

椭圆偏光法研究砷离子注入硅的 损伤和退火*

莫 党 卢 因 诚 李 旦 晖
(中 山 大 学) (北京市半导体器件研究所)

刘 尚 合 卢 武 星
(北 京 师 范 大 学)

提 要

我们用椭圆偏光法研究了 As^+ 注入Si的损伤和退火效应。逐层测定结果表明,对150keV、 $10^{16}/cm^2$ 的 As^+ 注入,已形成非晶质层,折射率沿深度的分布图呈近似平台式。退火实验结果表明,600—700°C间有转变点,在高于此点的温度下退火,辐射损伤得到很大消除,并且表明辐射损伤比杂质砷对硅折射率的影响大得多。高温退火后,椭圆偏振光测量结果出现一些新现象。还与背散射测量及电学测量进行了对比。本工作表明,椭圆偏光法亦是测定和研究离子注入引起的损伤的有用工具。

一、引 言

硅片进行离子注入后,其表面层将产生辐射损伤,引起晶格缺陷,甚至转变为非晶态。测定辐射损伤的方法一般较复杂,目前采用较普遍的有背散射测量、电子衍射、电子显微镜、电子自旋共振等,有时还利用电学测量法(参见[1])。由于辐射损伤层的光学性质与完整晶体不同,利用椭圆偏光法(参见[2]、[3]),有可能得到离子注入后损伤层的有用信息。本工作是探索使用椭圆偏光法研究离子注入的损伤和退火效应。

Ibrahim 等^[4]曾用椭圆偏光仪测定了400eV氩离子轰击硅所产生的效应,发现这时椭圆偏光参数 Ψ 、 Δ 有微量变化。离子轰击改变了硅晶体表面状态,也能在最表面层中引起缺陷。至于作为半导体器件重要工艺的离子注入,由于它在硅晶体中注入大量的高能杂质离子,将比离子轰击引起更利害的损伤。严重时可观察到硅表面有颜色变化。根据这一点,1977年本文作者之一在与北京师范大学离子注入实验室张通和等的讨论中,曾提出用椭圆偏光法测定离子注入的损伤效应的可能性。此后我们首先对 As^+ 注入Si的情况进行实验,因为这是有重要的工艺应用价值的。

工作过程中,见到Adams等^{[5]、[6]}对 P^+ 注入Si进行椭圆偏光测量的论文。该工作表明, P^+ 注入后硅复数折射率有明显变化,他们得到硅复数折射率沿深度的分布图。

我们的初步结果曾在1978年中国物理学会年会上报告^[7]。此后,对逐层测量和退火效应,进行了仔细测定。

* 1979年12月17日收到。

与此同时, 罗晋生等^[8]也曾利用椭圆偏光法研究了 N^+ 注入 Si, 得到硅复数折射率沿深度的分布。

本工作主要分两部分。第一部分是逐层测量 As^+ 注入后硅样品的 Ψ 、 Δ 值, 据此算出折射率 n 和消光系数 k 沿深度的分布。第二部分用多入射角法测量注入前后和各温度(420—900°C)下退火后样品的 Ψ 、 Δ 值, 分析结果得到关于退火效应的几点结论。此外, 还配合作了背散射测量和电学测量。

二、实验条件和方法

样品采用无位错硅单晶片, P 型, [111] 晶向, 电阻率 $7-15\Omega \cdot \text{cm}$, 表面经铬离子抛光成镜面。

As^+ 注入是在北京师范大学 400keV 注入机上进行的。采用固体砷源, 室温下偏离 [111] 7° 注入。注入能量为 100keV 和 150keV, 注入剂量为 $1 \times 10^{16}/\text{cm}^2$ 。

逐层测量中, 采用阳极氧化方法来进行硅剥层。选用磷酸-乙二醇电解液, 电流密度约为 $13\text{mA}/\text{cm}^2$ 。

椭圆偏光测量使用 TP-77 型椭圆偏光仪^[9], 该仪用波长为 6328\AA 的氦氖激光器作光源。

退火是在干燥的氮气中, 于 420°C、500°C、600°C、700°C、800°C、900°C 温度下连续多次进行的。每次 30 分钟。每次退火后, 在入射角为 65° 、 70° 、 74° 、 77° 、 80° 的条件下进行测量。

背散射测量是中国科学院上海冶金研究所做的, 采用的是 185keV H^+ 背散射。

三、逐层测量

每进行一次阳极氧化后, 对带氧化层的样品进行椭圆偏光测量, 接着去掉氧化层, 再测量一次。如此不断去层, 至损伤层全部去掉为止。

用电子计算机对测定数据进行处理, 算出折射率 n 和消光系数 k 的分布, 所用公式, 程序见 [10]、[5]。

图 1 是 No. 32 样品 (150keV , $10^{16}/\text{cm}^2$ 注入) 的结果。主要是 n 分布; k 值精度较差, 示以虚线。

从本工作结果看, 损伤层中折射率 n 与完整硅晶体的值不同, 变大了, 但该层的 n 的变化形状近似一个平台。Adams 等、罗晋生等的结果却显出尖峰。离子注入所引起的损伤的特性, 与注入离子种类(轻离子或重离子)和注入剂量有很大关系。对一定的离子,

注入剂量超过某临界值后, 注入所引起的缺陷趋于饱和, 便形成非晶质层。离子的原子量愈大, 愈易饱和。关于形成非晶质层的临界值, 已有一些实验结果和理论估算。例如, 对于 As^+ , Rothmund 等^[11]用扫描电镜观测吸收电子流, 得临界剂量 $\sim 2 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ 。本工作

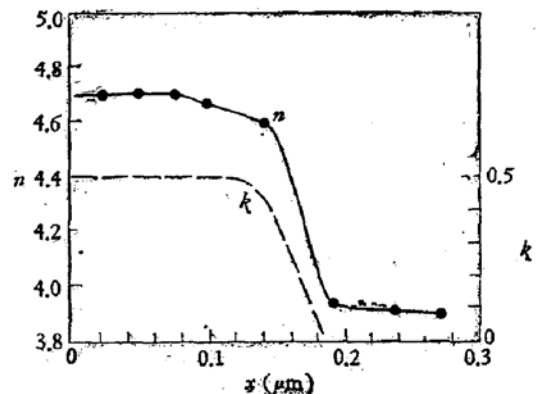


图 1 折射率 n 和消光系数 k 沿样品深度 x 的分布

中注入条件为 100keV 或 150keV、 $10^{16}/\text{cm}^2$ 剂量,故远远超过该临界值,应形成了非晶质层。因此,我们认为,实验结果呈现如图 1 那样的近似平台式是合理的。至于 Adams 等、罗晋生等的结果,由于他们所用的注入离子分别为 P^+ 和 N^+ ,其原子量比 As^+ 小,而且他们所用的注入剂量亦小,故可能形成另一种的 n 分布形式。

从后面所述的退火效应测量结果看出, n 值变化主要与离子注入引起的损伤(无序度)有关,故折射率改变量 Δn 可用来大致衡量辐射产生的无序度。表 1 归纳了我们、Adams 等和罗晋生等的实验条件和结果,给出注入引起的最大折射率改变量 $(\Delta n)_{\text{max}}$ 。三者当中,我们测得的 $(\Delta n)_{\text{max}}$ 最大。这点,与形成非晶质层是一致的。

表 1

	本 工 作	Adams 等 ^[5]	罗晋生等 ^[6]
注入离子	As^+	P^+	N^+
注入离子的原子量	75	31	14
注入能量 (keV)	100~150	35~70	45~60
注入剂量(cm^{-2})	1×10^{16}	2×10^{14} *	$\sim 5 \times 10^{14}$
n 分布型式	近 平 台	尖 峰	尖 峰
$(\Delta n)_{\text{max}}$	0.8	0.4	0.4

* Adams 等还作了 $10^{16}/\text{cm}^2$ 的注入,但只对 $2 \times 10^{14}/\text{cm}^2$ 情况作了逐层测量。

四、退火效应测量

退火实验中,由于要跟踪每个样品在整个退火过程中的变化,需作无损测量,因此不宜作逐层测定。但对有损伤层的样品,一定入射角的常规椭圆偏光测量,不能得到整个损伤层的具体分布情况,故有些工作试图用多人射角法测量。但 Ibrahim 等^[12]指出,由于样品的参数之间有相关性,不是完全独立的,所以在具体情况下并不是对所有待求参数均可解。用多人射角法来求具体的复数折射率分布不甚准确可靠。为此,我们在退火实验中,采用多人射角法这种无损测量,这是考虑到多人射角法比单入射角法可得到多一些的信息。但是,我们不企图由多人射角法测量求得辐射损伤的具体分布情况。

在 420—900°C 退火过程中,用五种入射角测定椭圆偏光参数 Ψ 、 Δ 值。图 2 表示 No.43 样品的 Ψ 值与入射角的关系。为清楚起见,只标出一些退火温度所对应的值,有些数据未画出。其他样品的结果与此相近,高温退火值则稍有差异。

图 3 表示 70° 入射角时 Ψ 与退火温度的关系。由此可见,在 600—700°C 之间有一转变温度,高于此温度下退火,能大量除去辐射损伤,使非晶质层转变掉,这时该处的硅折射率 n 基本上恢复到注入前的值。换言之,晶格恢复的温度,对 150keV、 $10^{16}/\text{cm}^2$ 的 As^+ 注入而言,在 600—700°C 间。

从图 3 看出,高温退火后 Ψ 值基本上恢复到注入前的值,说明注入后 Ψ 的改变量主要是来源于晶格不完整性而不是杂质,即无序比杂质对硅折射率的影响大得多。

这里,我们特别指出,高温退火(尤其是 900°C 退火)后,样品的 Ψ 、 Δ 值与注入前相

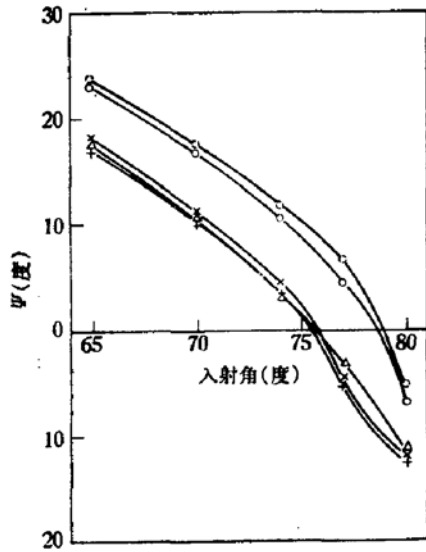


图2 离子注入前后和不同温度退火后的 ψ -入射角关系
 Δ 注入前 \circ 注入后 \square 500°C退火
 \times 700°C + 900°C

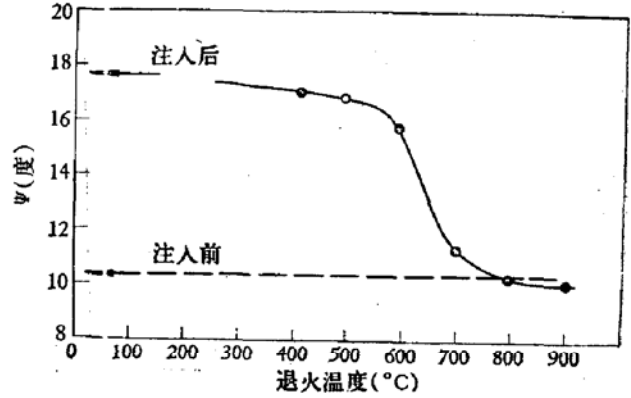


图3 ψ 与退火温度的关系

比,有微小但是确定的变化。几个样品均如此。有两点值得注意:(1) 70°入射角测量的 ψ 值比注入前更小了,这变化方向与辐射损伤或氧化层引起的改变均相反。(2)如图2所示, ψ -入射角关系曲线,与横坐标轴相交的部分,斜率较陡。注入后未退火的样品,相应部分的斜率也是陡的。上述两点反映了,虽然高温退火后,离子注入所引起的非晶质层消除了,但硅晶格状态与注入前是有差别的。引起这些现象的物理原因是什么?究竟是注入杂质、抑或是某些结构特征(例如二次缺陷),有待进一步研究。

五、背散射测量和电学测量

还配合作了 As^+ 注入 Si 样品的背散射及电学测量。这些测量和详细讨论,刘尚合等已另文撰述^[3]。这里仅简述与椭圆偏光法测量的比较。

图4是从背散射测量算出的损伤分布图。 N_D 是单位体积中晶格位移原子数, N 是单位体积的硅原子数。Vook 等^[14]曾提出,空位浓度达到硅原子密度的 50%,就可以认为变成非晶状态。图4中据此标出一虚线,用以表示非晶态区域。从图4可看出,背散射测量所得的无序分布图,与椭圆偏光法结果(图1)基本一致,是近平台式。具体比较两法所测得的损伤层深度,椭圆偏光法值比背散射法值较大。这两种方法均需较复杂的换算,牵涉到一些参数的选取,故都有一定的误差。

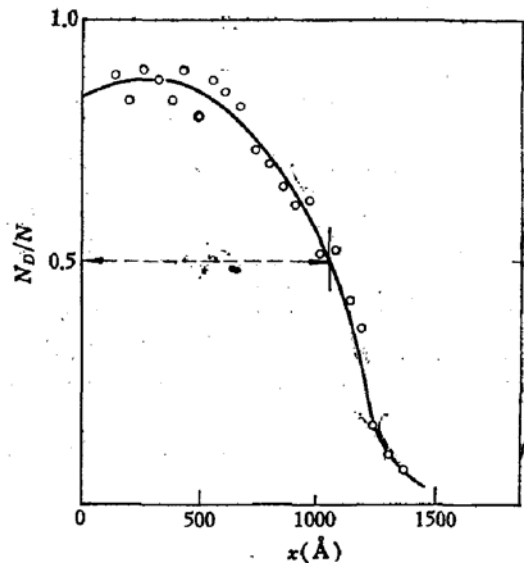


图4 185keV、 H^+ 束背散射分析得到的损伤分布

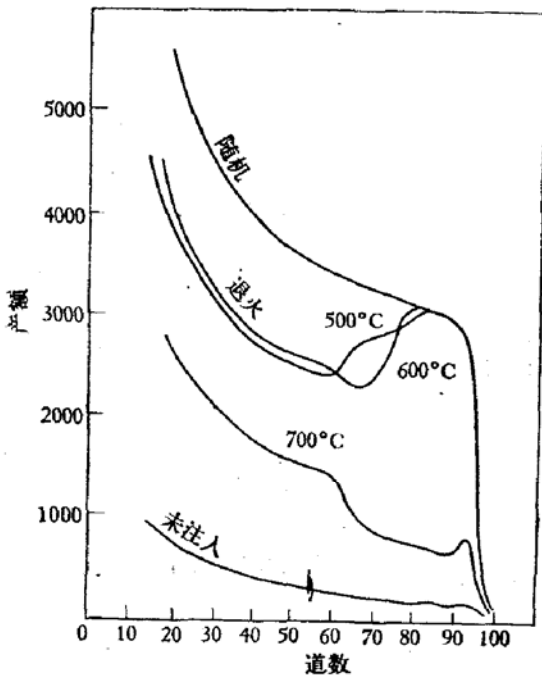


图5 退火样品的背散射测量

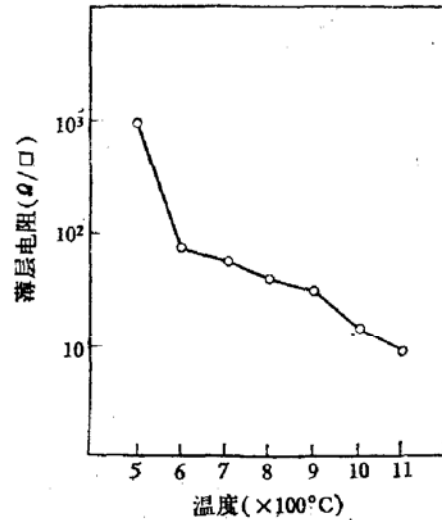


图6 薄层电阻与退火温度的关系

图5是不同温度下退火后样品的背散射测量结果。由图可见,在600—700°C间背散射曲线有显著变化,这点与椭圆偏光法测得的转变温度是一致的。图6是薄层电阻与退火温度的关系。薄层电阻在500—600°C间已有很大变化。但是,电性变化不仅与无序的消除,而且更主要与杂质的激活有关。

由上可以认为,椭圆偏光法与背散射法基本上可得一致结果。由于椭圆偏光法比背散射法简单,在基本研究和工艺测量中用它来测定离子注入所引起的损伤,有一定价值。

六、结 论

我们用椭圆偏光法研究了硅中砷离子注入,表明椭圆偏光法也是测定辐射损伤的有用工具。

逐层测定结果表明,对150 keV、 $10^{16}/\text{cm}^2$ 的 As^+ 注入,已形成非晶质层,折射率沿深度的分布具有近似平台式。这与背散射测量结果一致。

退火实验中,椭圆偏光法和背散射法的结果均表明,对150 keV、 $10^{16}/\text{cm}^2$ 的 As^+ 注入,600—700°C间有转变点,高于此温度下退火,可基本上消除辐射损伤,折射率基本复原。离子注入后折射率改变量主要来源于结构不完整性,而不是由于注入的杂质原子。但是,高温(如900°C)退火后, ψ 、 Δ 值与注入前相比,有微小但是确定的变化。其中,70°入射角的 ψ 值比注入前的值更小,变化方向与辐射损伤引起的变化相反。

我们对谢希德先生、张通和、王迅等同志的帮助,表示感谢。

参 考 文 献

- [1] Carter, G. and Grant, W. A., *Ion Implantation of Semiconductors*, Chapter 6, (1976)
- [2] 莫党, 朱雅新, *物理*, **6**, 140 (1977).
- [3] 莫党, 卢因诚, *物理*, **6**, 143 (1977).
- [4] Ibrahim, M. M. and Bashara, N. M., *Surface Sci.*, **30**, 632 (1972).
- [5] Adams, J. R. and Bashara, N. M., *Surface Sci.*, **49**, 441 (1975).
- [6] Adams, J. R., *Surface Sci.*, **56**, 307 (1976).
- [7] 莫党, 在 1978 年中国物理学会年会上的报告, 1978 年 8 月, 庐山.
- [8] 罗晋生、周彩弟, 在 1978 年半导体学术讨论会上的报告, 1978 年 8 月, 长春.
- [9] 莫党, *电子科学技术*, No. 2, 33 (1979).
- [10] McCrackin, F. L., *Nat. Bur. Stand. (U. S.) Tech. Note* 479, (1969).
- [11] Rothmund, W., and Fritzsche, C. R., *Appl. Phys.*, **10**, 111 (1976).
- [12] Ibrahim, M. M. and Bashara, N. M., *J. Opt. Soc. Am.*, **61**, 1622 (1971).
- [13] Liu Shanghe, Lu Wuxing, Ji Chengzhou and Chang Tungho, Paper Presented at the Fourth International Conference on Ion Beam Analysis, June, (1979).
- [14] Vook, F. and Stein, H. J., *Rad. Effects*, **2**, 23 (1969).

ELLIPSOMETRIC STUDY OF RADIATION DAMAGE AND ANNEALING EFFECT IN As⁺ ION IMPLANTED SILICON

Mo Dang

(Department of Physics, Zhongshan University, Guangzhou)

Lu Yincheng, L. Danhui

(Beijing Semiconductor Devices Institute)

Liu Shanghe and Lu Wuxing

(Beijing Normal University)

Abstract

The radiation damage and annealing behavior in As⁺ ion implanted silicon have been studied by ellipsometry. The refractive index profile, which has been measured by the stripping method, indicates the presence of amorphous layer after high dose implantation (1×10^{16} ions/cm²). After annealing at a temperature higher than 700°C, the ellipsometric parameter Ψ nearly returns to the value before implantation, so that the radiation induced defects are largely removed. The measurements of Rutherford back-scattering and resistivity have been made on implanted and annealed samples, and a comparison has been made with those determined by ellipsometer. The conclusion is that the ellipsometer is also a useful tool for the study on radiation damage.