

用于分子束外延的慢正电子束 在线分析系统

何元金 胡 勇 戴 伦

清华大学现代应用物理系, 北京, 100084

1991 年 3 月 26 日收到

本文系统地介绍用于分子束外延的慢正电子束在线分析系统的设计与研制, 提出用慢正电子束技术在线研究半导体薄膜的分析方法。在正电子慢化器中采用多钨环加百叶窗组合结构, 得到较高的快-慢正电子转换效率。

PACC: 7870B; 85.15G

一、引 言

分子工程与能带工程材料即半导体异质结与超晶格材料是当前微电子与光电子高技术产业发展的基础^[1]。分子工程与能带工程材料的制备主要依赖于两大晶体生长技术的进步, 一个是分子束外延 (MBE), 一个是金属有机化学汽相外延 (MOCVD)^[2]。分子束外延 (MBE) 是一种在超高真空 (10^{-10} Torr) 环境下生长高质量半导体薄膜的技术和手段, 它能制备出具有陡峭界面的半导体异质结和量子阱, 特别适于对新型材料体系和微结构的制备研究, 因而受到广泛的重视^[3,4]。

在 MBE 材料生长中最重要的问题之一就是如何尽可能地获得高质量的无缺陷的薄膜和完整的理想界面。在线检测生长缺陷对于研究最佳工艺条件无疑具有十分重要的意义。由于生长是在超高真空室内进行的, 这就限制了许多常规检测技术的使用。目前, 人们主要根据电学、光学性质的变化, 例如深能级等的测量来反推材料的缺陷状况^[5]。若能有一种手段直接测量材料的缺陷无疑是有益的。目前 MBE 所能生长的材料体系日渐增多, 已突破早期关于界面两边材料必须晶格匹配的限制。例如应变超晶格、Ge-Sn 异质结构等就属于这样的材料体系。在这样的材料体系中, 由于晶格失配严重, 常遇到位错等晶格缺陷问题。正是基于这样一种考虑, 我们建立了用于 MBE 的慢正电子束在线分析系统。

正电子湮没是 60 年代末开始发展的一种核实验技术^[6]。主要可用于固体物理、材料科学、化学反应过程等的研究。在材料研究中, 主要可用于研究金属及合金、半导体、高聚物等材料的缺陷与相变。早期的研究所用的正电子源直接来自放射性同位素源, 由于自源发出的正电子具有近兆电子伏特的动能, 它在固体中的射程将有近百微米, 故不适于研究表层及表面 (微米数量级)。利用正电子在一些材料中具有负的功函数这一特点, 让从

放射源(例如 ^{22}Na) 发射的快正电子射入固体慢化器表面, 将会有部分正电子在湮没寿命期由扩散到表面而作为慢正电子出射。早期这类以获得单能慢正电子束为目的的研究其快-慢正电子转换效率很低, 未能实用。70 年代初, 美国布兰代斯大学发现用 MgO 烟熏的固体慢化器可以将快-慢正电子转换效率提高到 3×10^{-5} 以后^[7], 在世界范围内激发起一个研究如何实现慢正电子发射以至获得慢正电子束流的热潮。最近 10 年来, 世界上一些发达国家, 如美国、德国、英国、芬兰、意大利、日本等都相继建立起慢正电子束装置^[8]。目前, 全世界的慢正电子束装置大约有 30 台, 其中包括中国的两台^[9], 但用于 MBE 在线分析的慢正电子束系统迄今未见报道。慢正电子束装置所研究的课题已包括金属辐照缺陷、金属的空位形成能、离子注入损伤、半导体辐照缺陷、MBE 生长薄膜、半导体界面缺陷等, 获取大量有关材料表面及表层的信息^[10]。但所有这些分析都是离线分析, 即样品制备与测量在不同系统中进行。样品生长完以后通常要经过暴露大气的过程, 这对于获取有关表面的真实信息不利。本工作所建成的系统完全避免了以上缺陷, 生长与测量在同一真空系统中, 这对于 MBE 薄膜生长动力学研究、MBE 生长材料缺陷的检测与质量评价可能具有重要的意义。

二、系统的设计与安排

慢正电子束系统主要由 5 大部分组成(见图 1)。其中包括正电子枪、束流传输系统、样品分析室、 γ 射线检测系统以及真空系统。正电子枪的作用是从初级源(快正电子)转换得到慢正电子束; 慢正电子束通过束流传输系统引导、偏转、调整 and 聚焦后到达样品分析室; 样品分析室主要包括可控温样品架和样品传送机构, 还配备有 γ 射线测量窗口和辅助光学测量窗口; γ 射线探测系统包括探头、数据获取与处理系统等。真空系统维持从慢正电子发射、传输到射入样品这一过程进行所必须的真空条件。

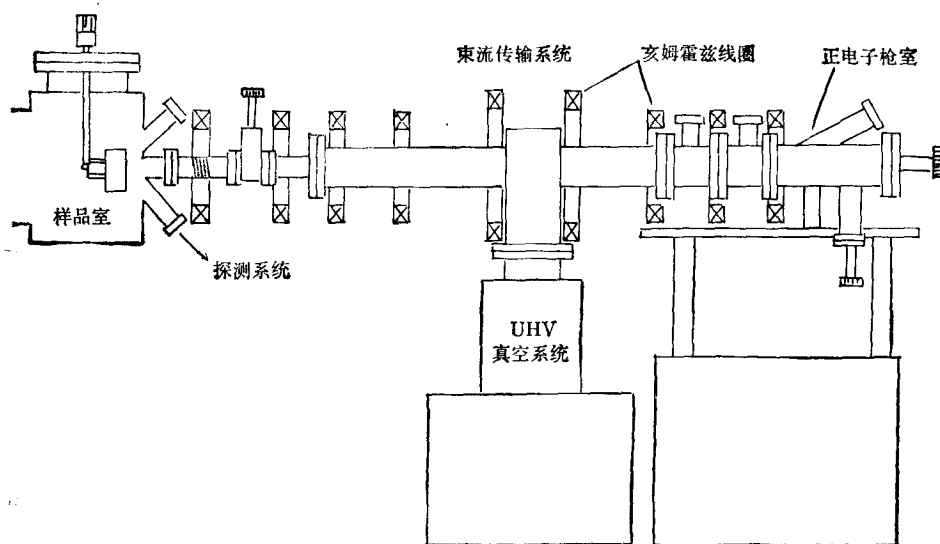


图 1 慢正电子束在线分析系统结构示意图

为了实现 MBE 半导体异质结构材料生长的在线检测,对构成慢正电子束系统的 5 大部分作如下的设计与安排。

1. 正电子枪

正电子枪主要由初级放射源、正电子慢化器以及正电子透镜组成,它的作用是给出具有较小的发射角、适度的束斑以及尽可能强的慢正电子束。初级正电子源采用放射性同位素 ^{22}Na , 这是因为它具有较长的半衰期(2.6 年),可以在一段相当长的时间内使用而不必更换。放射源放置在送源杆的顶端,送源杆有足够的长度,以保证密封安装送源杆法兰时尽量减少操作者所受照射的放射剂量。

正电子慢化器采用多钨环加百叶窗组合结构以提高快-慢正电子转换效率。钨环共用 4 个,每个厚度为 1.5mm,外径为 $\phi 30\text{mm}$,内径为 $\phi 8\text{mm}$,两两一组,中间用氟金云母绝缘。百叶窗孔内径为 $\phi 12\text{mm}$,叶片厚度为 $50\mu\text{m}$,宽度为 2mm 的钨箔,经高真空下退火至大于 2000°C 以后使用。在钨环后有 4 个特殊形状截面的不锈钢环,它们与钨环在一起,构成一个正电子透镜,以实现慢正电子束的抽提与成束(图 2)。

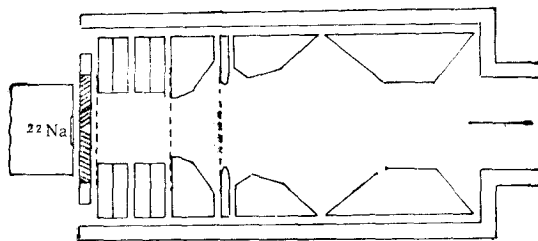


图 2 慢化器结构示意图

2. 束流传输系统

从正电子枪发射出来的能量在 20—1000eV 内可调的单能慢正电子束经由磁场束流传输系统进入样品室。磁场引导系统主要由 3 段螺线管和 7 个亥姆霍兹线圈组成,引导磁场轴线标称磁场强度为 100G。这些线圈分别由 5 个直流稳压电源供电。为了避免放射源发出的快正电子和其它 γ 射线直射入样品室,正电子枪与束流传输管道之间用一段弯管连接,使正电子枪偏离主轴线约 20° 。为了减小传输过程中束斑的发散,必须尽可能减小小轴向磁场强度的不均匀性。实际上,在传输管末端亦即磁透镜的入口处,束斑直径约为 8mm,在样品处束斑约为 2.5mm。全部磁输运系统的设计和测试将另文介绍。

3. 样品室

样品室是作为分子束外延系统的一个组成部分而特殊设计的。它的内部机构主要包括两大部分,即导轨小车和样品架。导轨小车是传递样品用的,当分子束外延炉的生长室与分析室之间的闸板阀打开时,导轨小车可承载样品在生长室与样品室之间自由传递,而勿须破坏超高真空条件,以保证慢正电子测量的是“新鲜”的刚生长的样品表面若干原子层。样品架上有一个摆头装置,使得样品托能从传递位置旋转 90° 后到达测量位置。处于测量位置时,样品表面与慢正电子束流垂直。样品架上还附有钼片加热器和测温热电偶,使得被测样品温度可在室温至 1000°C 之间任意调整。

4. γ 射线探测系统

样品中缺陷状况变化的信息是由正电子湮没产生的 γ 射线携出的, γ 射线具有很强

为 511keV。因此,在湮没 γ 射线的全能谱中,能量比 511keV 低的部分谱区中的计数(谷区计数)与 511keV 峰部分谱区的计数(峰区计数)之比在一定程度上与 ps 的产额 F 的大小有关。当 F 为某一确定值时,全谱计数 T_F 与峰区计数 P_F 可用下式表示:

$$P_F = N_a(1-F)g_p + FN_0g_0 + FN_pg_p; \quad (1a)$$

$$T_F = N_a(1-F)h_p + FN_0h_0 + FN_ph_p, \quad (1b)$$

其中 N_a , N_p 和 N_0 分别为正电子直接湮没、p-Ps 湮没和 o-Ps 湮没的每秒计数, g_0 和 h_0 分别表示 o-Ps 湮没的 γ 光子在峰区 (511keV) 和在全能谱内被计数的平均概率,而 g_p 和 h_p 则表示 p-Ps 湮没的 γ 光子和正电子直接湮没的 γ 光子在峰区和在全能谱内被计数的平均概率,这些概率因子取决于湮没事件的空间分布,探测系统的分辨率和绝对效率,湮没 γ 光子的散射以及高纯锗探头对着样品的立体角。假定这些因素在测量过程中都不改变,定义谷峰比为

$$R_F = (T_F - P_F)/P_F. \quad (2)$$

以(1a)和(1b)式代入上式,可解出 F 为

$$F = [1 + (P_1/P_0)(R_1 - R_F)/(R_F - R_0)]^{-1}, \quad (3)$$

其中下标 0 和 1 分别相应于 0% 和 100% Ps 形成时的值。这些值可用一些特殊实验条件下的测量用外推的方法来定标。(详见文献[10,11])。

四、结 论

本系统建成后已进行样品生长及正电子湮没研究,样品在生长室和分析室之间能自由传递,以便获得在不同生长层的缺陷信息。

我们利用外加偏转磁场使正电子偏离主轴线湮没而测量慢正电子束流强度。估算出慢化器的转换效率为 $\epsilon = (2.7 \pm 0.2) \times 10^{-4}$ 。实用上最有意义的数据是高纯锗探头输出到多道的讯号计数率,这决定了实验中测量每一个谱所用的时间。实测得在 511keV 湮没峰处该计数率为 $50s^{-1}$ 。在 511keV 湮没峰处的计数与本底的计数之比为 1500:1。在典型的 Doppler 增宽测量中,谱的总计数一般需要积累到 $(0.5-1) \times 10^6$ 个计数,这就是说每测量一个谱需要 3—6h。若采用氟化钡探头测量 Ps 份额,则计数率为 $1000s^{-1}$,累计到 1.5×10^6 需要约 25min。

该套系统将分子束外延生长技术与慢正电子束分析技术相结合,有助于慢正电子湮没技术在半导体薄膜缺陷检测领域的发展,并使慢正电子束分析技术成为一种乐于为人接受的评估半导体薄膜质量的方法。同时,由于在样品外延生长过程中能随时地研究样品生长表层或表面的缺陷信息,所以该系统也有利于半导体薄膜外延生长动力学研究。

- [1] F. Stern, Heterojunction and semiconductor superlattices, Springer-Verlag, Berlin and New York, (1985), p. 38.
- [2] J. C. Bean, Silicon Molecular Beam Epitaxy as a VLSI Processing Technique, Proc. Int. Electron Device Meet., IEEE, (1981), p. 6.
- [3] 张立刚、普洛格编,复旦大学表面物理研究室译,分子束外延和异质结构,复旦大学出版社,上海,(1988).
- [4] E. E. Mendez and K. V. Klitzing, Physics and Applications of Quantum Wells and Superlattices, NATO series B Vol. 170, (1987), p. 1.

- [5] S. Mahajan, J. W. Corbett eds. *Defects in Semiconductors II*, North-Holland, (1983).
- [6] 豪托贾维编,何元金等译,正电子湮没技术,科学出版社,北京,(1984),第1页.
- [7] K. F. Canter, P. G. Coleman, T. C. Griffith and G. R. Heyland, *J. Phys. B*, **5** (1972), L167.
- [8] P. J. schultz, K. G. Lynn, *Rev. Mod. Phys.*, **60** (1988), 701.
- [9] 韩荣典等. 物理学报, **37**(1988),1517.
- [10] A. P. Mills, *Phys. Rev. Lett.*, **41** (1978), 1828.
- [11] K. G. Lynn and H. Lutz, *Phys. Rev.*, **B22**, (1980), 4143.

AN IN-LINE ANALYSIS SYSTEM OF SLOW POSITRON BEAM FOR MOLECULAR BEAM EPITAXY

HE YUAN-JIN HU YONG DAI LUN

Department of Modern Applied Physics, Tsinghua University, Beijing, 100084

(Received 26 March 1991)

ABSTRACT

The design and arrangement of an in-line analysis system of slow positron beam for molecular beam epitaxy is described and the analysis method using positron beam technique to study semiconductor films is introduced. In the slow positron moderator, a combination of tungsten-rings and "venetian blind" structure are used to obtain a higher efficiency of conversion from fast to slow positrons.

PACC: 7870B; 8515G