

$\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ 超晶格的俄歇深度剖面分析

卫 星 蒋维栋 周国良 俞鸣人 王 迅

复旦大学表面物理实验室, 上海, 200433

1990年10月31日收到

用氩离子刻蚀和俄歇电子能谱测量 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ 应变层超晶格的成分深度分布, 得到 Ge, Si 两种成分随深度的周期性变化。在二次电子象中观察到刻蚀坑边缘的明暗交替的周期性结构。讨论了用俄歇深度剖面分布作超晶格结构分析的特点及其局限性。

PACC: 6865; 7920F

一、引 言

$\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ 和 Ge/Si 应变层超晶格是继 III-V 族半导体超晶格之后发展起来的一种新型半导体超晶格。由于它提供了制造新型器件的可能性, 并且能与 Si 集成工艺相容, 因而近年来日益受到人们的重视^[1]。

对超晶格的测试, 结构分析是最基本的内容之一。其目的在于直接检测超晶格样品是否具有好的、成分突变的界面, 是否存在互混, 周期是否均匀, 从而对改进生长条件以获得优良的结构特性提供有用的信息。超晶格结构分析最常用的方法有透射电子显微镜 (XTEM), X 射线衍射 (XRD), 卢瑟福背散射 (RBS) 等。XRD 和 RBS 虽然是非破坏性的, 但它们只能对超晶格结构总的完整性给出鉴定, 而不能对每一层结构的厚度变化作出判断。XTEM 是直观地鉴定层状结构及其界面完整性的方法, 但样品的减薄比较耗费时间。AES 是一种比较方便的办法, 可以对样品进行原位分析, 除了超晶格的结构之外, 还能给出每层中成分的变化。

AES 早先曾被用来分析 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ 超晶格的深度剖面分布, 得到 Al 和 Ga 的 AES 峰高随氩离子溅射时间周期性振荡的变化^[2]。用这种方法来分析以 Si 为基础的应变层超晶格尚未见报道。本文中对 AES 分析 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ 超晶格作了尝试, 并讨论了这种方法的效用及局限性。

二、实 验 方 法

1. 实验装置

实验是在一台型号为 Riber SSC 的电子束蒸发台系统 (即硅分子束外延设备) 的分析室中进行, 其真空室的本底压强为 $1 \times 10^{-8} \text{Pa}$ 。氩枪型号为 CI40, 能量调节在 2keV , 以 10° 左右的角度掠射样品表面, 溅射时的氩气压强为 $6 \times 10^{-4} \text{Pa}$, 从样品上测得的束

流(样品电流)为 $1\mu\text{A}$, 溅射速率约为 $2\text{nm}/\text{min}$, 离子束宽约为 1mm . 俄歇电子能谱采用筒镜型能量分析器(CMA)和同轴电子枪测试, 初束能量为 3keV , 样品电流约为 $0.3\mu\text{A}$. CMA 的轴与样品法线方向之间夹角为 20° .

2. 样品

样品是分子束外延生长的 $20[\text{Si}/\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}]/\text{Si}(100)$ 超晶格, 每个周期由一个 Si 层和一个 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ 合金层构成, 共有 20 个周期. 衬底为 $\text{Si}(100)$, 生长温度为 450°C . 在生长超晶格之前先在 600°C 下生长 100nm 的 Si 缓冲层.

对该样品所作的 XRD 分析得出超晶格周期为 24.7nm , Si 层和 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ 合金层厚度分别为 $t_{\text{Si}} = 21.1\text{nm}$, $t_{\text{GeSi}} = 3.6\text{nm}$, 合金层中 Ge 的含量 $x = 0.39$.

样品在进入真空系统之前, 先后分别浸于丙酮和乙醇中进行超声波清洗, 各 10—15 min, 以除去样品上的油污, 用钢把样品粘附于钼块样品座上.

3. AES 深度分布的测量

作 AES 深度分布测量时, 保持氦离子枪在工作状态, 然后使能量分析器对 Si(LVV) (92eV) 和 Ge(LMM) (1147eV) 这两个俄歇峰开两个能量扫描窗口, 并用 X-T 记录仪连续记录下这两个俄歇峰随溅射时间的变化, 作这两个特征峰的峰-峰高随时间的变化曲线. 如将溅射时间转换为深度, 就得到 AES 的深度分布曲线.

4. 二次电子象

实验所用的俄歇谱仪的电子枪配有一个快速扫描系统, 因此该电子枪可以按电视的行频 (15.625kHz) 和场频 (50Hz) 在样品表面作二维扫描. 用二次电子成象系统可以在显示器屏幕上显示出样品表面的形貌, 也可以根据它来对氦离子刻蚀束斑和 AES 电子束斑进行定位.

三、实验结果与讨论

1. 成分的周期性变化

在刻蚀之前, 样品的俄歇谱中除了 Si(LVV) 峰外还可见 O(KLL) 峰, 无 Ge 峰. 这说明样品表面存在氧化层. 开始刻蚀后, Si(LVV) 峰迅速增大, O(KLL) 峰很快消失, 表明氧化层被刻除. 此后俄歇峰高度有规则地变化: 出现 Ge(LMM) 峰时 Si(LVV) 峰减小, Ge(LMM) 峰消失时 Si(LVV) 峰又恢复到最大值, 如图 1 所示. 这种变化对应于超晶格的一个 GeSi 合金层被刻除的过程.

前 120min, AES 峰-峰高随溅射时间的变化关系如图 2 所示, Si(LVV) 峰和 Ge(LMM) 峰呈现反相的周期性振荡, 显示出超晶格的周期性成分结构.

图 2 中靠上的一条曲线为 Si(LVV) 峰-峰高, 而底部的曲线为 Ge(LMM) 峰-峰高 $\times 2$. 前者的信噪比可达 30—40, 而后的信噪比最大只有 4 (噪声大小以峰-峰值计算).

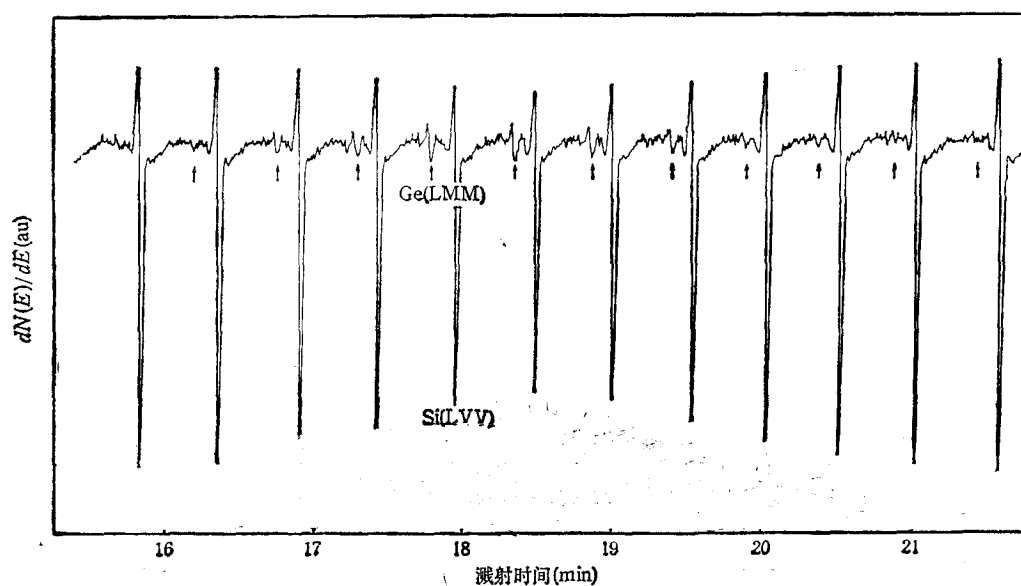


图1 AES 记录谱片断

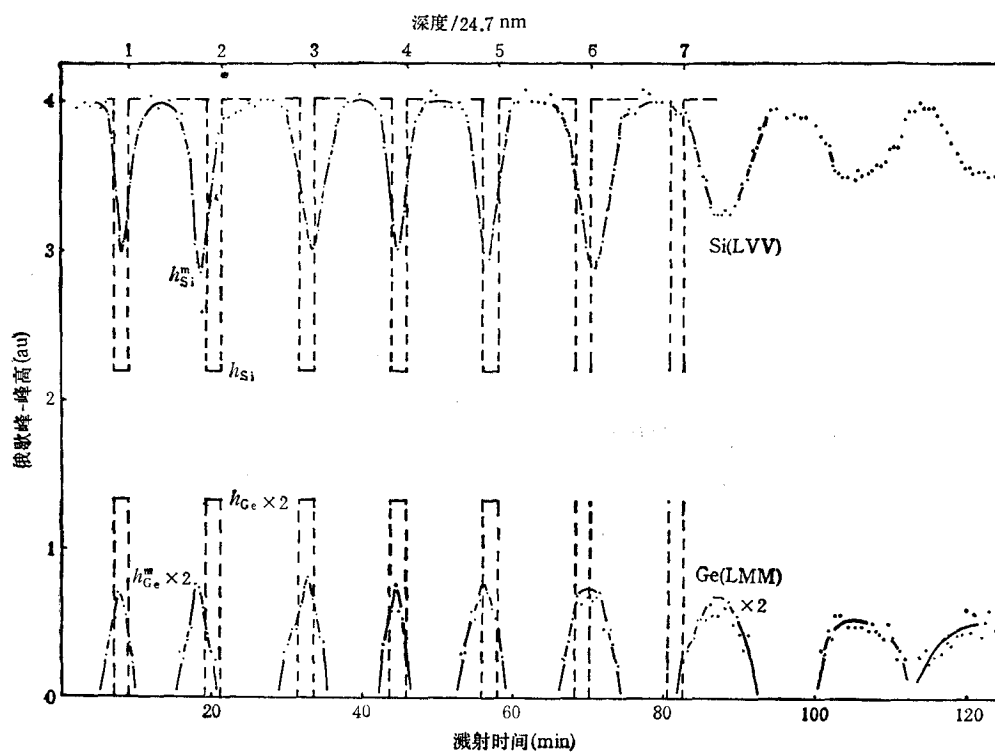


图2 AES 深度分布曲线

图2中虚线为超晶格样品的理想成分分布(起点和周期是按测得的曲线拟合的)。虚线间的短间隔为3.6nm,对应GeSi合金层,长间隔为21.1nm,对应Si层。图2上部的横坐标把溅射时间转换成了相应的深度(周期数)。

实际测得的成分周期性与理想的分布存在一定偏差。首先是成分由突变的矩形分布展宽为缓变的峰包。这是可以预计到的,因为一方面由于电子逃逸深度 λ 的影响,会使严格陡变的界面成分分布在测试时有相当于几个 λ 的展宽。另一方面,由于氩离子辐照不均匀导致在俄歇分析区域内刻蚀速率不一致,以及氩离子刻蚀引起表面粗糙化和“撞入效应”,限制了纵向分辨率的提高。溅射刻蚀深度越大,这些因素的影响就越为严重,使得测得的峰包形状发生很大畸变。因此,这些展宽并不反映超晶格样品的层间发生严重互混。

其次是测得的成分分布的周期有些不均匀,但尚不能由此断定超晶格样品本身周期是不均匀的。在该测试点附近另选一点重做此实验,发现这种周期不均匀性不能重复,因此这种不均匀性很可能是由于溅射时刻蚀速率不能完全保持恒定所致。

2. 二次电子象

图 3(见图版 I)为溅射刻蚀后样品表面的二次电子象,溅射时间(a)为 50min, (b)为 170min。可以看到明暗交替的同心环。

分析表明这种图样是超晶格周期性层状结构在溅射陷口的边缘斜坡上的显露。 GeSi 合金的二次电子产额高于 Si , 因此每一个“亮环”代表一个 GeSi 合金层,是溅射陷口的一条“等高线”。图 3(b)中有 12 个“亮环”,对应超晶格的 12 个周期,约 300nm。

3. 定量评估

利用图 2 中 Ge 峰和 Si 峰的大小可以估算 Ge 的含量,以便与 XRD 测得的结果相比较。但是由于 GeSi 合金层的厚度仅为 3.6nm,而俄歇电子存在一定的逃逸深度,按照电子逃逸深度“普适曲线”^[3], $\text{Ge}(\text{LMM})$ (1147eV) 俄歇电子的逃逸深度约为 2nm,与 GeSi 合金层厚度同数量级。这样在刻蚀到合金层时,测到的俄歇电子并不完全来自 GeSi 合金层,有一定比例来自合金层以下的 Si 层。再加上刻蚀引起表面粗糙等原因,使得 GeSi 合金层的 Ge 峰高度偏低。因此在这里必须对通常俄歇定量分析的方法进行一点改进。

在上述多种因素影响下,实际测得的俄歇峰高度可以看作样品表面以下一定深度以内一种平均结果。它虽然使测得的深度分布比理想的情况宽,但并不改变每种成分的总量,即不改变图 2 中曲线下的面积。因此,只要把图 2 中每个峰包下的面积“压缩”到虚线的短间隔内,就能得出理想条件下(信息深度趋于零)的 Ge 峰和 Si 峰的峰-峰高 h_{Ge} 和 h_{Si} ,再考虑灵敏度因数,即可求出 $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ 合金层的 Ge 的含量 x 。

对图 2 中 0—60min(前 5 个周期)这一段计算峰包内的面积,求其平均值。利用 XRD 测得的层厚数据并假定各个周期的层厚是完全相同的,于是就可以确定出图 2 中 $\text{Si}(\text{LVV})$ 虚线底部的平均高度 h_{Si} 和 $\text{Ge}(\text{LMM})$ 虚线顶部的平均高度 h_{Ge} ,使 5 个虚线窄条内的面积与 5 个峰包内的平均面积相等。 h_{Ge} 和 h_{Si} 被认为是理想条件下 GeSi 合金层的 $\text{Ge}(\text{LMM})$ 和 $\text{Si}(\text{LVV})$ 的峰-峰高,两者之比为 $h_{\text{Ge}}/h_{\text{Si}} = 0.30$ 。

为了得到本仪器上 $\text{Ge}(\text{LMM})$ 峰相对于 $\text{Si}(\text{LVV})$ 峰的原子灵敏度因数,在同样实验条件下对一块 $\text{Ge}(100\text{nm})/\text{Si}$ 异质结样品进行俄歇深度剖面分析,得到清洁外延层 Ge 的 $\text{Ge}(\text{LMM})$ 峰-峰高与 Si 衬底的 $\text{Si}(\text{LVV})$ 峰-峰高之比为 0.44。控制测试过程

中仪器的漂移为最小,则此数值即可作为 Ge(LMM) 与 Si(LVV) 的原子灵敏度因数之比 S_{Ge}/S_{Si} .

按灵敏度因数法计算 Ge 的含量,可得 $x/(1-x) = (h_{Ge}/S_{Ge})/(h_{Si}/S_{Si}) = (h_{Ge}/h_{Si})/(S_{Ge}/S_{Si}) = 0.69$, $x = 0.41$, 与 XRD 测量的结果 $x = 0.39$ 非常接近.

在图 2 中, Ge 和 Si 俄歇分布的 5 个峰包面积是不相等的, 将每个峰包的面积“压缩”到虚线的短间隔内, 可以得到 5 组不同的 h_{Ge} 和 h_{Si} 值. 但这并不一定说明各个合金层的组分 x 不同, 因为实际上溅射速率的不稳定, 使峰包展宽程度出现涨落, 因而峰包内面积也会出现涨落. 同时, 实际层厚的涨落也是引起峰包面积涨落的原因. 只有在溅射速率恒定的情况下, 图 2 中峰包面积的不均匀才直接反映出层厚和 x 值的涨落(如认为层厚的一致性很好, 则反映的是 x 的涨落; 如 x 的一致性很好, 则反映的是层厚的涨落).

不过, 在溅射引起的界面互混和表面粗糙化不严重的情况下(一般在刻蚀的最初几个周期可以认为如此), 溅射速率的不均匀并不会影响图 2 中 Ge, Si 峰包的极值 h_{Ge}^m 和 h_{Si}^m ; 在层厚涨落不大时, 层厚对 h_{Ge}^m 和 h_{Si}^m 的影响也很小. 因此, h_{Ge}^m 和 h_{Si}^m 的涨落主要是由 x 值的涨落引起的. 求得图 2 中前 5 个周期的 h_{Ge}^m/h_{Si}^m 值分别为 0.117, 0.132, 0.133, 0.135, 0.134. 根据前边 $\bar{x} = 0.41$, 可以换算得到相应的 5 个周期中合金层的 x 值分别为 0.37, 0.42, 0.43, 0.40, 0.43, $\sigma_x = 0.03$, 相对偏差 $\sigma_x/\bar{x}$ 只有 10% 左右, 已接近测量仪器的偶然误差, 可见我们样品的 x 值一致性是比较好的.

四、结 语

用氩离子溅射刻蚀和 AES 测出 Ge_xSi_{1-x}/Si 应变层超晶格中 Ge, Si 两种成分随深度的周期性变化. 用俄歇灵敏度因数方法可以求得合金层中 Ge 的含量, 与 XRD 测试结果相一致, 并且还可以测出不同超晶格周期中 x 值的不均匀性, 这是 XRD 较难测定的. 但是俄歇深度剖面分析只适合于测量最接近样品表面的若干周期, 而且每一层的厚度要足够大, 这是不足之处. 刻蚀后, 样品表面的二次电子象呈现同心环图样, 类似于透射电子显微镜对样品截面观察所得到的衬度象.

本实验得到盛饒高级工程师和陈可明、周铁城、樊永良、杨小平的协助, 特此致谢.

- [1] J. C. Bean, *J. Crystal Growth*, **81** (1987) 411.
- [2] R. Ludeke, L. Esaki and L. L. Chang, *Appl. Phys. Lett.*, **24** (1974), 417.
- [3] P. W. Palmberg, *Anal. Chem.*, **45** (1973), 549A.

AUGER DEPTH PROFILE ANALYSIS OF $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ SUPERLATTICE

WEI XING JIANG WEI-DONG ZHOU GUO-LIANG YU MING-REN WANG XUN

Laboratory of Surface Physics, Fudan University, Shanghai, 200433

(Received 31 October 1990)

ABSTRACT

The compositional depth profile of $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ strained layer superlattice has been obtained by AES combined with argon ion sputtering, which indicates the concentrations of Ge and Si vary with depth periodically. The secondary electron image shows some periodic pattern consisting of alternate bright and dark bands around the center of the sputtered crater. The characteristics of Auger depth profile as a method for superlattice structure analysis, as well as its limitations, are discussed.

PACC: 6865; 7920F