第17卷第2期 半导体学报 Vol. 17, No. 2
1996年2月 CHINESE JOURNAL OF SEMICONDUCTORS Feb., 1996

SIMOX 材料的 TEM 研究

李映雪 奚雪梅 王兆江 张 兴 王阳元

（北京大学微电子研究所 北京 100871）

林成鲁

（中国科学院上海冶金研究所 上海 200050）

摘要 在注入能量为170keV，注入剂量从 $0.6\times10^{18}/cm^2$ 到 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 范围，改变注入方式，利用 TEM 技术观察了形成 SIMOX 的结构. 注入剂量为 $0.6\times10^{18}/cm^2$ 时，可以获得连续的 SiO_2 埋层且顶部硅层基本上无穿通位错产生；注入剂量为 $1.5\times10^{18}/cm^2$ 时，采用双重注入可以获得质量很好的 SIMOX 结构，顶部硅层仅有较少的穿通位错；注入剂量为 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 时，三重注入可以获得质量好的 SIMOX 结构，顶部硅层穿通位错稍多.

PACC：7340T，6170T，6180J，6116D

1 引言

SOI 将是 21 世纪硅集成电路技术的核心，因而正受到研究者的巨大兴趣和高度重视. 利用 SIMOX(Seperation by IMplanted OXygen)技术[1]形成的 SOI 材料，已被广泛应用于高速 CMOS 器件，CMOS 微功耗器件和抗辐照 CMOS 集成电路的研制中[2~4]，特别是利用超薄的 CMOS/SOI[5]有可能研制出高性能的 ULSI 集成电路. 尽管 SIMOX 材料基片在国际上已有成品出售，但旨在改善 SIMOX 材料质量，降低顶层硅的缺陷密度，改善 SiO_2 埋层的质量的研究工作仍在各发达国家竞相进行，每年都有相当多的报道. 我国 SIMOX 材料的研究历史远不够长，与国际先进水平相比还有一定的差距. 为获得结晶完好的顶层硅膜，致密的 SiO_2 埋层以及陡峭的 Si/SiO_2 界面，并符合器件要求的 SIMOX 材料，本文利用 TEM 技术研究了不同注入剂量，不同注入方式对 SIMOX 材料质量的影响.

2 实验方法

衬底采用〈100〉晶向，电阻率为 5～8Ω·cm 和 20～30Ω·cm 的 P 型硅单晶. 注入能量

李映雪 女，教授，主要从事半导体薄膜、半导体界面和 SOI 材料的制备及其特性研究
张 兴 男，博士，主要从事 CMOS/SOI 电路设计、工艺、模拟及辐照研究
王阳元 男，教授，中国科学院院士，从事 VLSI 新工艺、新器件和新结构研究
1994年8月25日收到初稿，1994年12月16日收到修改稿

为170keV，注入剂量为$0.6\times10^{18}\sim1.8\times10^{18}/cm^2$，注入时衬底温度为680℃. 采用一次注入和多重注入两种注入方式，多重注入具体作法是每次注入总剂量的几分之一，然后退火，再注入几分之一，退火……直至达到总剂量. 退火前用LPCVD方法在样品表面覆盖500nm的SiO_2层，然后在Ar+0.5%O_2气氛中，在1300℃温度下退火6小时. 在HF中去除LPCVD氧化层，借助于TEM技术，对所形成的SIMOX结构进行观测，得到一系列有意义的结果.

3 实验结果

为叙述方便，现将样品的注入及退火条件列于表1.

表1 样品注入与退火条件

样品编号	注入方式	注入条件	退火条件
S1#	一次	170keV，$6\times10^{17}/cm^2$，T_i=680℃	Ar+05%O_2，1300℃ 6小时
S5#	一次	170keV，$9\times10^{17}/cm^2$，T_i=680℃	同上
A1	一次	170keV，$1.5\times10^{18}/cm^2$，T_i=680℃	同上
SS2#	二重	170keV，第一次注入 $6\times10^{17}/cm^2$-退火-第二次注入 $9\times10^{17}/cm^2$-退火 T_i=680℃	同上
SS5#	二重	170keV，第一次注入 $9\times10^{17}/cm^2$-退火-第二次注入 $9\times10^{17}/cm^2$-退火 T_i=680℃	同上
X-1#	一次	170keV，$1.8\times10^{18}/cm^2$，T_i=680℃	同上
SSS1#	三重	170keV，第一次注入 $6\times10^{17}/cm^2$-退火-第二次注入 $6\times10^{17}/cm^2$-退火-第三次注入 $6\times10^{17}/cm^2$-退火，T_i=680℃	同上

3.1 不同注入剂量的SIMOX结构的观测

图1～4分别给出注入能量相同，退火条件相同，但注入剂量从$6\times10^{17}/cm^2$变到$1.8\times10^{18}/cm^2$的SIMOX材料的TEM图(图1～3见图版Ⅰ，图4见图版Ⅱ).

由图可见，尽管注入剂量变化很大，但经退火后四个样品的顶部硅膜结晶均很好(RBS测试表明，X_{min}值接近于体硅的X_{min}值)，当注入剂量较小时，(S1#和S5#)顶部硅层中未见穿通位错出现(在TEM观测范围). 当注入剂量增至$1.5\times10^{18}/cm^2$时，顶部硅层出现穿通位错，注入剂量增加，穿通位错数目增加. 一般而言Si/SiO_2界面比较平整，剂量最低的S1#的SiO_2埋层上界面较平整(有很少硅岛突入SiO_2埋层内)，但下界面极不平整，有较多的硅岛突入埋层. 四个样品的SiO_2埋层均比较致密，埋层内所含菱形硅岛数目随注入剂量不同有所不同. 注入剂量最低($6\times10^{17}/cm^2$)时，埋层内硅岛数目最少，但与SiO_2埋层厚度相比硅岛尺寸较大. 注入剂量为$9\times10^{17}/cm^2$时，埋层内硅岛数目最多，在埋层分布分成上下两行，下行硅岛出现在距SiO_2/Si下界面45nm处，上行硅岛恰处于氧离子最佳射程R_p(170keV时)附近. 注入剂量为$1.5\times10^{18}/cm^2$时，硅岛处于SiO_2/Si下边界面附近几百埃处，其数量较S5#样品明显减少，而剂量增至$1.8\times10^{18}/cm^2$时，SiO_2埋层内未观察到硅岛.

3.2 注入方式不同的 SIMOX 结构的观测

图 5～7 分别给出二重注入和三重注入所形成的 SIMOX 材料的 TEM 图(见图版Ⅱ). 其中样品 SS2# 是注入能量 170keV，注入总剂量为 $1.5\times10^{18}/cm^2$ 的二重注入；样品 SS5# 是注入能量 170keV，剂量 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 的二重注入；样品 SSS1# 是注入能量 170keV，剂量 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 的三重注入.

图 5、图 6、图 7 三者相比较可见，样品 SS2# 显示出良好的结构，顶部硅膜未观察到明显的穿通位错出现；Si/SiO_2 界面平坦，SiO_2 埋层致密，在观测范围内未发现硅岛. 样品 SS5# 情况较前者差些，顶部硅层有明显的穿通位错，并且结晶质量差些，尤其在 SiO_2 埋层上界面附近结晶状况更差，但 Si/SiO_2 界面仍较平整，在 SiO_2/Si 下界面有硅岛出现. 而总注入剂量($1.8\times10^{18}/cm^2$)相同的三重注入样品 SSS1# 的 TEM 图(图 7)显示出 SIMOX 材料质量有明显改善，顶层硅除有少量穿通位错外，其余地方结晶很好，SiO_2 埋层致密、界面平整、未见硅岛出现.

3.3 不同注入方式的比较

总注入剂量为 $1.5\times10^{18}/cm^2$ 的二重注入(图 5)和一次注入(图 3)相比，前者可以明显改善 SIMOX 材料的质量. 而总注入剂量为 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 的三重注入(图 7)又优于二重注入(图 6)和一次注入(图 4). 同样是二重注入，但注入剂量低的样品(图 5)又好于注入剂量高的样品(图 6). 所以，注入方式改变确实可以改善材料质量.

4 讨论

一段时间以来，对于低剂量注入能否形成连续的 SiO_2 埋层一直有不同的看法. 一种观点认为：若要形成连续的 SiO_2 埋层，最低的氧注入剂量(临界剂量)应不小于$(1.3\sim1.4)\times10^{18}/cm^2$[6,7]，认为当注入剂量低于临界剂量时经退火后，仅在的氧浓度峰值(R_p)附近有氧化物沉淀形成，不会形成连续的 SiO_2 埋层. 我们的实验结果与此不同，多种分析手段都表明，在注入低于临界剂量时，可以形成连续的 SiO_2 埋层. 事实上已有文献[9]报道了这样的实验结果. 而且我们还发现，同样是低于临界剂量注入，注入剂量更低($6\times10^{17}/cm^2$)的样品较之注入剂量稍高($9\times10^{17}/cm^2$)的样品顶层硅质量更好，主要表现在顶层硅未见穿通位错，SiO_2 埋层内硅岛很少. 一旦注入剂量超过临界剂量时，顶层硅开始出现穿通位错，SiO_2 埋层下界面附近有较多硅岛出现. 这些结果表明，对于某一注入能量似有一最佳注入剂量窗口，它可以不必超过临界注入剂量. 我们的实验证实，注入能量为 170keV，最佳注入剂量应为 $6\times10^{17}/cm^2$ 左右. 实际上，具有化学配比的 SiO_2 含有 $4.4\times10^{22}/cm^3$，这样只要注入 $4.4\times10^{17}/cm^2$ 的氧原子，应足以产生 100nm 厚的 SiO_2 埋层，我们在注入 $6\times10^{17}/cm^2$ 的氧原子，退火后确实形成了 110nm 的 SiO_2 埋层.

在高剂量注入时，我们观察到两个现象，一是 SiO_2 埋层下面附近有硅岛出现，一是顶层硅单晶有明显的穿通位错出现. 可以这样来分析，高剂量氧注入后，样品可分为三个区域[8]：高度失序但仍是单晶的顶层硅，该层内含有氧化物沉淀，从上到下沉淀尺寸逐渐变大，在辐照损伤峰值(D_p)处氧化物沉淀最多；其次是非晶化氧化埋层；下面是延伸到硅衬底约几千埃深的重度损伤区. 经高温退火后，上述三个区域将发生下列变化：顶层硅从氧化物沉淀中脱出，并形成结晶良好的单晶硅. 尺寸较小(<临界半径)的氧化物沉淀将消失，处于损伤区

的大的氧化物沉淀将长大，联合，最后并入 SiO_2 埋层内，辐照损伤恢复；埋层下面的硅衬底的重度损伤区将形成叠状结构，部分叠状的残留物将以硅岛形式留在 SiO_2 埋层内. 由于高剂量注入对硅衬底损伤严重，退火后埋层下界面处硅岛数目较多，而对总剂量较高的三重注入，每次注入剂量低，损伤小且经退火有所恢复(见图1、图2)，因而三重注入样品的 SiO_2 埋层内未见硅岛的出现.

至于穿通位错可以这样来理解：SIMOX 注入工艺把缺陷和应力引入顶部硅层，特别是由于形成的 SiO_2 的体积大于形成 SiO_2 所消耗的硅体积，引起材料的体积膨胀，为释放由于膨胀所产生的应力，退火时，SiO_2 埋层上界面将产生位错. 当注入剂量比较低时(例如小于临界剂量)，注入的氧离子在辐射损伤区(D_p)形成许多氧化物沉淀. 在退火过程中这些氧化物沉淀会长大成条状，当沉淀超过一定尺寸时，氧化物沉淀能阻断埋层上界面所产生的位错向上传播，即氧化物沉淀对位错有钉扎作用[6]，从而避免了穿通位错的产生. 而当注入剂量高于临界剂量，在注入期间损伤区的硅已被注入的氧离子氧化形成连续的 SiO_2 层，它们不再对位错起阻断作用，埋层上界面产生的位错在退火过程中将向上传播至表面形成穿通位错. 而且在某一剂量下穿通位错一旦形成，在以后退火过程中将不会消失.

5 结论

1) 为形成连续的 SiO_2 埋层，氧注入剂量无需超过临界剂量.

2) 注入能量为 170keV 时，最佳注入剂量窗口为 $\leqslant 6\times10^{17}/cm^2$，在此注入剂量范围可以形成连续的 SiO_2 埋层，且顶部硅层内未发现穿通位错(在 TEM 观测范围内).

3) 在高剂量注入时，为改善顶部硅膜质量(除了穿通位错外)，采用多重注入为最佳选择. 注入剂量为 $1.5\times10^{18}/cm^2$ 的二重注入和注入剂量为 $1.8\times10^{18}/cm^2$ 的三重注入均能获得良好的 SIMOX 结构材料.

致谢 复旦大学材料系微分析中心提供了 TEM 实验的方便，给本工作很大的支持，作者深表谢意.

参 考 文 献

[1] K. Izumi, M. Doken and H. Ariyoshi, Electron. Lett., 1978, **14**(18):593.

[2] Y. Omura and K. Izumi, Proc. of the 4th Ins. Symp. On Silicon On Insulator Tecknol. and Device (The Electrochemical Society 1990) P. 509.

[3] T. Ohno, S. Matsumoto and K. Izumi, Electron. Lett., 1989, **25**:(16):1071.

[4] T. W. Houston, H. Lu, P. Mei *et al.*, IEEE SOS/SOI Technol. Conf. Proc., 1989, 137.

[5] J. P. Colinge, Electron. Lett., 1985, **22**(4):187.

[6] Sadao Nakashima and Katsutoshi Izumi, J. Mater. Res., 1993, **8**(3):523.

[7] E. A. Mayell-Ondruz and I. H. Wilson, Thin Solid Films, 1984, **114**(7):357.

[8] P. L. F. Hemment, in "Semiconductor On insulator and Thin Film Transistor Technology", Chiang, Geis and Pfeiffer Eds. (Notrh-Holland)., MRS Symposium Proceedings, 1986, **53**:207.

[9] C. D. Marsh, A. Nejim, Y. Li *et al.*, Nucl. Instr. and Meth in Phys. Research, 1993, **B74**:197～203.

TEM Analysis of SIMOX Materials

Li Yingxue, Xi Xuemei, Wang Zhaojiang, Zhang Xing and Wang Yangyuan

(*Institute of Microelectronics, Peking University, Beijing* 100871)

Lin Chenglu

(*Shanghai Institute of Metallurgy, The Chinese Academy of Sciences, Shanghai* 200050)

Received 25 August 1994, revised manuscript received 16 December 1994

Abstract The structures of SIMOX wafer implanted at 170keV with doses of (0.6～1.8) $\times 10^{18}/cm^2$ at 680℃ followed by annealing at 1300℃ and changed implanting manners have been investigated by using cross-sectional Transmission Electron Microscopy. With dose 6 $\times 10^{17}/cm^2$, a continuous buried oxide layer is formed by high temperature annealing at 1300℃ and the top Si layer hasn't basically shown any threading dislocation, with dose 1.5$\times 10^{18}/cm^2$ and 1.8$\times 10^{18}/cm^2$ a good quality structures of SIMOX can be got by double-implantation and triple-implantation, respectively, but the threading dislocations can be found in the top Si layer.

PACC: 7340T, 6170T, 6180J, 6116D