

ТРЕХКРИСТАЛЬНАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ ТОНКИХ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СЛОЕВ КРЕМНИЯ И АРСЕНИДА ГАЛЛИЯ

Приведены результаты экспериментальных исследований кремния и арсенида галлия после различных технологических обработок, таких, как химико-механическая шлифовка, химическое и ионное травление, ионная имплантация, эпитаксия. Показана высокая чувствительность метода трехкристальной рентгеновской дифрактометрии к нарушениям поверхностной структуры полупроводниковых кристаллов.

имплантация, кривая рентгеновского отражения, межплоскостное расстояние, трехкристальный рентгеновский спектрометр, эпитаксия.

1. Введение

Параметры приборов и интегральных схем в значительной степени определяются качеством материалов, используемых для их производства.

Одной из важнейших характеристик материала является совершенство его структуры. Надежность и эффективность работы приборов зависят от типа и концентрации дислокационных и точечных дефектов, наличия напряжений в кристаллах и эпитаксиальных пленках, скорости процессов диффузии и распада твердых растворов, выделения примесей и т.д.

Разработка планарной монокристаллической технологии производства полупроводниковых приборов и интегральных схем, уменьшение размеров отдельных элементов и увеличение плотности их расположения создают новые проблемы

в получении совершенных кристаллов и эпитаксиальных структур. Такие технологические операции, как ионная имплантация, диффузия, химико-механическая обработка, эпитаксия, могут приводить к созданию повышенной плотности дефектов в кристаллах и тонких пленках.

Контроль структуры исходных монокристаллических материалов и эпитаксиальных пленок на их основе является неотъемлемой частью современной технологии производства полупроводниковых приборов и интегральных схем.

Метод рентгеновского анализа по сравнению с другими методами позволяет осуществлять неразрушающий контроль качества структуры, проводить анализ материалов любого химического и фазового состава, обеспечивать высокую точность определения периода кристаллической

решетки, определять ориентацию монокристаллов, изгиб кристаллов, величины деформаций и микронапряжений.

Рентгеновский дифракционный метод основан на регистрации углового распределения интенсивности рентгеновских лучей, дифрагированных исследуемым кристаллом, и на анализе кривой дифракционного отражения. Метод обладает высокой чувствительностью к малым изменениям степени совершенства кристаллов. Повышение чувствительности метода связано с развитием экспериментальной техники и созданием приборов, позволяющих регистрировать «собственные» кривые дифракционного отражения, сведя к минимуму инструментальные ошибки. К таким приборам относится трехкристалльный рентгеновский спектрометр (ТРС) [1; 2].

Прибор значительно расширяет возможности экспериментатора как в области изучения особенностей динамического рассеяния рентгеновских лучей, так и в области исследования структурного совершенства реальных кристаллов [1; 2]. Целью данной работы является исследование тонких кристаллических слоев кремния и арсенида галлия после ионного легирования, эпитаксиального наращивания других технологических обработок методами трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии [1; 2].

2. Образцы

Полупроводниковые кристаллы кремния и арсенида галлия изучались после различных технологических обработок.

Кремний

1. *Химико-механическая полировка и травление.* Монокристаллические пластины кремния Si марки КЭФ-4,5/0,1 (легированный фосфором $N = 1,05 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$), ориентации (111) после химико-механической обработки и травления.

2. *Имплантация и отжиг.* Монокристаллические пластины кремния Si марки КЭФ-4,5/0,1 (легированный фосфором $N = 1,05 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$), ориентации (111) после имплантации ионами бора B_{11}^+ с энергией $E = 100 \text{ кэВ}$ и дозой $D = 1 \text{ мкКл/см}^2$ и последующего отжига при $950 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 часа.

3. *Термоионное осаждение.* Монокристаллические пластины кремния Si марки КЭФ-4,5/01 ориентации (111) после различных режимов термоионного осаждения пленки алюминия. Напыление пленки алюминия проводили без наложения поля смещения между тиглем с расплавленным алюминием и пластиной кремния, а также при наложении поля смещения, равного 300 В и 600 В.

Арсенид галлия

1. *Химико-механическая полировка и травление (химическое и ионное).* Монокристаллические пластины арсенида галлия АГП-2, ориентации (100), легированные хромом, плотность дислокаций $3 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ в исходном состоянии, после химико-механической полировки, последующего химического травливания нарушенного слоя, а также после травления ионами аргона с энергией $E = 1 \text{ кэВ}$ и 3 кэВ в камере роста установки молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) МВЕ-500.

2. Молекулярно-лучевая эпитаксия гомоэпитаксиальной структуры GaAs/GaAs. Монокристаллические пластины арсенида галлия АГП-2, ориентации (100), на которых были выращены методом МЛЭ гомоэпитаксиальные слои арсенида галлия с различной концентрацией легирующей примеси, а также образцы, содержащие, помимо эпитаксиальных пленок, нелегированные буферные слои. Все эпитаксиальные пленки были легированы оловом.

Характеристики образцов арсенида галлия, содержащих эпитаксиальные слои, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Характеристики образцов арсенида галлия, содержащих эпитаксиальные слои

Номер образца	Толщина эпитаксиальной пленки, мкм	миссии в Стамбуле, буферного слоя, мкм	Концентрация легирующей примеси, см ⁻³
9 а	1,0	–	$2,2 \cdot 10^{15}$
9 б	1,5	–	$4,7 \cdot 10^{15}$
9 в	1,0	–	$1,23 \cdot 10^{17}$
10 а	0,7	0,9	$1 \cdot 10^{16}$
10 б	0,7	0,9	$5 \cdot 10^{15}$

3. Молекулярно-лучевая эпитаксия гетероэпитаксиальной структуры Si/GaAs

Гетероструктуры Si/GaAs с одинаковой толщиной эпитаксиального слоя 1,7 мкм, выращенного в идентичных режимах эпитаксии на вицинальных гранях Si, но отличающихся температурой предварительного отжига исходных пластин Si (100) (с отклонением от точной ориентации на $\approx 4^\circ$) *p*-типа проводимости с удельным сопротивлением от 10 до 40 Ом/см.

4. Ионная имплантация. Монокристаллические пластины арсенида галлия АГП-2, ориентации (100), имплантированные ионами H⁺, V⁺ и O⁺ с энергией 100 кэВ и дозами от 10¹¹ до 10¹⁴ ион/см².

3. Методика эксперимента

Кривые дифракционного отражения (КДО) от исследуемых кристаллов измерялись на ТРС в режиме «почти собственных» кривых качаний [1; 2].

Перед регистрацией трехкристалльной КДО проводилась запись двухкристалльной КДО и измерялась интенсивность рентгеновских лучей, отраженных вторым кристаллом – монохроматором.

Для кристаллов кремния в качестве первого и второго кристаллов-монохроматоров использовались исходные пластины кремния марки КЭФ-4,5/0,1, ориентации (111), с которых после химико-механической полировки химическим травлением был удален нарушенный слой.

Первый кристалл-монохроматор находился в положении симметричной брэгговской дифракции для (111)-отражения Si, при этом угол Брэгга $\theta_B = 14,29^\circ$.

Второй кристалл-монокроматор находился в антипараллельном по отношению к первому кристаллу положении для (111)-отражения. Третий исследуемый кристалл вращался в малом угловом интервале $\theta_B \pm \Delta\theta_B$, и измерялись кривые (111)-отражения. Использовалось $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучение. Съемка кривых отражения кристаллов кремния КЭФ-4,5/01 после ионной имплантации B_{11}^+ и термоионного осаждения алюминия проводилась при режиме работы трубки: $U = 34 \text{ кВ}$, $I = 10 \text{ мА}$. Запись велась в режиме постоянного времени $T = 0,1 \text{ с}$, шаг = $0,5''$, угловой интервал $300''$. Съемка кривых отражения кристаллов кремния КЭФ-4,4/01 после имплантации и отжига проводилась в режиме постоянного времени, $T = 0,1 \text{ с}$, шаг = $0,2 \text{ с}$, угловой диапазон $150''$.

При измерении трехкристалльных КДО для арсенида галлия в качестве первого и второго кристаллов-монокроматоров использовались кристаллы арсенида галлия марки АГчт (100), легированные теллуром, после химико-механической полировки и химического травливания нарушенного слоя. Трехкристалльные КДО измерялись с помощью той же методики, что и кристаллы кремния, позволяющей получить «почти собственные» кривые дифракционного отражения. Первый кристалл-монокроматор из арсенида галлия АГчт находился в положении симметричной брэгговской дифракции для (400)-отражения, угол Брэгга $\theta_B = 33,03^\circ$. Второй кристалл-монокроматор находился в антипараллельном по отношению к первому кристаллу положении для (400)-отражения. При вращении третьего кристалла в интервале $\theta_B \pm \Delta\theta_B$ регистрировались трехкристалльные КДО (400)-отражения.

Использовались $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -излучение, режимы работы трубки $U = 40 \text{ кВ}$, $I = 10 \text{ мА}$. КДО снимались в режиме постоянного времени, $T = 0,1 \text{ с}$, шаг = $0,5''$, угловой интервал $150''$, $300''$.

Параметры КДО – положение максимума (I_{\max}), положение центра тяжести (С), площадь под кривой (S), ширина КДО на половине ее высоты (ПШПВ) – измерялись автоматически.

Параметры нарушенных слоев кристаллов кремния ($L_{\text{эфф}}$ – толщина нарушенного слоя и $\Delta d / d$ – среднее изменение периода решетки по слою) определялись методом интегральных характеристик согласно работам [1; 2].

4. Результаты и их обсуждение

Кремний

Химико-механическая полировка и травление. На рисунке 1 (а, б) приведены КДО для пластин кремния КЭФ-4,5/01 (111) после химико-механической полировки (б) и последующего химического травления для удаления нарушенного слоя (а). Как видно из приведенных данных, ПШПВ кремния после химико-механической полировки значительно больше, чем на КДО от кремния после химического травления, что обусловлено образованием в приповерхностной области кристалла нарушенного слоя со следующими параметрами: $L_{\text{эфф}} = 0,49 \text{ мкм}$

и $\overline{\Delta d / d} = 3,8 \cdot 10^{-4}$. При расчетах в качестве эталона использовали образец после химического травления, ПШПВ которого близка к теоретической.

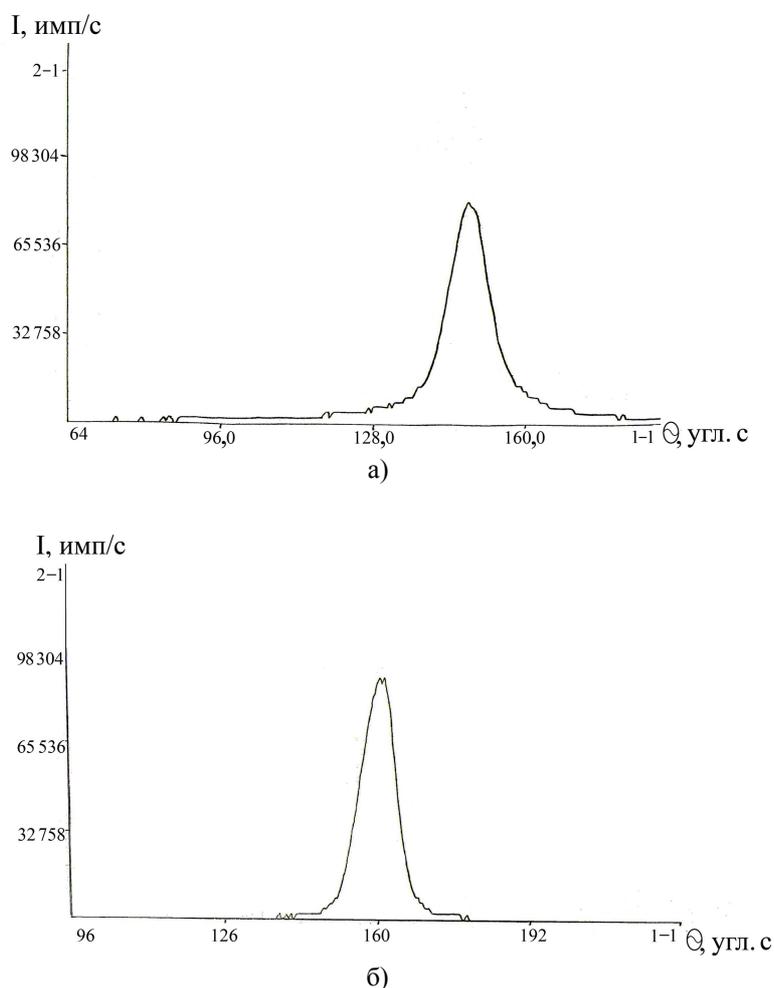


Рис. 1. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристалла кремния Si КЭФ-4.5/1.5 (111) после химико-механической полировки.

Режим съёмки кривой дифракционного отражения:

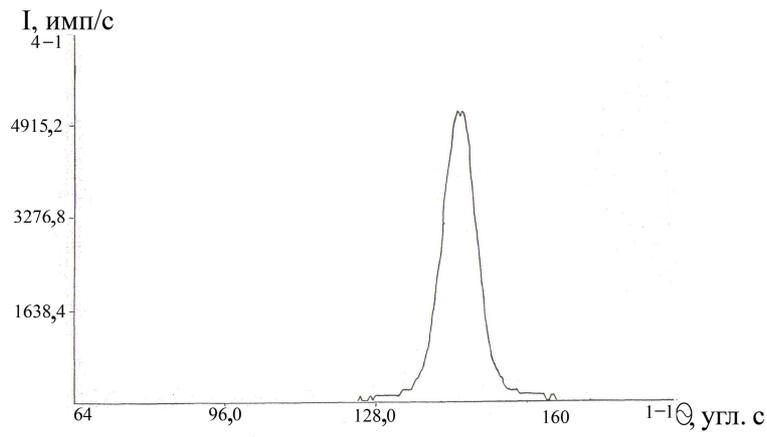
Cu $K_{\alpha 1}$ -излучение, $U = 40$ кВ, $I = 10$ мА.

Параметры кривой отражения: а) ПШПВ = $10,4''$, $I_{\max} = 88\,748$ имп/с, $S = 155\,612$ угл. с·имп/с; б) ПШПВ = $8,8''$, $I_{\max} = 9\,200$ имп/с, $S = 913\,592$ имп/с·угл. с.

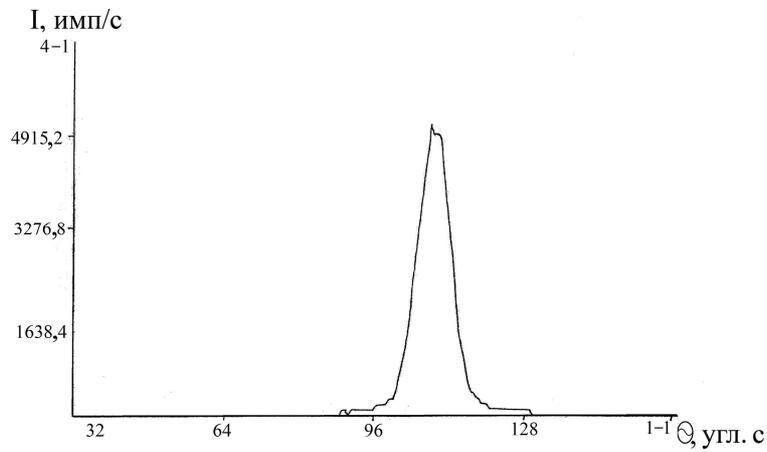
Имплантация. На рисунке 2 (а, б, в) приведены трёхкристальные КДО для кристаллов кремния Si КЭФ-4,5/01 (111) в исходном состоянии (контрольный образец) (рис. 2 а) и после различных режимов ионной имплантации ионами B_{11}^+ с дозой 1 мкКл/см² (рис. 2 б) и дозой 100 мкКл/см² (рис. 2 в). На рисунке

2 б КДО практически не отличается от КДО для контрольного образца. Увеличение дозы облучения на два порядка приводит к искажению КДО и увеличению углового интервала дифракции. На КДО со стороны углов $\theta > \theta_B$ для контрольного образца. Образование «наплыва» интенсивности со стороны $\theta > \theta_B$ свидетельствует об образовании нарушенного слоя с периодом решетки, меньшим периоду решетки совершенной части кристалла. Это может быть обусловлено образованием слоя, обогащенного вакансиями, в процессе ионной имплантации бора B_{11}^+ с большой дозой облучения, равной $\sim 10^{15}$ ион/см². Параметры нарушенного слоя для этого образца имеют следующие значения: $L_{эфф}$

$= 0,28$ мкм, $\Delta d_c = 0,62 \cdot 10^{-4}$.



а)



б)

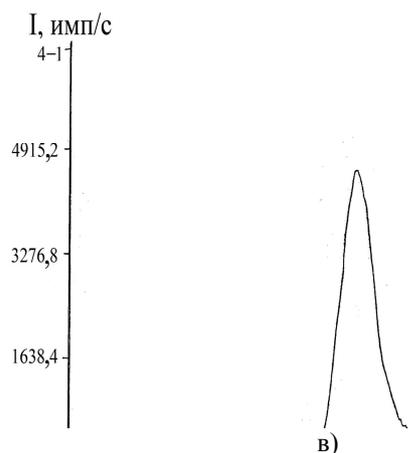
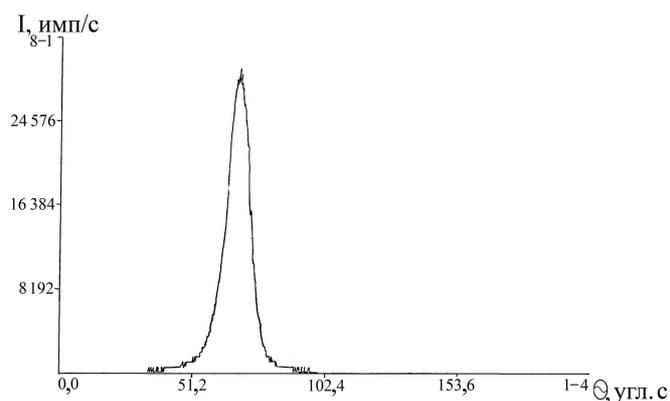


Рис. 2. Трёхкристалльная кривая дифракционного отражения от кристалла кремния Si КЭФ-4.5/0.1 (111): а) образец в исходном состоянии; б) после имплантации бором с дозой $D = 1 \text{ мкКл/см}^2$, с энергией $E = 100 \text{ кэВ}$; в) после имплантации бором с дозой $D = 100 \text{ мкКл/см}^2$, с энергией $E = 100 \text{ кэВ}$. Режим съёмки кривой дифракционного отражения: $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ -излучение, $U = 34 \text{ кВ}$, $I = 10 \text{ мА}$

Имплантация и отжиг. Кривая дифракционного отражения для облученных бором кристаллов кремния КЭФ-4,5/0,1 – (111) после отжига при $950 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 часа и контрольного необлученного образца, также прошедшего отжиг при $950 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 1 часа, приведены на рисунке 3 (а, б, в). После облучения и отжига КДО контрольного образца и пластин кремния имеют симметричную форму и близкие значения ПШПВ кривых, что свидетельствует о том, что произошел отжиг дефектов в нарушенном слое. Однако по сравнению с КДО для контрольного образца кремния, не прошедшего отжиг (рис. 2 а), все КДО для отожженных образцов имеют большую ПШПВ, что может быть вызвано загрязнением кристаллов фоновыми примесями из атмосферы, в которой проводился отжиг.



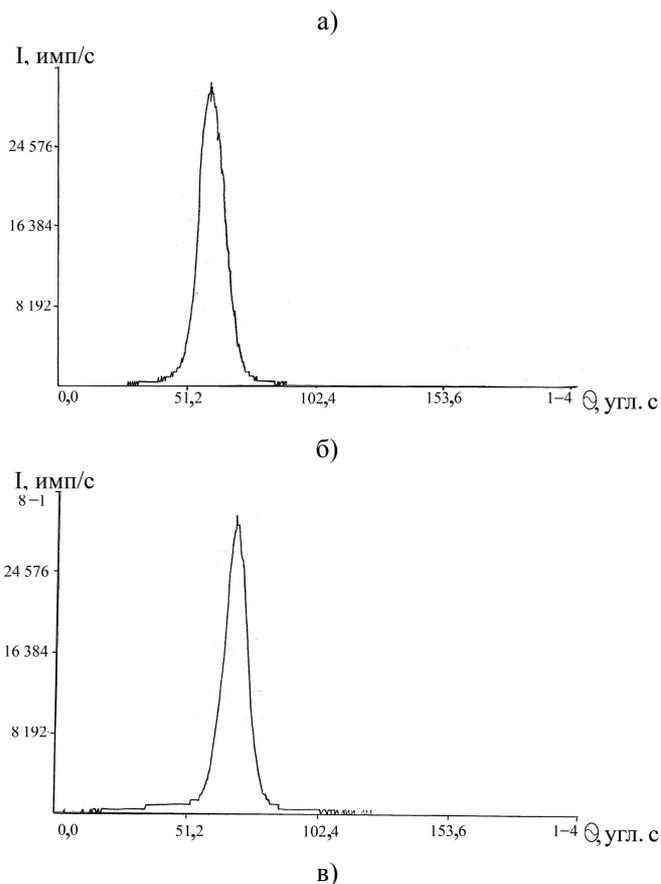


Рис. 3. Трёхкристальная кривая от кристалла кремния Si КЭФ-4.5/0.1 после отжига при 950 °С: а) контрольного образца, не облучённого ионами; б) облучённого ионами с дозой $D = 1$ мкКл/см², энергия $E = 100$ кэВ; в) облучённого ионами с дозой $D = 100$ мкКл/см², энергия $E = 100$ кэВ. Режим съёмки кривой дифракционного отражения: $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ -излучение, $U = 30$ кВ, $I = 10$ мА

Параметры КДО, приведенные на рисунках 2 и 3, даны в таблице 2.

Таблица 2

Параметры КДО для кремния КЭФ-4,5/01 после ионной имплантации и отжига

Номер образца	Режим обработки	Режим съёмки	ПППВ, угл. с	I_{\max} , имп/с	S , угл. с имп/с
1	2	3	4	5	6
2а	Контрольный образец	$U = 34$ кВ $I = 10$ мА	8,4	51 500	509 316
2б	Имплантация B_{11}^+ $E = 100$ кэВ,	$U = 34$ кВ $I = 10$ мА	8,4	51 568	495 448

D = 1 мкКл/см ²					
Окончание таблицы 2					
1	2	3	4	5	6
2в	Имплантация В ⁺ ₁₁ E = 100 кэВ, D = 100 мкКл/см ²	U = 34 кВ I = 10 мА	9,7	46 520	546 340
3а	Контрольный образец после отжига при 950 °С в течение 1 часа	U = 30 кВ I = 10 мА	10,2	29 440	362 328
3б	Имплантация В ⁺ ₁₁ E = 100 кэВ, D = 1 мкКл/см ² + отжиг при 950 °С в течение 1 часа	U = 30 кВ I = 10 мА	11,5	31 368	4 117 872
3в	Имплантация В ⁺ ₁₁ E = 100 кэВ, D = 100 мкКл/см ² + отжиг при 950 °С в течение 1 часа	U = 30 кВ I = 10 мА	9,9	29 620	377 548

Термоионное осаждение. Для пластин кремния КЭФ-4,5/01 КДО после термоионного осаждения (ТИО) алюминия толщиной 1,2 мкм приведены на рисунке 4 (а, б, в). Перед регистрацией КДО с поверхности кремниевых пластин были удалены избирательным травлением алюминиевые пленки и анализировалось состояние поверхности кремния.

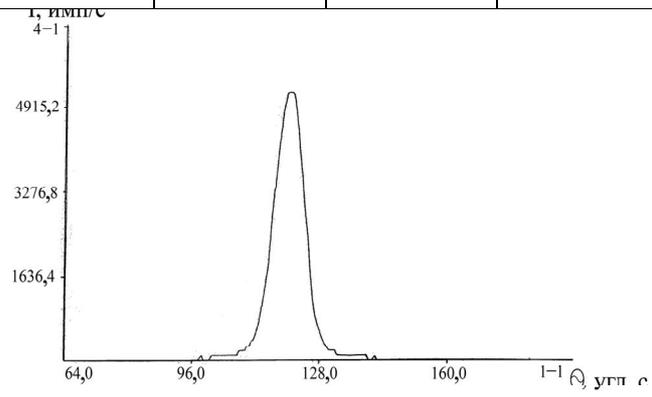
На рисунке 4 а показана КДО контрольного образца, на который не осаждался алюминий, на рисунке 4 б, в – кривые отражения для пластин кремния, на которые осаждались пленки при $U_{\text{смещения}} = 300$ В и 600 В. Анализ параметров кривых дифракционного отражения показал, что внедрение атомов алюминия в поверхность кремниевых пластин не происходит. Все три КДО имеют близкие параметры (см. табл. 3).

Таблица 3

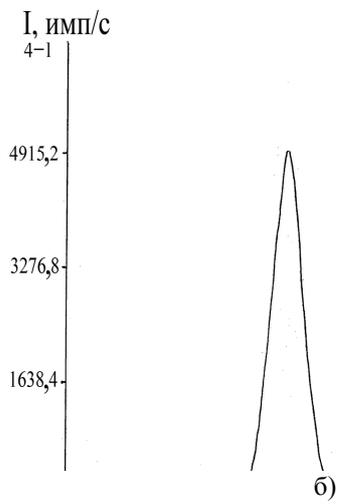
Параметры кривых отражения для пластин кремния КЭФ-4,5/01 (111) после термоионного осаждения алюминия

Номер образца	Характеристика образца	Режим съемки	ПШПВ, угл. с	I_{max} имп/с	S, угл. с·имп/с
4а	Контрольный образец	U = 34кВ I = 10 мА	8,7	54 180	534 884
4б	ТИО алюминия $U_{\text{им}} = 300$ В	U = 34 кВ I = 10 мА	8,3	50 460	484 132

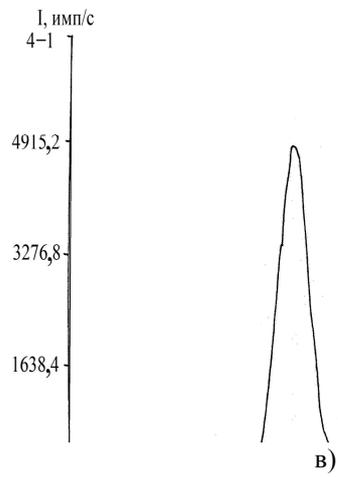
4В	ТНО алюминия $U_{im} = 600 \text{ В}$	$U = 34 \text{ кВ}$ $I = 10 \text{ мА}$	8,1	49 588	466 416
----	--	--	-----	--------	---------



а)



б)



в)

Рис. 4. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристалла кремния Si КЭФ-4,5/0,1 (111): а) в исходном состоянии; б) после термоионного осаждения алюминия при $U_{\text{смещения}} = 300 \text{ В}$; в) после термоионного осаждения алюминия при $U_{\text{смещения}} = 600 \text{ В}$

Арсенид галлия

Химико-механическая полировка и травление. Трёхкристальная КДО для исходного кристалла арсенида галлия GaAs АГчт (100) после химического стравливания нарушенного слоя, измеренная в режиме $U = 40 \text{ кВ}$, $I = 8 \text{ мА}$, приведена на рисунке 5, где ПППВ равна $8,4''$, площадь $S = 250\,372 \text{ имп/с}\cdot\text{угл. с}$, $I_{\text{max}} = 25\,068 \text{ имп/с}$.

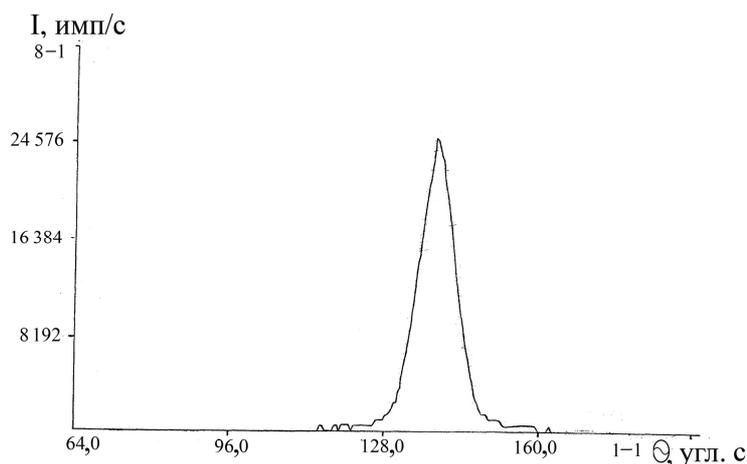


Рис. 5. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от контрольного образца арсенида галлия АГЧТ(100)

Были измерены трёхкристальные КДО для исходных пластин GaAs АГП-2 (100) после химико-механической полировки, которые показаны на рисунке 6 (а, б, в, г). Параметры кривых приведены в таблице 4.

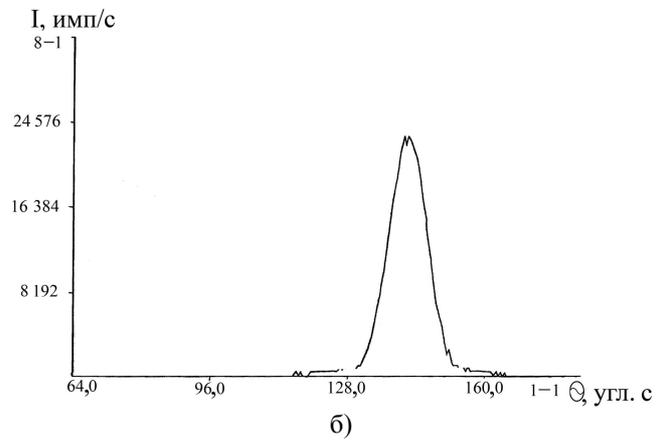
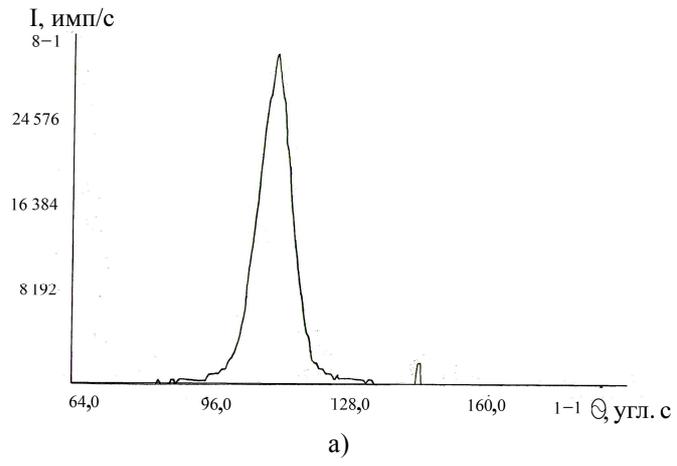
Из приведенных данных видно, что исходные пластины имеют различную степень структурного совершенства решетки, о чем свидетельствует изменение ПППВ.

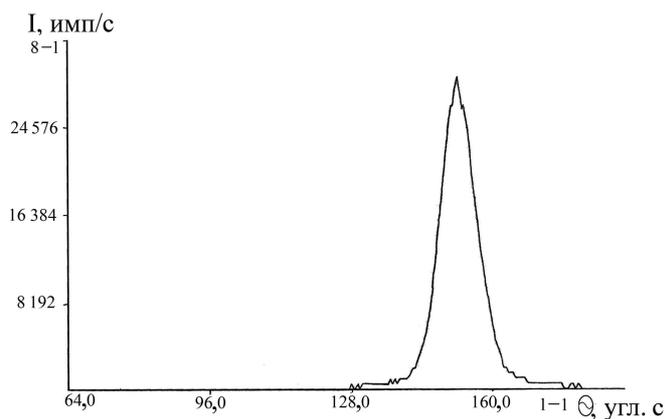
Таблица 4

Параметры кривых отражения исходных пластин GaAs АГП-2 (100) после химико-механической полировки

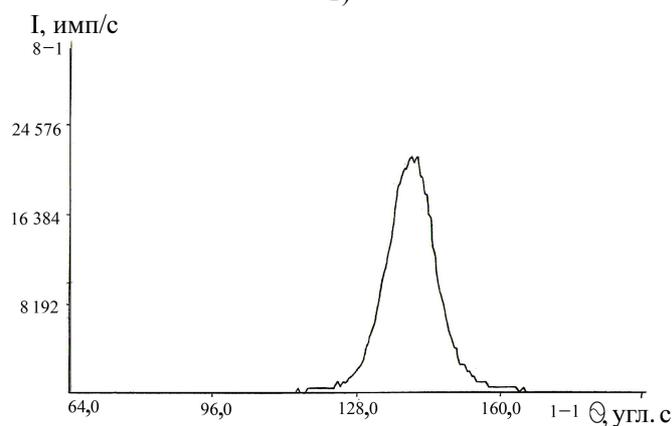
Номер образца	Режим съемки	ПППВ, угл. с	I_{max} , имп/с	S , угл.с·имп/с
ба	$U = 40 \text{ кВ}$ $I = 10 \text{ мА}$	8,8	31 648	326 968
бб	$U = 40 \text{ кВ}$ $I = 10 \text{ мА}$	10,6	23 720	287 472
бв	$U = 40 \text{ кВ}$	9,5	29 028	320 216

	I = 10 мА			
6Г	U = 40 кВ I = 10 мА	12,2	21 680	307 704





в)

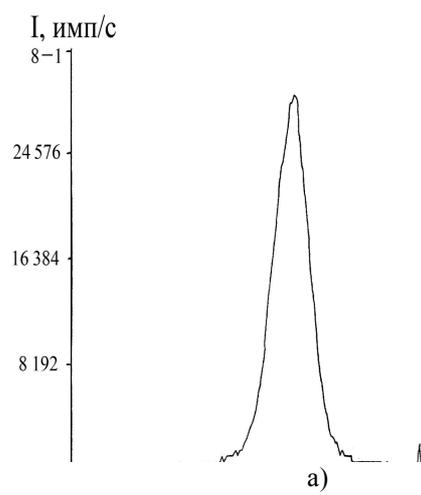


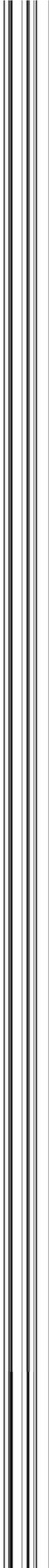
г)

Рис. 6. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения, измеренная от пластины арсенида галлия GaAs АГП-2(100): а, б, в, г – после операции химико-механической полировки

Проведение операции химического травливания слоя толщиной 7–10 мкм в растворе $H_2SO_4:4H_2O_2$ показало, что отдельные пластины сохраняют нарушенную структуру. Кривые дифракционного отражения от арсенида галлия АГП-2 (100) после химического травливания (рис. 7 а, б) имеют большую ПШПВ, чем ПШПВ для контрольного образца. Параметры КДО для этих образцов арсенида галлия следующие: ПШПВ = 9,4" и 16,2", $I_{max} = 29\ 008$ имп/с и 18 568 имп/с, $S = 320\ 068$ угл. с·имп/с.

и 319 164 угл. с·имп/с. Поскольку глубина стравливаемого слоя достаточно большая, то полученные параметры кривых могут быть обусловлены только высокой плотностью дефектов в массивных кристаллах.



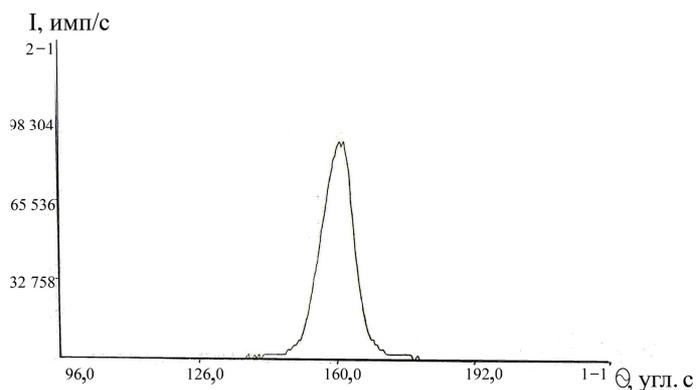
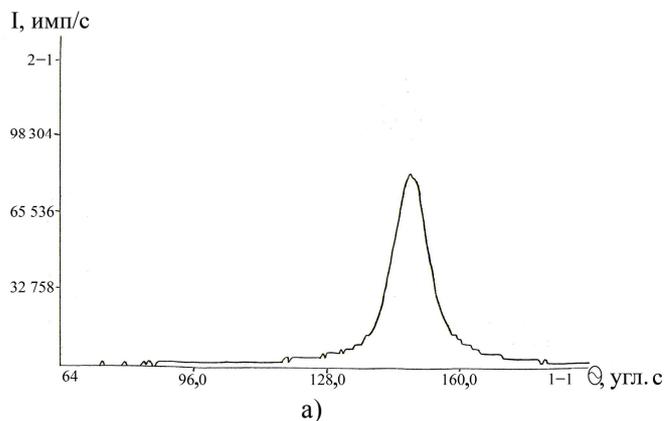


б)

Рис. 7. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения, измеренная от пластины арсенида галлия АГП-2(100): а, б – после операции химико-механической полировки и последующего стравливания нарушенного слоя

Приведенные результаты показывают, что метод трехкристальной рентгеновской дифрактометрии может быть эффективно использован для контроля структурного совершенства полупроводниковых кристаллов перед операцией эпитаксии.

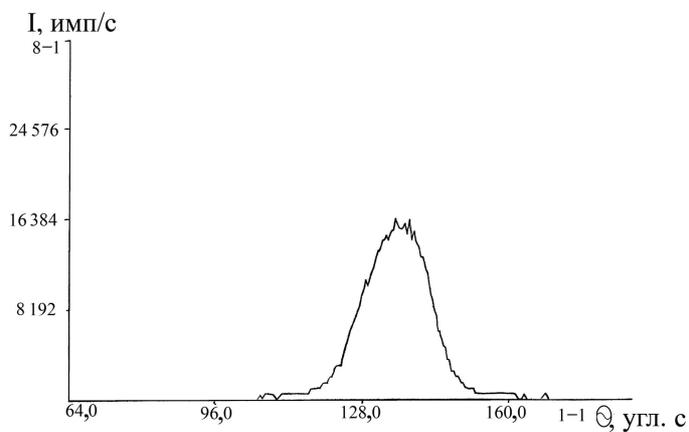
Ионное травление. Различие в параметрах КДО кристаллов GaAs АГП-2 (100) после ионного травления аргоном в камере роста установки молекулярно-лучевой эпитаксии, предшествующего операции эпитаксии из молекулярных пучков, связано не с влиянием режима ионного травления ($E = 1$ кэВ и 3 кэВ), а с разной степенью дефектности исходных пластин арсенида галлия. Кривые отражения для этих образцов показаны на рисунке 8 а ($E = 1$ кэВ) и 8 б ($E = 3$ кэВ), параметры КДО равны, соответственно ПШПВ = 14,4" и 10,0", $I_{\max} = 17\,948$ имп/с и 24 248 имп/с, $S=284\,180$ угл. с·имп/с 290 260 угл. с·имп/с режим работы трубки: $U = 40$ кВ, $I = 10$ мА.



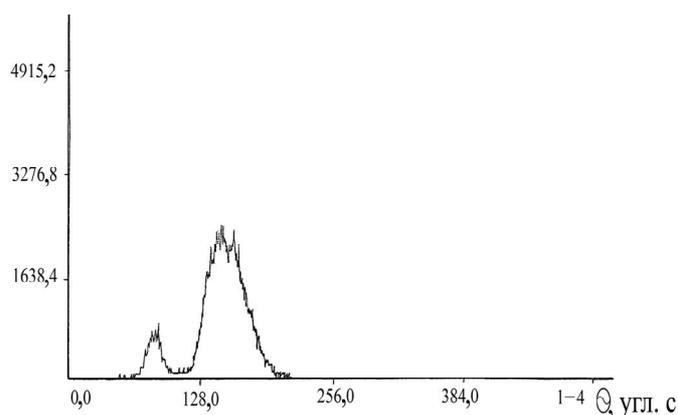
б)

Рис. 8. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристаллов арсенида галлия АГП-2(100) после ионного травления аргоном в ростовой камере установки молекулярно-лучевой эпитаксии, энергия ионов: а – 1 кэВ, б – 3кэВ

Молекулярно-лучевая эпитаксия. Изучены кристаллы арсенида галлия АГП-2(100) с гомоэпитаксиальными пленками арсенида галлия, выращенными методом МЛЭ, с различной концентрацией легирующей примеси (Sn), равной $2,2 \cdot 10^{15} \text{см}^{-3}$ и $1,28 \cdot 10^{17} \text{см}^{-3}$ (рис. 9 а, б). На КДО присутствовали либо дополнительный пик в области углов $\theta < \theta_{\text{Б}}$ (рис. 9 б), либо асимметрия основного пика также в области углов $\theta > \theta_{\text{Б}}$ (рис. 9 в). На рисунке 9 а, б приведены КДО, снятые с различных участков одного и того же образца.



а)



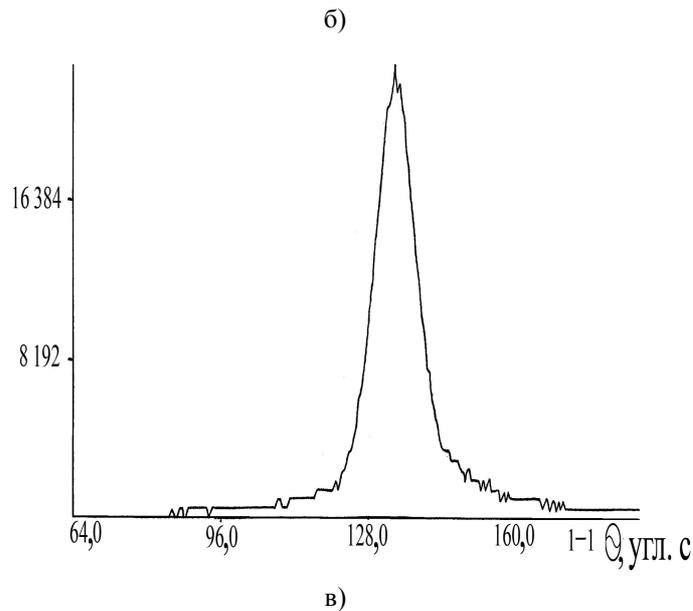


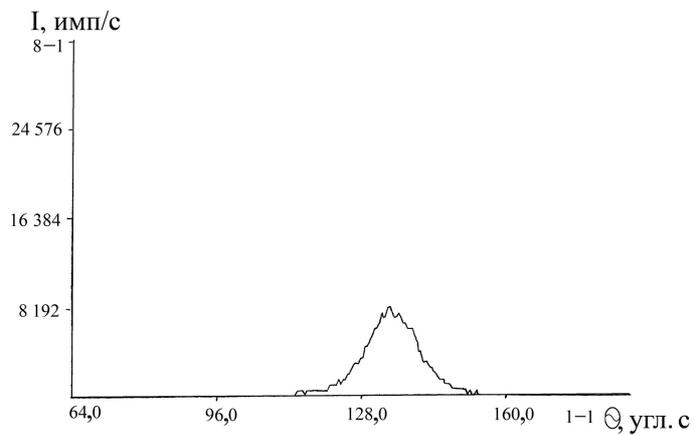
Рис. 9. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристалла арсенида галлия GaAs АГП-2(100) с выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии плёнкой арсенида галлия, легированной оловом, концентрация легирующей примеси: а) $n = 2,2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; б) $n = 2,2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; в) $n = 1,28 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$

Такое различие в кривых отражения может быть обусловлено неоднородностью по площади структуры исходного кристалла арсенида галлия. Наличие дополнительного максимума от эпитаксиальной пленки в области углов $\theta < \theta_B$ говорит о том, что период решетки эпитаксиальной пленки больше периода решетки подложки ($\Delta\theta = 62''$). Прецизионное сравнение периодов решетки эпитаксиальной пленки и подложки дает величину изменения периода решетки, равную $\Delta d/d = 4,5 \cdot 10^{-4}$.

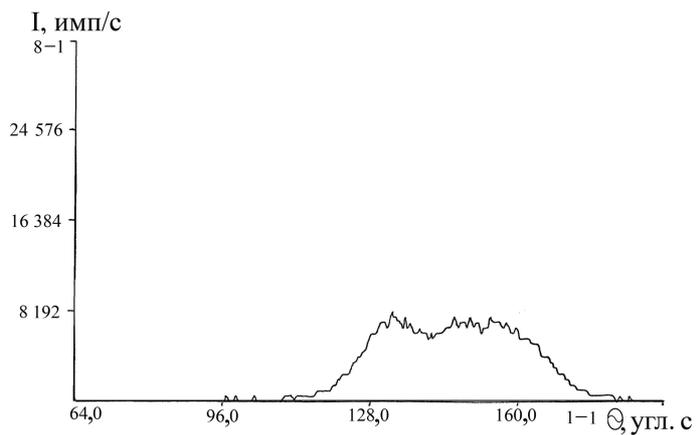
Увеличение концентрации легирующей примеси до $1,28 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ также приводит к появлению асимметрии дифракционного пика (рис. 9 в).

Были исследованы также кристаллы арсенида галлия АГП-2 (100), на которых методом молекулярно-лучевой эпитаксии были выращены эпитаксиальные пленки арсенида галлия, легированные оловом $n = 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ (10 а), и $5 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ (10 б), на нелегированном буферном слое арсенида галлия. На рисунке 10 (а, б, в, г, д) показаны КДО от этих образцов. На рисунке 10 а – от образца 10 а, на рисунке 10 б, в, г, д – от образца 10 б, причем на рисунке 10 б, в, г, д наблюдаются значительные изменения КДО как для различных образцов, что может быть обусловлено неоднородностью совершенства структуры исходных подложек.

Асимметрия КДО на рисунке наблюдается в области углов $\theta < \theta_B$ (10 г) и $\theta < \theta_B$ (10 д), что свидетельствует о наличии напряжений различного знака между подложкой и эпитаксиальной пленкой на различных участках образца. На рисунке 10 б, в на КДО видны два дифракционных максимума от подложки и эпитаксиальной пленки, имеющих различные периоды решетки, $\Delta\theta = 14''$, $\Delta d/d = 1,0 \cdot 10^{-4}$.



а)



б)

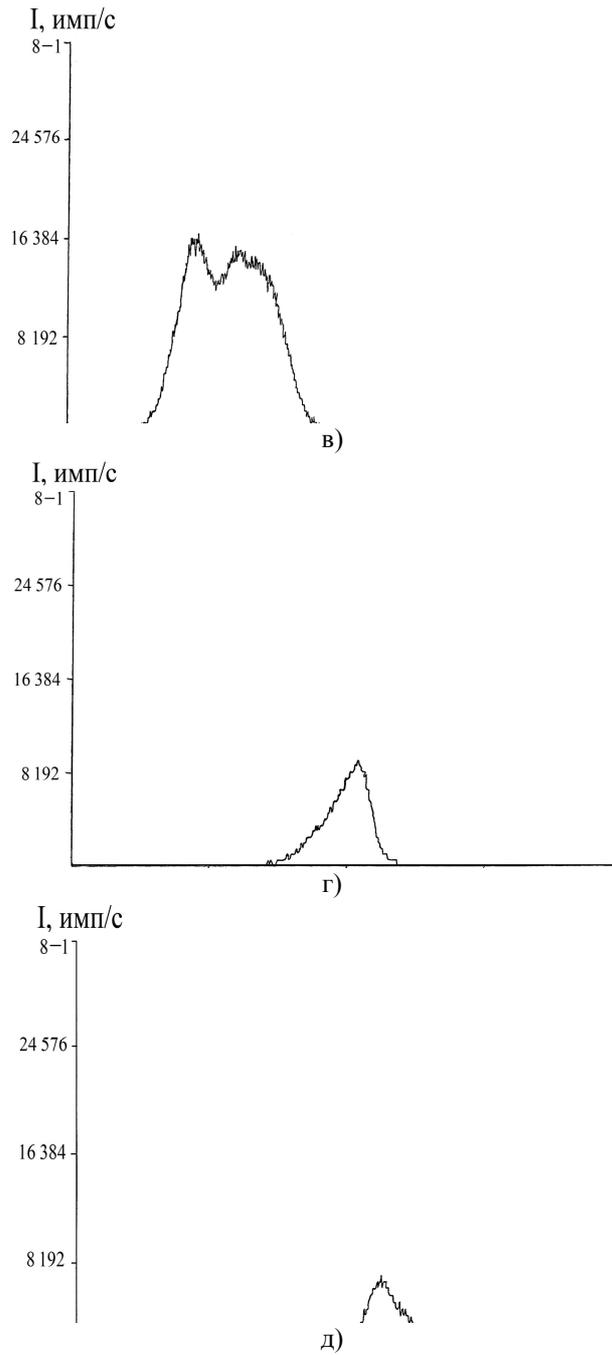


Рис. 10. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристалла арсенида галлия GaAs АГП-2(100) с выращенной методом молекулярно-лучевой эпитаксии на буферном нелегированном слое плёнкой арсенида галлия, легированной оловом:

- а) концентрация легирующей примеси $n = 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ (от образца 10 а табл. 1);
б, в, г, д) концентрация легирующей примеси $n = 5 \cdot 10^{15}$ (от образца 10 б табл. 1)

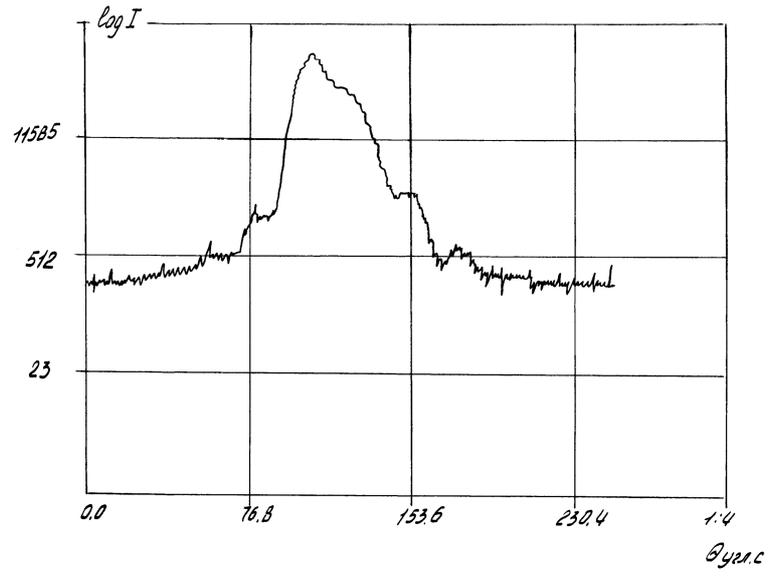
Молекулярно-лучевая эпитаксия, гетероэпитаксиальная структура Si/GaAs.
Сравнение КДО от гетероструктур Si/GaAs с одинаковой толщиной эпитаксиального слоя 1,7 мкм, выращенного в идентичных режимах эпитаксии на вицинальных гранях Si, но отличающихся температурой предварительного отжига исходных пластин Si (100), доказывает значительно более высокое структурное качество слоя GaAs, осажденного на пластину кремния, прошедшую высокотемпературную обработку. Ширина пика на половине высоты КДО GaAs для гетероструктур, прошедших этап получения атомарно-чистой поверхности Si прогревом при $T = 1100 \text{ }^\circ\text{C}$, составляла величину ~ 450 угл. с, в то время как ПШПВ для гетероструктуры с подложкой отожженной при $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ равна ~ 1240 угл. с.

Ионная имплантация. Методом рентгеновской дифрактометрии [1; 2] с помощью трехкристального спектрометра [1; 2] исследованы нарушения кристаллической решетки арсенида галлия, имплантированного ионами H^+ , V^+ и O^+ с энергией 100 кэВ и дозами от 10^{11} до 10^{14} см^{-2} .

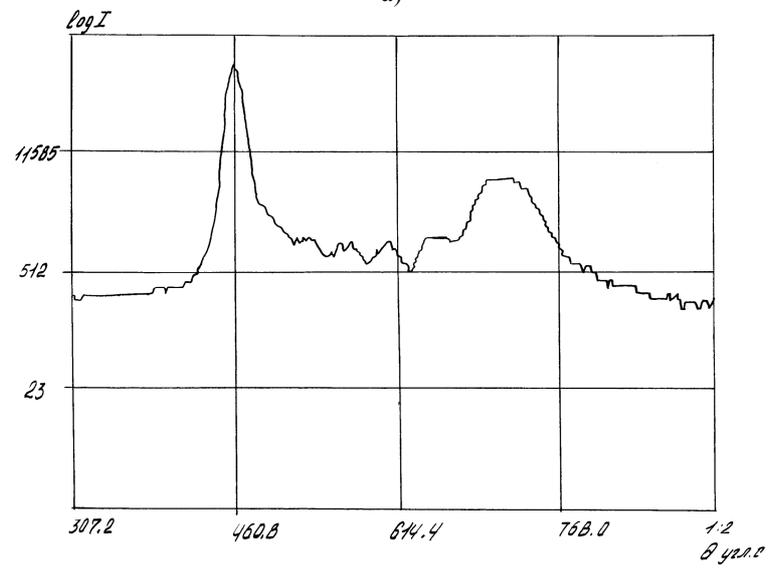
Изучены (400)-кривые дифракционного отражения (КДО) в трехкристальной схеме дифракции на $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ -излучении. Проанализирован характер изменения формы и определены параметры КДО в зависимости от энергии, дозы и типа ионов.

Из периода осцилляций и углового положения дополнительных максимумов на КДО определена толщина нарушенных слоев и деформация решетки арсенида галлия при имплантации ионов H^+ и V^+ .

Имплантация ионов H^+ приводит к образованию в приповерхностной области арсенида галлия двух нарушенных слоев с различным знаком деформации (рис. 11 а). Имплантация ионов V^+ увеличивает период решетки арсенида галлия, величина деформации меняется по глубине в приповерхностном слое (рис. 11 б). При имплантации ионов O^+ наблюдается слабое искажение КДО со стороны углов, меньших угла Брэгга (рис. 11 в).



a)



б)

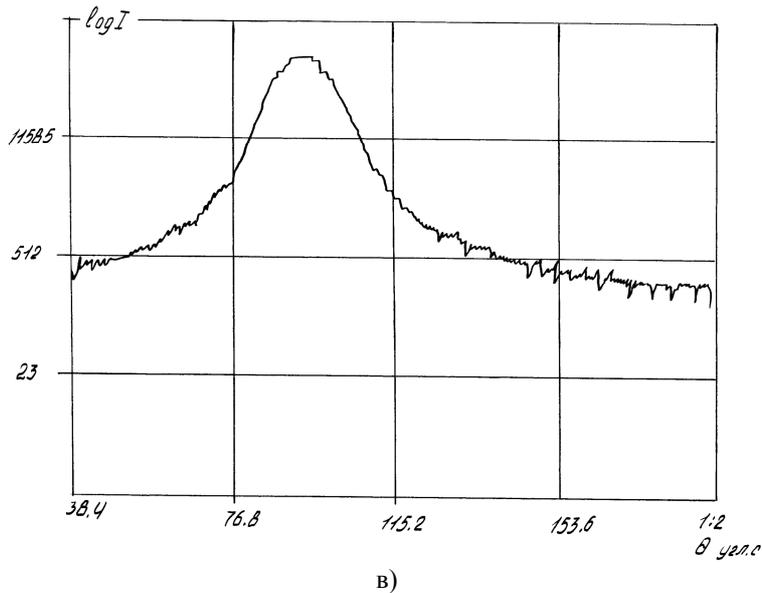


Рис. 11. Трёхкристальная кривая дифракционного отражения от кристалла арсенида галлия GaAs АП-2(100), имплантированного ионами: а) водорода, б) кислорода, в) бора

Имплантация ионов с меньшей массой вызывает большие искажения в приповерхностных слоях кристаллов. Так, толщина нарушенного слоя при имплантации ионов водорода с дозой $6 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ равна 7900 \AA , а толщина нарушенного слоя при имплантации ионов бора с дозой $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ равна 4500 \AA , при этом величина деформации составляет $\Delta d/d = 1,9 \cdot 10^{-3}$.

Таким образом, проведенные исследования кристаллов арсенида галлия показали возможность применения метода трехкристальной рентгеновской дифрактометрии для контроля структурного совершенства как исходных кристаллов, так и кристаллов после различных технологических обработок.

5. Заключение

1. Для определения характеристик нарушенных слоев полупроводниковых кристаллов после технологических обработок с помощью трехкристального рентгеновского спектрометра на основе метода интегральных характеристик разработана методика анализа полупроводниковых кристаллов.

2. Показана высокая чувствительность метода трехкристальной рентгеновской дифрактометрии к нарушениям поверхностной структуры полупроводниковых кристаллов, возникающим после операции химико-механической полировки.

3. Изучено влияние процессов ионной имплантации и последующего отжига на структурное совершенство кристаллов кремния КЭФ-4,5/0,1 (III).

Показано, что при облучении ионами бора дозой в 1 мкм/см^2 методом трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии не обнаружено нарушений кристаллической решетки. Увеличение дозы до 100 мкКл/см^2 приводит к образованию на поверхности кремниевых пластин нарушенного слоя. Определены интегральные характеристики нарушенного слоя.

4. На основе анализа трехкристалльных КДО исследовано состояние структуры кристаллов арсенида галлия после различных технологических обработок. Установлено, что нарушение поверхностных слоев отдельных кристаллов арсенида галлия сохраняется после химического травления, что, вероятно, обусловлено дефектностью исходных массивных кристаллов.

5. Для эпитаксиальных слоев арсенида галлия, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках арсенида галлия АГП-2 (100), проведено методом трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии прецизионное сравнение периодов решетки эпитаксиального слоя и подложки.

6. Исследования продемонстрировали эффективность метода трехкристалльной рентгеновской дифрактометрии [1; 2] для контроля структурного совершенства кристаллов после различных технологических обработок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Зельцер, И.А. Трехкристалльная рентгеновская дифрактометрия в исследовании тонких кристаллических слоев [Текст] / И.А. Зельцер, М.В. Ковальчук, Р.М. Имамов, Р.С. Сеничкина // Электронная промышленность. – 1982. – Вып. 10–11. – С. 63–68.

2. Зельцер, И.А. Субатомная диагностика квазидвумерных структур в методе стоячих рентгеновских волн [Текст] : моногр. / И.А. Зельцер, Е.Н. Моос. – Рязань : Интермет, 2010. – Ч. 2. – 273 с.

I.A. Zeltser, E.N. Moos

Triple-Crystal X-Ray Diffractometry of Crystalline Silicon and Gallium Arsenide Thin Films

The article provides the experimental results of technological treatment (mechanical polishing, chemical etching, ion etching, ion-beam implantation, epitaxy) of silicon and gallium arsenide. The experimental results demonstrate high sensitivity of triple-crystal X-ray diffractometry method to the damage to semiconductor crystal surface.

implantation, X-ray reflection curve, interplanar spacing, triple-crystal X-ray spectrometer, epitaxy.