

用双晶衍射法同时测量 $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}/\text{GaAs}$ 的 弯曲、错配应变和 x 值

徐景阳 谭儒环 许顺生

(中国科学院上海冶金研究所)

如在一种二元的化合物半导体 (AB) 晶片上外延一层三元化合物 ($\text{A}_{1-x}\text{B}_x\text{C}$) 薄膜, 则由于衬底与薄膜的点阵参数不同, 在界面附近将产生错配应变 ϵ , 甚致产生错配位错, 并使晶片弯曲。这种应变有时很小, 曲率半径 R 则往往很大, 用一般的实验方法不易测量。然而, X 射线双晶(或三晶)衍射方法对这类应变及弯曲却非常灵敏。根据测得的表面应变值以及平均的曲率半径, 还可对组分 x 值进行定量计算。这些测量不但可以同时晶片同一点处进行, 而且是非破坏性的, 因此有较大的实用意义。这一方法可以简称为 ϵ - R - x 技术, 本文介绍用一种三晶衍射方法代替通常的双晶衍射法对 ϵ , R 和 x 三者同时进行测量。

一、原 理

对于弯曲的测量, Cohen 等人^[1]提出在 $(n, -n)$ 排列的双晶摆动曲线上测量 K_{α_1} 与 K_{α_2} 两衍射峰间距离, 可以精确测定试样晶片上一点处的曲率, 求出曲率半径 R 和弯曲方向, 其关系式为

$$R = \frac{\Delta S}{\Delta\phi}, \quad (1)$$

其中

$$\Delta S = \frac{L \cdot \Delta\theta}{\sin\theta}. \quad (2)$$

因此

$$R = \frac{1}{\cos\theta} \cdot \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot \frac{L}{\Delta\phi}, \quad (3)$$

式中 ΔS 是 K_{α_1} 和 K_{α_2} 在第二晶体上的空间分

物理

离, $\Delta\phi$ 为待测的双线的分离角, θ 是布喇格角, $\Delta\theta$ 是 K_{α_1} 和 K_{α_2} 的分离角, L 是从 X 射线焦点到第二晶片的几何长度。在上述 $(n, -n)$ 排列时, 要求第一、第二两个晶片材料及取向完全相同。

Godwod 等人^[2]提出 $(n, n, -n)$ 排列的三晶衍射法, 根据摆动曲线半峰宽值来计算晶片弯曲度。但要求第一晶体与第三晶体(试样)材料及取向相同, 组成 $(n, -n)$ 排列, 而第一、第二晶体组成 $(n, +n)$ 排列。但在实际工作中, 有时无法获得与试样同样材料及取向的参考晶体, 只能选用近似的材料及取向, 形成 $(n, -m)$ 排列。采用这种排列方式, 可以在不更换参考晶体的情况下方便地测量不同材料的弯曲或同一材料中不同晶面的弯曲分布, 但这种排列的半峰宽较宽, 影响分辨率。若采用 $(n, -n)$ 排列的表面均为 $\{111\}$ 的“U”型硅双晶^[3]代替参考晶片, 获得两束平行度良好的 K_{α_1} - K_{α_2} 双光束, 组成 $(n, -n, m)$ 排列的三晶衍射, 用来测量弯曲, 则效果较好。其衍射几何见图 1。公式推导如下:

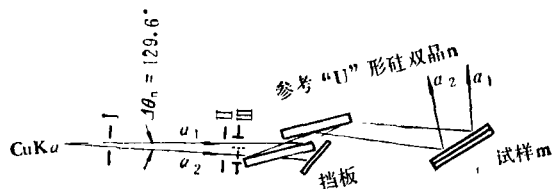


图 1 用 $(n, -n, m)$ 排列测量晶片弯曲时衍射几何

从 X 射线发出的具有一定发散度的混合波长的 X 射线入射到晶体 n 上, K_{α_1} 和 K_{α_2} 同时产生衍射, 这两个衍射角之差为 $\Delta\theta_n$, 由布喇格方程

微分可以求得

$$\Delta\theta_n = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \tan\theta_n. \quad (4)$$

同理,若入射到晶体 m 上,两束射线同时衍射也可以求得

$$\Delta\theta_m = \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \tan\theta_m. \quad (5)$$

在 $(n, -m)$ 排列或 $(n, -n, m)$ 排列的衍射几何中,射到受测晶体 m 上的是 K_{α_1} 和 K_{α_2} 两束具有发散角 $\Delta\theta_n$ 的入射X射线。当 m 晶体转动时,它先后产生衍射,这时有两种情况:

(1) 若 m 为无弯曲的平晶片。当入射束中 K_{α_1} 成分在 m 晶片上满足布喇格条件时,令衍射角为 θ_{m_1} ,这时 K_{α_2} 成分入射线与晶片所成的夹角 $\varphi = \theta_{m_1} + \Delta\theta_n$ 。由于色散关系, K_{α_2} 与 K_{α_1} 并不同时反射,要使 K_{α_2} 射线满足衍射条件,需将 m 晶片转动 $\Delta\phi_m$ 角,使得 $\Delta\phi_m + \theta_{m_1} + \Delta\theta_n = \theta_{m_2}$,这里 θ_{m_2} 是 K_{α_2} 射线衍射的布喇格角,从而得到

$$\begin{aligned} \Delta\phi_m &= (\theta_{m_2} - \theta_{m_1}) - \Delta\theta_n \\ &= \Delta\theta_m - \Delta\theta_n. \end{aligned} \quad (6)$$

式中的 $\Delta\phi_m$ 值可由平试样测得,也可由(6)式计算求得。

(2) 若晶片 m 中有 $\Delta\phi$ 的弯曲度,如图2所示。其中图2(a)是试样晶片弯曲凸面面向光源的情况。当 K_{α_1} 成分入射线与试样满足布喇格角为 θ_{m_1} 而发生衍射时, K_{α_2} 射线与试样表面夹角为 $\varphi = \theta_{m_1} + \Delta\theta_n + \Delta\phi$,晶体需要转动一个角度 $\Delta\Phi$,使 $\Delta\Phi + \Delta\theta_n + \theta_{m_1} + \Delta\phi = \theta_{m_2}$,才能满足 K_{α_2} 成分的衍射条件,因此弯曲度 $\Delta\phi$ 为

$$\begin{aligned} \Delta\phi &= (\theta_{m_2} - \theta_{m_1}) - \Delta\theta_n - \Delta\Phi \\ &= \Delta\theta_m - \Delta\Phi, \end{aligned} \quad (7)$$

其中 $\Delta\theta_m$ 可为正值或负值,如图2(b)所示,当晶片凹面面向光源时,同理有

$$\Delta\phi = -(\Delta\theta_m - \Delta\Phi).$$

根据(1)~(3)式的类似推导,可得曲率半径为

$$R = \pm \left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \cdot \tan\theta_n \cdot \frac{1}{\sin\theta_m} \cdot \frac{1}{\Delta\theta_m - \Delta\Phi} \right), \quad (8)$$

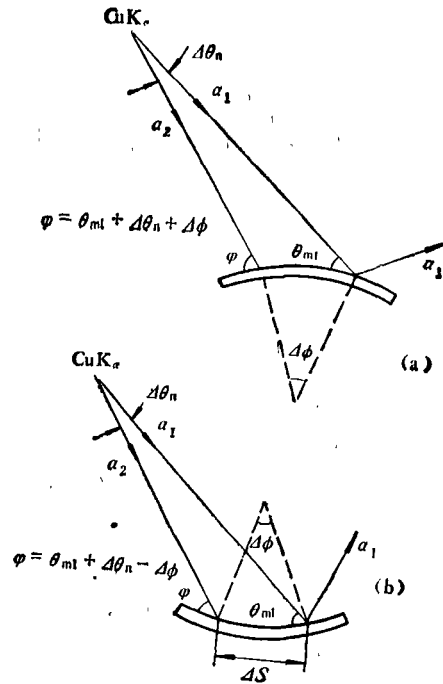


图2 不同弯曲方向的试样与衍射几何
(a) 凸型弯曲; (b) 凹型弯曲

R 为正值或负值相应于晶片的凸面或凹面面向光源。

对于应变的测量, Cohen^[4]提出,当用单色辐射(如 K_{α_1})照射衬底上有外延层或扩散层的晶片,而两层的点阵参数不相同,其双晶摆动曲线上将出现两个衍射峰(主衍射峰和衍射卫星,分别对应于衬底及外延或扩散层),这时可由两峰间的角度差 $\Delta\theta$ 计算出点阵错配应变 ε 。对于立方晶体,

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = \left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{\perp} = -\cot\theta \cdot \Delta\theta. \quad (9)$$

若样品中同时有点阵弯曲,则用 $(n, -n)$ 或 $(n, -n, m)$ 的排列以及用 K_{α_1} , K_{α_2} 双射线照射时,双晶摆动曲线上将出现四个衍射峰(见图3),可以从峰间距 $\Delta\Phi_1$, $\Delta\Phi_2$ 和 $\Delta\theta$ 分别计算试样晶片上被照射点(约 $0.2 \times 0.5\text{mm}^2$,还可以减小到 $0.2 \times 0.2\text{mm}^2$)的外延层及衬底的曲率半径 R_e , R_s 值($R_s = R_e = 2.8-3\text{m}$)和界面点阵应变 ε 值(为 2.34×10^{-3})。

由点阵应变计算外延层中掺杂原子含量,

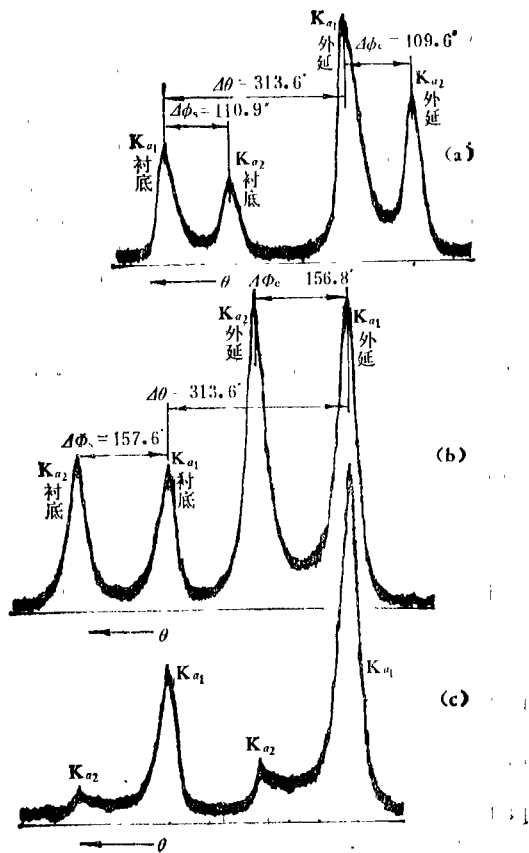


图3 D11131 试样对 GaAs 上外延 $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ 样品, 用双晶和三晶测量 ε - R 摆动曲线
(a) 用 $(n, -n)$ 排列; (b) 用 $(n, -n, m)$ 排列;
(c) 是 (b) 的辅助扫描, K_{a2} 射线大部分被挡掉。

是根据 Vegard 定律来进行的。若衬底为 GaAs, 外延层为 $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$, 其中 Al 含量 x 值正比于用 Al 替代 Ga 所引起的点阵应变 ε^\perp ,

$$x = \varepsilon^\perp / \varepsilon_0^\perp = \varepsilon^\perp \cdot \frac{a_s}{a_c - a_s}, \quad (10)$$

式中 $\varepsilon^\perp = \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{自由}}$, $\varepsilon_0^\perp = \frac{a_c - a_s}{a_s}$, a_s 为衬底 GaAs 的晶格常数, $a_s = 5.6528 \text{ \AA}$, a_c 为 $x = 1$ 时纯 AlAs 点阵常数, $a_{\text{自由}} = 5.6611 \text{ \AA}$ 。在 AlAs/GaAs 中, 由于界面共格外延层产生四方畸变, AlAs 晶格常数值为 5.6695 \AA ^[5,6]。实验中按 (9) 式测得的 ε 值比由 (10) 式 (已知 a_s , a_c 和 x 值) 所求得的 ε^\perp 要大一些, 这一差值与界面共格引起的应变有关。如何从 ε 值求得纯粹由于成分差引起的应变 ε^\perp 值, Estop 等

物理

人^[7]认为这一差值与外延层引起晶片弯曲有关, 并给出 ε 和 ε^\perp 之间的经验关系式为

$$\varepsilon_0 = \varepsilon - \frac{1}{7} \frac{t_s}{R} \left(\frac{t_c}{t_s} - 4 \right) \times 10^{-6}. \quad (11)$$

晶片具有弯曲时的 Al 含量 x_r 为

$$x_r = 673 \times 10^{-6} \left[7.46 \times \Delta\theta - \frac{1}{7} \frac{t_s}{R} \times \left(\frac{t_c}{t_s} - 4 \right) \right]. \quad (12)$$

该式适用于用 $\text{CuK}\alpha_1$ 射线作 GaAs 的 (004) 衍射情况, 式中 R 是晶片曲率半径 (m), t_c 和 t_s 分别是外延与衬底的厚度 (μm), $\Delta\theta$ 是布喇格角差, 将实验求出的这些数值代入 (12) 式, 可以计算出 Al 含量 x_r 值。

Hornstra 等人^[8]认为外延层和衬底同时都有弯曲, 因此弯曲对测量此二层间点阵常数之差影响不大, 提出用弹性常数的各向异性值来计算 ε^\perp , 再根据 Vegard 定律通过 (10) 式计算 Al 含量值 x_a 。对于 (001) 衬底,

$$\begin{aligned} \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{自由}} &= \frac{c_{11}}{c_{11} + 2c_{12}} \cdot \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} \\ &= 0.525 \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp} \end{aligned}$$

$$x_a = 2.6 \times 10^{-3} \Delta\theta.$$

GaAs 晶体的弹性常数 c_{11} , c_{12} 和 c_{44} 分别为 11.88×10^{11} , 5.37×10^{11} 和 $5.94 \times 10^{11} \text{ dyn/cm}^2$ 。而对于 (110) 和 (111) 衬底, $\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\text{自由}}$ 值分别等于 $0.644 \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp}$ 和 $0.683 \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{\perp}$ 。

二、实 验

我们对 GaAs/ $\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_x\text{As}$ 四组 (100) 样品作 (400) 反射, 利用 ε - R - x 技术对 ε , R 及 x 值同时同处进行测量和计算, 用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射, 30 kV, 10mA, 样品扫描速度 $32^\circ/\text{h}$ 。除去用 $(n, -n)$ 双晶排列 [如图 3(a) 所示] 外, 还用 $(n, -n)$ 排列的“U”形硅双晶代替第一晶体进行 $(n, -n, m)$ 排列实验, 这后一排列与 $(n, -m)$ 排列几何关系一样, 但改变了试样晶体 m 的入

表1 Ga_{1-n}Al_nAs/GaAs 样品的实验结果

试样号	测量数据计算结果								电子探针测量值
	t _s (μm)	t _c (μm)	Δθ(″)	ΔΦ(″)	R(m)	ε	x _r	x _a	x _{ep}
DH131	410	8.5	313.6	156.8	+2.78	2.34×10 ⁻³	0.97	0.83	0.91
DH26	441	5.0	195.2	23.2	+14.6	1.46×10 ⁻³	0.73	0.515	0.50
79-76	326	4.0	117.6	37.6	+9.0	1.32×10 ⁻³	0.62	0.468	0.45
DH183	390	1.6	248.8	172.8	+4.21	1.86×10 ⁻³	0.65	0.65	0.64

射线方向,并使到达样品的人射线束尾部相对强度降低,峰形较敏锐,如图3(b)所示。实验时,在第I垂直光阑处插入0.05mm狭缝,第II垂直光阑处不放狭缝。但为了分析方便,可在第III水平光阑处换上能挡掉K_{α₂}的水平狭缝(见图1中光阑III虚线处),由K_{α₁}光束作一次辅助扫描,摆动曲线见图3(c)。实验结果列于表1,其中DH26和79-76两组样品用(n, -m)排列,而其余样品用(n, -n, m)排列。用金相及扫描电镜方法测量衬底与外延层厚度t_s及t_c值,用电子探针测量Al含量x_{ep},一并列入表中。

由表1结果可以看出x_a与x_{ep}结果较为接近,而x_r值比x_{ep}值系统偏高。实验发现外延

层厚度不很均匀,计算时若采用试样片上小的外延层厚度值,则x_r与x_{ep}差值可以减小。

参 考 文 献

- [1] B. G. Cohen, M. W. Focht, *Solid State Electronics*, **13**(1970), 115.
- [2] K. Godwod, A. T. Nagy, Z. Rek, *Phys. Stat. Sol. (a)*, **34**(1976), 705.
- [3] 许顺生、徐景阳、谭儒环, *半导体学报*, **3**(1982), 95.
- [4] B. G. Cohen, *Solid State Electronics*, **10**(1967), 33.
- [5] M. C. Rowland and D. A. Smith, *J. Cryst. Growth*, **38**(1977), 143.
- [6] W. J. Bartels and W. Nijman, *J. Cryst. Growth*, **44**(1978), 518.
- [7] E. Estop, A. Izrael, M. Sauvage, *Acta Cryst.*, **A32**(1976), 627.
- [8] J. Hornstra, W. J. Bartels, *J. Cryst. Growth*, **44**(1976), 513.

国际非晶态半导体学术讨论会在北京召开

由中国物理学会主办的国际非晶态半导体学术讨论会于1986年10月13日至18日在北京召开。这次会议得到了中国科学院基金局、ICTP、中国科学院物理研究所、中国科学院半导体研究所、北京大学、南开大学、北京航空学院等单位的资助。出席会议的代表有100多名,他们中间有来自欧美的非晶态半导体方面的知名专家。如第一个制造出非晶硅太阳能电池的D. Carlson;著名的物理学家A. Rose和J. Pankove。与会代表向大会提交了几十篇有价值的论文,其中有国外代表的邀请报告24篇,国内代表的20多篇会议报告和近20篇张贴论文。这是第一次在我国召开的有关非晶态半导体的国际会议。

会议内容涉及了当前非晶态半导体研究的各个方面,包括:非晶半导体的输运性质;非晶半导体的界面态;非晶半导体的光学性质;非晶半导体的能隙态密度;非晶态半导体的制备;非晶态半导体的掺杂。会议

还组织了两个专题讨论,主题分别是超晶格结构和S-W效应。

非晶态半导体是一个新的研究领域,是固体物理的前沿之一。它吸引着广大的理论物理学家和实验物理学家,因为非晶态半导体这一新领域不仅给固体物理这门学科提供了崭新的课题,而且非晶半导体材料还有着广泛的应用前景。非晶硅太阳能电池能提供廉价的能源,非晶硅场效应管也在大面积显示和探测方面有着潜在的优势。

会议期间,中、外代表进行了广泛、深入的学术交流。我国代表认为这种讨论形式有利于了解本学科的国际最新发展动态;而国外代表也认为中国的非晶态半导体的研究和应用发展较快,并对到会代表(包括相当数量的年轻研究生)有比较深刻的印象。

(陈 洪)