

亚微米厚自支撑单晶 Si 薄膜的 沟道-背散射研究

彭秀峰 龙先灌 王明华 何福庆 郭华聪

(四川大学原子核科学技术研究所)

1983年11月12日收到

文中描述了用 MeV 级质子的背散射测定单晶 Si 薄膜的厚度、厚度均匀性及膜的表面沾污,用质子沟道效应确定了膜的单晶完整程度及表面沾污对膜沟道特性的影响。

一、引 言

最近由于亚微米厚自支撑单晶 Si 薄膜在好些领域找到了新的用途,因此有必要对膜本身的性质进行研究。在固体中原子碰撞的研究中^[1],在表面及界面科学的研究中^[2,3],能损粒子探测器^[4],X射线刻蚀用的掩模^[5],肖特基二极管及约瑟夫逊器件性能的改善^[6]等方面都要用到这种薄膜,尤其是在表面及界面科学研究中,它和沟道效应一起已经成为一种独特的研究手段。例如 L. C. Feldman 等人对 Si-SiO₂ 界面的研究中^[2],他们用 1.2 MeV 的 He⁺ 束入射厚为 1800 Å 的〈110〉Si 单晶薄膜的沟道效应确定出在无定形 SiO₂ 和原子排列整齐的完整 Si 单晶体之间还存在着大约两个单原子层 Si,其原子排列介于有序和无序之间并且相对于完整 Si 单晶体的格点位置横向(即与〈110〉垂直)位移了 0.1—1 Å 的距离。又如 N.W. Cheung 等人^[3]用 1.5 MeV 的 He⁺ 束沿着三个不同的晶向入射厚约 1600 Å 的〈100〉Si 单晶,确定出在超高真空下淀积在 Si 膜表面的第一层 Ni 原子的位置,并研究了 Ni 和 Si 之间的固相反应。我们用质子的沟道-背散射方法测量了自制的 Si 单晶薄膜的厚度及均匀性、单晶完整性和表面沾污及其影响。

二、实验与结果分析

实验在本所 2.5 MeV 质子静电加速器上进行。靶上束斑直径为 1 mm,束流发散度小于 0.08°,样品安装在可作一维平动和三维转动的定角仪上,金硅面垒探测器位于背向 155°,实验真空度约 2×10^{-5} 托,束流积分器接在靶上作束流监测和归一化计数,靶前二次电子抑制屏加一 300 V 电压,实验中流强为 3—5 nA。实验所测样品是用选择腐蚀的方法将厚约 300—400 μm 的无位错单晶 Si 片(晶向〈100〉,一面抛光,一面粗磨)化学减薄后得到的^[7]。*1 样品保留的是 Si 片的粗磨面,其外观平整无孔半透明,呈乳白色,直径约 0.7 cm; *2 样品保留的是 Si 片的抛光面,其外观平整无孔透明,微呈棕黄色,直径约 1 cm。测 *1 样品时入射质子能量为 1 MeV,测 *2 样品时入射质子能量为 1.5 MeV。

1. 膜厚及厚度均匀性测量

从背散射能谱的宽度 ΔE , 可由下式算得膜厚

$$t = (\Delta E / [\epsilon] \rho) \cdot 10^{-2}, \quad (1)$$

式中 t 的单位为 $\text{\AA}$; ΔE 的单位为 eV ; ρ 为待测膜的质量密度, 单位为 g/cm^3 ; $[\epsilon]$ 叫阻止截面因子, 其值

$$[\epsilon] = \frac{k}{\cos \theta_1} \epsilon_{\text{in}} + \frac{1}{\cos \theta_2} \epsilon_{\text{out}}. \quad (2)$$

式中 k 为运动学因子, 其值可以计算得到或从手册查出; θ_1 与 θ_2 为入射方向及散射方向同样品表面法线间的夹角, 本实验中 $\theta_1 = 0^\circ$, $\theta_2 = 25^\circ$; ϵ_{in} 和 ϵ_{out} 分别为对应于入射能量和出射能量的阻止本领, 单位为 $\text{MeV} \cdot \text{cm}^2/\text{g}$, 其值可以从手册查出. 为了测均匀性, 在薄膜表面纵横两条相互垂直的直径上选择几点测其厚度, 测量结果见表 1.

表 1 背散射测厚结果

测量点			0	1	2	3	4	5
纵向	膜厚($\text{\AA}$)	*1样品	7400	7300	7400	7400	7200	7300
		*2样品	5600	6000	5800	5700	5500	
横向	膜厚($\text{\AA}$)	*1样品	7500	7400	7400	7100	7300	
		*2样品	5600	5600	5800	5600		

注: 测量点间距为 1mm.

一般定义

$$\text{膜厚不均匀度} = \frac{\text{最大膜厚} - \text{平均膜厚}}{\text{平均膜厚}} 100\%.$$

算得 *1、*2 样品的纵向不均匀度为 1% 和 4%, 横向不均匀度为 2% 和 4%.

2. 沟道效应测量

用安德逊法使束流对准 $\langle 100 \rangle$ 晶轴后进行沟道效应测量, 所得随机谱、定向谱及产额角分布(即沟道坑)示于图 1.

图 1(a)中随机谱低能端 162 道及 148 道处有两个小峰, 图 1(b)中 555 道处也有一个峰, 由峰位处能量定出图 1(a)中两小峰分别是 *1 样品前后表面的碳峰, 图 1(b)中的峰是样品前后表面碳峰叠加而成. 为了估计碳沾污对沟道性能的影响, 我们采用文献 [8] 所介绍的方法得到图 1(a)中前后表面的碳层厚度分别为 $500 \text{\AA}$ 和 $450 \text{\AA}$ 左右. 图 1(b)中前后表面碳层一共厚约 $2000 \text{\AA}$.

沟道临界角

$$\phi_{1/2} = 0.8 F_{RS} (1.2 u_1 / a) \phi_1. \quad (3)$$

其中 u_1 为晶格原子的均方根热振幅, 在室温下其值为 $0.075 \text{\AA}$; a 是托马斯-费米屏蔽半径, 单位为 $\text{\AA}$, 并有 $a = 0.4685 (z_1^{1/2} + z_2^{1/2})^{2/3}$, z_1 、 z_2 分别为入射离子和靶原子的电荷数; 函数 F_{RS} 的计算曲线可在文献中查到; 沟道效应特征角 $\phi_1 \approx 0.307 (z_1 z_2 / dE)^{1/2}$, d 是入射方向的晶格常数, E 为入射能量.

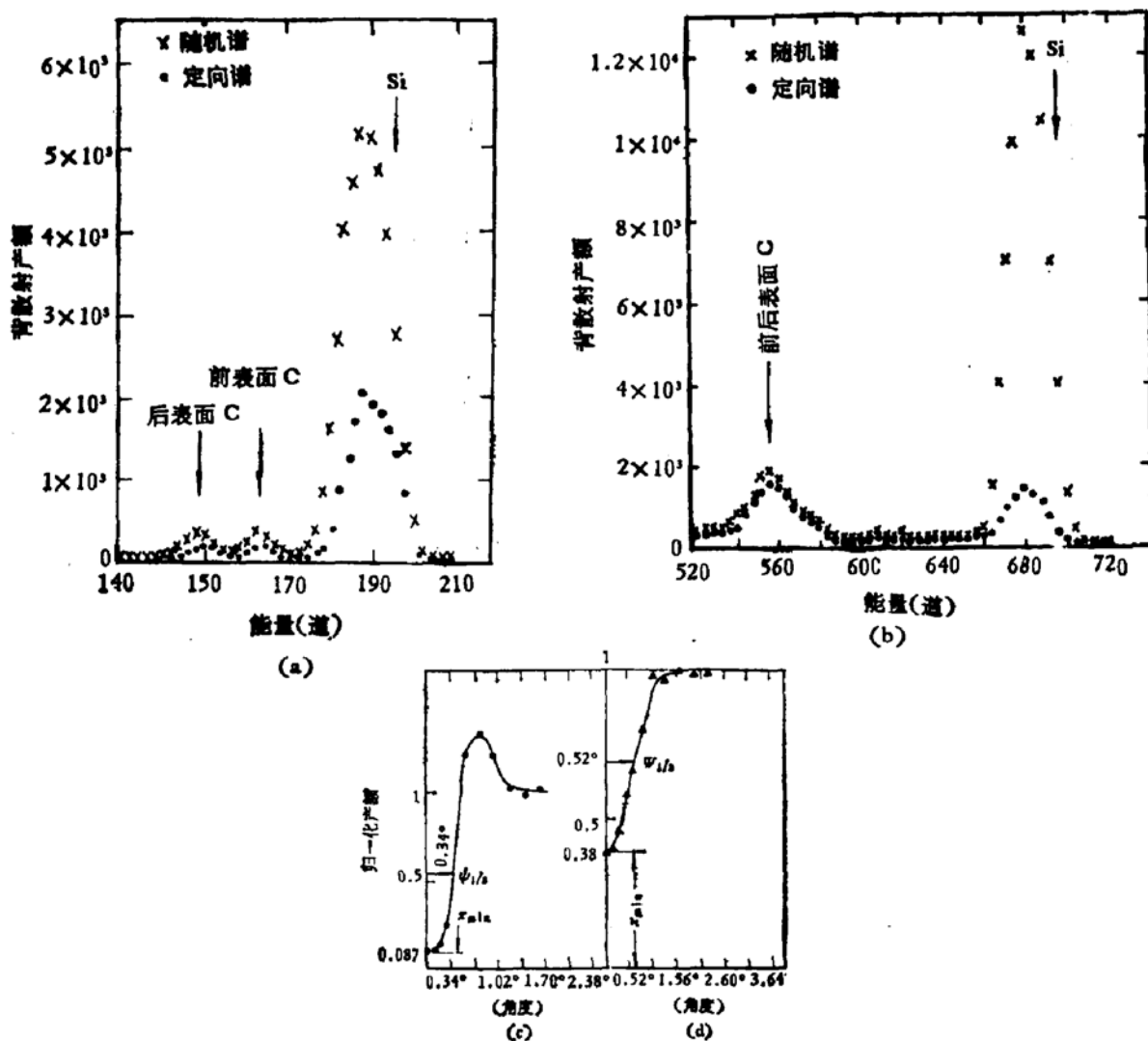


图 1 沟道效应测量结果

(a) #1 样品随机谱、定向谱. (b) #2 样品随机谱、定向谱. (c) #1 样品产额角分布.
(d) #2 样品产额角分布

表 2 沟道测量计算值与实验值

样 品 号	1	2
入射质子能量 (MeV)	1	1.5
临界角 $\psi_{1/2}$ 计算值 (度)	0.42	0.34
临界角 $\psi_{1/2}$ 实验值 (度)	0.52	0.34
极小值 x_{min} 计算值 (%)	3	3
极小值 x_{min} 实验值 (%)	38	8.7

沟道坑极小值 x_{min} 对单晶完美程度很灵敏, 其值

$$x_{min} = 18.8 N d u_1^2 (1 + \zeta^{-2})^{1/2}. \quad (4)$$

式中 N 为单晶的原子密度; $\zeta \approx 126u_1/\phi_{1/2}d$. 根据(3)、(4)两式算得的 $\phi_{1/2}$ 和 $x_{\min}$ 的理论值以及实验测得的值列于表 2.

由表 2 可以看到 #1 样品的 $\phi_{1/2}$ 和 $x_{\min}$ 的实验值都大于理论值, #2 样品的 $\phi_{1/2}$ 的实验值和理论值相等, 而 $x_{\min}$ 的实验值也比理论值高. 对此结果分析如下.

#1 样品表面虽有 500 Å 厚的碳层, 但用单次散射模型计算表明它对极小值的贡献不大(约 6%), #1 样品极小值增高的主要原因是由于表面结构所造成的, 因为 #1 样品制作时保留下的是单晶 Si 片的粗磨面, 其表面有一层研磨造成的损伤层, 用 SEM 作形貌检查发现表面粗糙成颗粒状[图 2(a)]. 根据实验所测谱形与图 3 所示三种表面结构比较可以看出损伤的结构是微晶颗粒取向比较一致的多晶层, 如图 3(c). 这种微晶颗粒的尺寸大到足以发生沟道效应[根据图 2(a), 颗粒直径在 1—10 μm 之间], 微晶颗粒取向的分布 $g(\theta)$ 可以用呈圆柱对称的高斯分布来描述^[10]

$$g(\theta) = (\pi\sigma^2)^{-1} \exp(-\theta^2/\sigma^2). \quad (5)$$

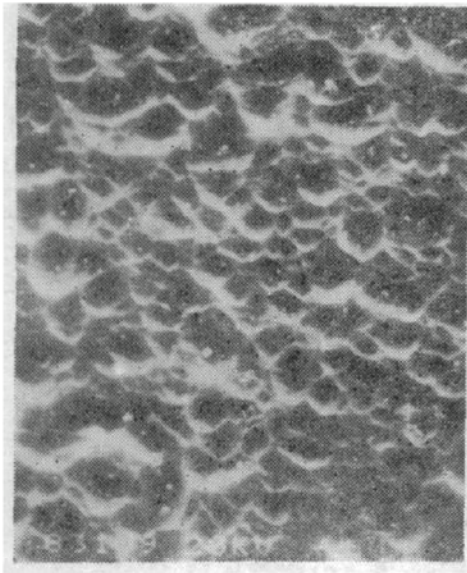


图 2 (a) #1 样品 SEM 形貌图(背面)

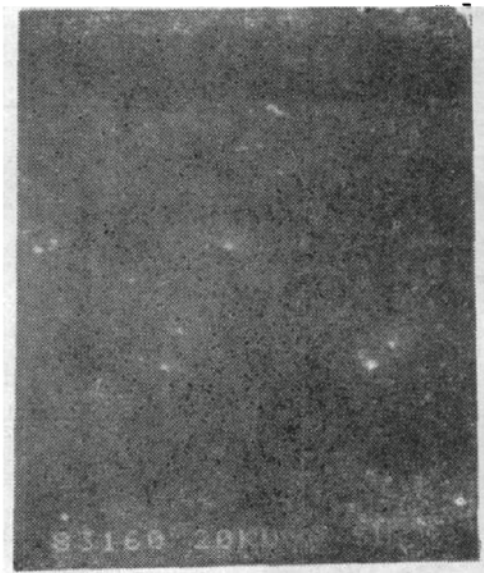


图 2 (b) #2 样品 SEM 形貌图(光面)

注: 两个样品的放大倍数都为 900 倍. (b) 中的几个亮点是样品上的几粒灰尘.

式中 σ 为两维高斯分布的标准偏差; θ 为入射处微晶颗粒的取向与最优微晶取向间的夹角(图 4), 最优微晶取向是指当束流入射方向与该向重合时探测到的背散射产额最小的取向. 当多晶层中发生沟道效应时, 其背散射产额角分布为

$$x(\phi) = 1 - \frac{1 - x_0}{1 + \sigma^2/\Delta_0^2} \exp[-\phi^2/(\Delta_0^2 + \sigma^2)]. \quad (6)$$

式中 ϕ 是入射方向与最优取向间的夹角; x_0 是完美单晶的产额角分布的极小值; Δ_0 为完美单晶产额角分布的两维标准偏差, 并且 $\Delta_0 = \phi_{1/2}/(\ln 2)^{1/2}$. 当入射方向与最优取向重合时 ($\phi = 0$), 由式(6)可得

$$1 - x_{\min} = (1 - x_0)(1 + \sigma^2/\Delta_0^2)^{-1}, \quad (7)$$

$$\Delta^2 = \Delta_0^2 + \sigma^2. \quad (8)$$

Δ 就是多晶层中发生沟道效应时的产额角分布[即(6)式]的两维标准偏差. 将(8)式两端同乘以 $\ln 2$ 得

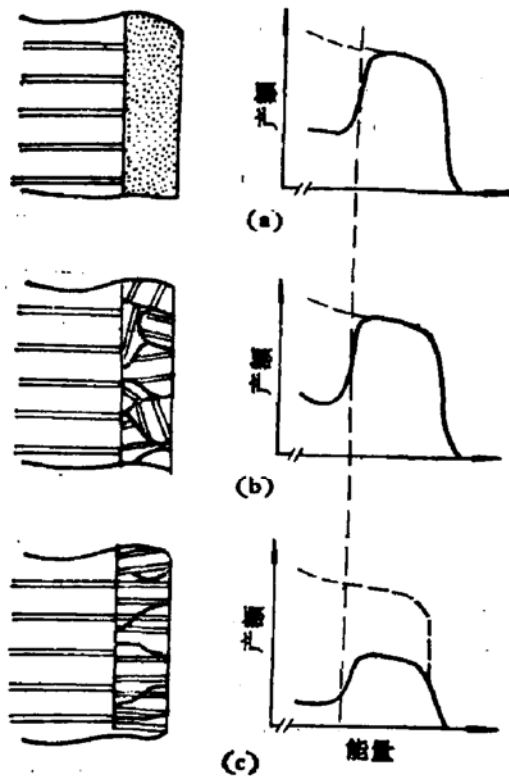


图3 单晶 Si 表面的无序层 (a) 以及多晶层 [(b) 无序多晶层; (c) 与单晶晶轴的偏离 $< 2^\circ$ 的多晶层] 及其相应的随机谱和定向谱

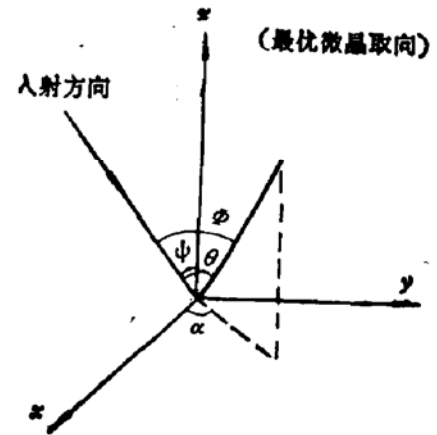


图4 离子束方向与微晶取向间的几何关系, 入射束的方向取在 xz 平面上, 并且 $\cos \phi = \cos \theta \cos \psi + \sin \theta \sin \psi \cos \alpha$.

$$\Psi_{1/2}^2 = \phi_{1/2}^2 + \sigma^2 \ln 2. \quad (9)$$

式中 $\Psi_{1/2}$ 就是这种多晶层的产额角分布的临界半角; $\phi_{1/2}$ 是完美单晶的产额角分布的临界半角[公式(3)]. 表2中实验测得的 $\Psi_{1/2} = 0.52^\circ$, 完美单晶的 $\phi_{1/2} = 0.42^\circ$, 且 $x_0 = 3\%$, 代入(7)、(9)两式便得到这种多晶层的沟道坑极小值 $x_{\min} = 37\%$, 与实验值 38% 吻合得很好. 此外由式(9)可求得 $\sigma = 0.37^\circ = 0.0064$ 弧度, 代入公式(5)就得到 #1 样品多晶层中微晶颗粒取向的分布为

$$g(\theta) = 7800 \exp(-24000\theta^2).$$

#2 样品的极小值约 8.7% , 与 #1 样品相比其完整性要高些, 但较理论值 3% 约高 3 倍, 其原因在于在束流入射的一面存在厚约 $1000 \text{ \AA}$ 的碳层所引起的. 由于 #2 样品前后表面碳沾污层共厚 $2000 \text{ \AA}$ 左右, 而样品在靶室中其前后表面受沾污的可能性基本相等 (这可以从 #1 样品前后表面的碳层厚度基本相等以及 #2 样品碳峰谱形的对称性较好得到证明), 所以可以认为其前后表面具有相同的碳层即各为 $1000 \text{ \AA}$. 为了了解前表面碳层对极小值的贡献, 我们仍然采用单次散射模型来作定性的估算. 计算表明若单晶是完美的, 其表面覆盖 $1000 \text{ \AA}$ 厚碳层之后, 将使极小值增高到 11% , 与实验值 (约 9%) 近似符合, 说明碳层覆盖下的单晶膜是比较完美的, 之所以不完全符合, 是因为单次散射模型本身对这样厚的碳层已不能完全适用所致. 目前实用上正是需要这种完整性好的单晶膜, 所以在制作中应按 #2 样品的工艺进行. 此外从表2的实验数据可以看出, 碳沾污虽然使 #2 样品的 $x_{\min}$ 升到计算值的 3 倍左右, 但对 $\phi_{1/2}$ 的影响却看不出来, 说明 $\phi_{1/2}$ 对表面沾污的响应是不灵敏的. E. Rimini 等^[11]人的实验表明覆盖层对 $x_{\min}$ 的影响大, 对 $\phi_{1/2}$

的影响小, 2130 Å 厚的铝覆盖层使 $\langle 110 \rangle$ Si 单晶的 $x_{\min}$ 变化了 15 倍左右, 而 $\phi_{1/2}$ 只变化了 0.3 倍左右, 按这样的变化比例计算, #2 样品的 $\phi_{1/2}$ 应从 0.34° 变化到 0.35° 左右, 这样的变化完全在作图误差范围之内, 所以没有测出来。

用背散射测量 #1、#2 样品及 #2 样品前后表面碳层的叠加峰时误差小于 5%, 测量 #1 样品前后表面碳层的误差约为 16%。

感谢我所静电加速器室全体同志的大力支持。本校半导体专业谢茂浓老师在样品制作中给了许多有益的指导和帮助, 中心实验室曾嘉玉老师为样品作了 SEM 形貌照象, 在此一并致谢。

参 考 文 献

- [1] F. H. Eisen, *Can. J. Phys.*, **46**, 561 (1968).
- [2] L. C. Feldman, P. J. Silverman, J. S. Williams, T. E. Jackman, and I. Stensgaard, *Phys. Rev. Lett.*, **41**, 1396 (1978).
- [3] N. W. Cheung, P. J. Grunthaner, B. M. Ullrich, *J. Vac. Sci. Technol.*, **18**, 917 (1981).
- [4] T. C. Madden, W. M. Gibson, *IEEE Trans. Nucl. Sci.*, **NS-11**, 254 (1964).
- [5] C. J. Schmidt, P. V. Lenzo, and E. G. Spender, *J. Appl. Phys.*, **46**, 4080 (1975).
- [6] C. L. Huang and Theodore Van Duzer, *IEEE Trans. Electron. Devices*, **ED-23**, 579 (1976).
- [7] 彭秀峰, 郭华聪, 王明华, 何福庆, 龙先灌, 四川大学学报(自然科学), **2**, 96(1983)。
- [8] 温良弼, 谢必正, 黄艳文, 张大忠, 陈素清, 彭秀峰, 陈剑瑄, 李尚柏, 王能明, 核仪器和方法, **3**, 133(1983)。
- [9] W. K. Chu, J. W. Mayer, and M. A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, p. 252, Academic New York, 1978.
- [10] H. Ishiwara and S. Furukawa, *J. Appl. Phys.*, **47**, 1686 (1976).
- [11] E. Rimini, E. Lujajjo, and J. W. Mayer, *Phys. Rev. B*, **6**, 716 (1972).

Channeling-Backscattering Studies of Self-Supporting Silicon Monocrystalline Films With Submicron Thickness

Peng Xiufeng, Long Xianguan, Wang Minhua,

He Fuqing and Guo Huacong

(Institute of Nuclear Science and Technology, Sichuan University)

Abstract

MeV proton backscattering has been used to measure the thickness, uniformity and surface contamination of two kinds of self-supporting monocrystalline film. The effect of both monocrystalline perfection and surface contamination on the channeling property of the film have been determined by MeV protons channeling.