,界面的起伏约为50 Å (见图2). 在B区中,存在大量躺在{113}面上的缺陷,其尺寸为30—50 Å. HREM象中的一些局域的衬度变化,表明其中存在着 Er^+ 注入后损伤造成的晶格畸变. 没有观察到层错、孪晶等其它平面缺陷.

2. 退火时非晶层晶化过程的观测

样品在电镜加热台上,经20分钟升至550°C时,非晶层接近界面处出现少量块状衬度异常区. 其选区电子衍射花样中,非晶衍射环强度变弱,宽度变窄,并有密度极低的多晶衍射斑点,说明非晶区开始晶化,其晶化过程首先是在非晶层与晶态损伤层的界面附近发生.

当温度升至650°C时,A/B界面附近的非晶层有大量的晶粒,其尺寸小于200 Å (见图3(a)). 在非晶层的不同深度也观察到许多晶粒,其电子衍射花样中(图3(b))有清晰的(111)衍射环,还有较强的(200),(220)衍射环,这证明非晶层A区的结晶化程度有所提高.

样品升温至900°C后,A区已由非晶转变为多晶,如图4(a)所示. 由于界面附近的非晶区通过固相外延大量结晶,A/B界面不十分清楚,显得粗糙. 界面附近延伸的晶粒尺寸大约为500 Å,明显大于其它区域. 电子衍射花样(图4(b))中衍射环十分敏锐,并分裂为衍射斑点,为典型的多晶衍射花样.

Er^+ 注入硅单晶样品经退火后的 HREM 象表明,由于A区中大量晶粒的存在,A/B界面已不十分明显,在界面附近单晶层中,存在着大量躺在{111}面上的微孪晶和堆垛层错,它们的尺寸一般为100—300 Å. 这些孪晶和层错即可相互平行排列而联系在一起(见图5(a)),又可在(111)和($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)面上交叉排列形成V型缺陷(见图5(b)). 非晶层中的小晶粒之间没有特定的结晶学关系,常可观察到由多个晶粒重迭而产生的水纹图. 尤其有意义的是,我们还发现在A区中任意取向的晶粒里本身就含有大量的微孪晶和堆垛层错(见图5(c)). 这表明微孪晶和层错在退火过程中晶粒成核时就可以形成,并随晶粒生长而逐渐长大.

* 图1(a),(b),图2,见图版I.图3(a),(b),图4(a),(b)见图版II.图5(a),(b),(c)见图版III,IV.

四、讨 论

粒子射入固体靶后,入射粒子与晶体点阵发生碰撞,将能量传给原子,产生点阵畸变,从而引起损伤。通常情况下,注入离子在固体靶中的深度方向上呈高斯分布,而其能量淀积曲线则比较复杂。如果靶表面层淀积能量密度低于非晶化所需能量,则表面保持晶态,深部高能量密度区非晶化。但如果靶的表面淀积的能量密度已高于非晶化所需能量,则注入可使靶的表面产生一连续的非晶层,随着深度加深,淀积的能量密度逐步下降,产生的损伤逐步减弱,依次出现缺陷区和完整区。本实验 HREM 观察结果与后一种情况是相符的。

离子注入在硅单晶中产生的非晶层通常可在不太高的温度(550°C 左右)下退火使其再结晶,变温观察及 HREM 的观测已经证实。在这种较低温度下,非晶层再结晶首先是从非晶层与单晶层界面附近发生,虽然再结晶的晶粒外形不一样,大小不同,但界面附近再结晶的大部分晶粒的结晶学取向与衬度相同,由此可见,这些晶粒是由衬底通过固相外延而形成的。温度较高时(650°C 以上),热退火使试样非晶层以非晶/单晶界面处固相外延和非晶层内部成核生长两种方式同时产生再结晶,由于非晶层内部晶粒成核时无特定的结晶学取向,从而产生的晶粒取向杂乱。

对于损伤层 B 区,离子注入过程中形成的稳定缺陷 $\{113\}$ 缺陷及其它缺陷等,由于热处理而分解成点缺陷和结构简单的缺陷,这些缺陷在温度较高时能以较高的迁移率运动。同时逐渐湮没或被原来晶体中的位错、杂质或表面吸收,这些结合起来的缺陷可沿某些特定的结晶学面(如 $\{111\}$ 面)排列,形成较大的二次缺陷。此外, Er^+ 注入硅单晶后,由于离子半径的差异,在 B 区中存在着应力,这些因素有可能在退火时导致孪晶、层错等缺陷的产生。

五、结 论

HREM 及动态变温观察表明,注入能量为 350keV ,注入剂量 $1 \times 10^{19}\text{cm}^{-2}$ 的 Er^+ 注入单晶硅后,在表面可以形成一连续非晶区。在热退火过程中,非晶区可以非晶/单晶界面处进行固相外延和在内部成核两种方式同时进行再结晶以至形成多晶层。外延产生的晶粒与衬底有相同的结晶学取向。非晶层内部成核生长的晶粒无特定的结晶学取向。两种方式产生的晶粒中存在着大量躺在 $\{111\}$ 面上的微孪晶和堆垛层错,它们的尺寸远大于未退火时缺陷区中 $\{113\}$ 缺陷的尺寸。

参 考 文 献

- [1] K.B. Winterben, P. Sigmund and J.B. Sanders, *Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. Selsk.*, **37**, 14 (1970).
- [2] D.K. Brice, *Radiation Effects*, **6**, 77 (1977).
- [3] 严勇,李齐,冯端,孙慧龄,王培大, *半导体学报*, **10**, 306 (1989).
- [4] E. Myers, G.A. Rozgonyi, D.K. Sadans, W. Maszar, J. Jwoortman and J. Narayan, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, **52**, 109 (1986).

- [5] Z. Lilietal-weber, R.W. Carpenter, and J.C. Kelly, *Mat. Res. Soc. Symp. proc.* 52, 139(1986).
[6] 王培大,孙慧龄,第七届离子注入技术国际会议离子注入硅材料特性会议文集, P.83, (1988).

TEM Study of Crystallization of Amorphous Layer in Er^+ Implanted Si

Yan Yong¹, Wang Peida², Hu Meisheng³, Sun Huiling⁴, Li Qi⁴ and Feng Duan¹

(1. Laboratory of Solid State Microstructures, Nanjing University)

(2. Institute of Semiconductors, Academia Sinica)

(3. Center of Modern analysis, Nanjing University)

(4. Microelectronics Research & Development Center, Academia Sinica)

Abstract

Variable temperature observations by cross-section transmission electron microscope and high resolution electron microscope images show that an amorphous layer is formed after an Er^+ (150 keV, $1 \times 10^{15} \text{cm}^{-2}$) implanting into crystalline silicon. During thermal annealing, the amorphous layer is recrystallized into polysilicon layer through solid-phase epitaxial regrowth from the amorphous-crystalline interface and through the nucleation in the amorphous layer. There are a lot of twin boundaries and stacking faults in the recrystallized grains.

Key words Ion implantation, Fault, Solid-phase epitaxy, Crystallization, HREM