

Badanie dyslokacji w krzemie i w krzemowych warstwach epitaksjalnych za pomocą rentgenowskiej topografii odbiciowej metodą Berga – Barretta

Rozwój przemysłu półprzewodnikowego coraz częściej stawia wymagania badawcze wymagające stosowania różnych metod rentgenowskiej mikroskopii dyfrakcyjnej. Na tym tle zaobserwować można ponowny wzrost zainteresowania metodą odbiciową Berga-Barretta. Metoda ta ustępuje wprawdzie uniwersalnością najpowszechniej stosowanym metodom transmisyjnym, ale w wielu wypadkach jest ich cennym uzupełnieniem.

Największe zainteresowanie dotyczy zastosowania metody Berga-Barretta do badań struktur półprzewodnikowych otrzymywanych na różnych etapach technologicznych produkcji elementów półprzewodnikowych, a szczególnie struktur krzemowych [1-6]. Wynika to z możliwości wyodrębniania defektów znajdujących się w warstwie przypowierzchniowej, w której najczęściej znajdują się podstawowe obszary czynne elementów półprzewodnikowych. Występujące tam defekty są najistotniejsze dla własności gotowych przyrządów. Ponadto w niektórych technologiach przygotowanie odwrotnej strony płytek wyklucza stosowanie metod transmisyjnych.

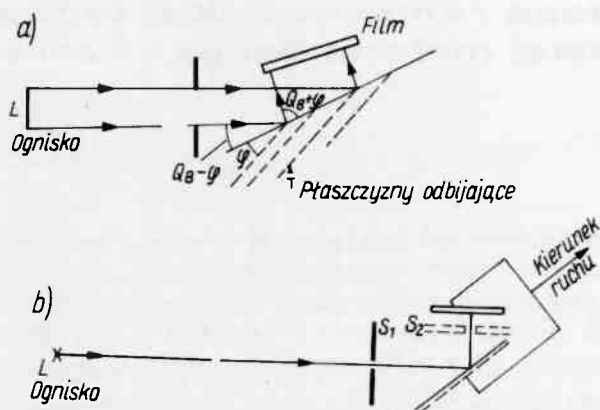
Optymalne wyniki daje równoległe stosowanie metod transmisyjnych i odbiciowych. Ułatwia to identyfikację przestrzennego rozkładu defektów i znacznie poszerza możliwości interpretacji. Dobrą tego ilustracją mogą być wyniki G. Rollanda [3].

Istotnym problemem przy stosowaniu metody odbiciowej Berga-Barretta jest uzyskanie dobrej widzialności dyslokacji. W metodach odbiciowych widzialność różnych defektów szczególnie silnie zależy od odpowiedniego doboru refleksów i promieniowania.

Zagadnienia obserwacji dyslokacji w krzemie za pomocą metod odbiciowych z kontrastem ekstynkcyjnym były poruszane przez szereg autorów [1-2, 7-11]. Możliwość bezpośredniej obserwacji dyslokacji w krzemie za pomocą metody Berga-Barretta pierwszy wykazał w 1959 roku Nowkirk [7], który uzyskane obrazy zidentyfikował na podstawie trawienia chemicznego. Wspomniane prace nie dają jednak zupełnie jasnego obrazu odnośnie optymalnych warunków obserwacji i identyfikacji dyslokacji. Istniało więc potrzeba prześledzenia tych zagadnień. Ograniczono się do płytek podłożowych i warstw epitaksjalnych, ze względu na możliwość występowania dodatkowych czynników wpływających na widzialność dyslokacji w bardziej skomplikowanych strukturach.

REALIZACJA METODY

Zasadę metody odbiciowej Berga-Barretta przedstawiono na rysunku 1. Na drobnoziarnistym filmie umieszczonym blisko powierzchni badanego kryształu rejestruje się wiązkę promieniowania charakterystycznego odbitą braggowsko od wybranych płaszczyzn sieciowych. Wiązka padająca i odbita znajdują się po tej samej stronie kryształu. Na rysunku θ_B oznacza kąt Bragga, natomiast φ kąt nachylenia płaszczyzn odbijających do powierzchni kryształu.



Rys. 1. Zasada metody odbiciowej Berga-Barretta - a - układ z szeroką wiązką, b - układ "skanujący" /metoda odbiciowa Langaf

W metodzie Berga-Barretta defekty sieci krystalicznej odwzorowywane są głównie dzięki powstawaniu tzw. kontrastu ekstynkcyjnego. Jest on wynikiem znacznie większego zakresu kąтового odbicia promieniowania o danej długości fali w miejscach gdzie sieć jest zdeformowana w stosunku do miejsc niezdeformowanych. Całkowite natężenie wiązki odbitej jest większe w miejscach zdeformowanych, które w związku z tym widoczne są na filmie jako miejsca o większym zaczernieniu.

Dla uzyskania kontrastu ekstynkcyjnego istotnym jest by wiązka padająca miała rozbieżność znacznie przewyższającą zakresy odbić badanego kryształu w miejscach niezdefektowanych. Zakresy te są najczęściej rzędu od kilkunastu do pojedynczych sekund kątowych. Z kolei nadmierna rozbieżność jest niekorzystna przez zwiększanie udziału widma ciągłego w wiązce odbitej. Powoduje to pogorszenie kontrastu i zdolności rozdzielczej.

Przeprowadzone próby z układem z szeroką wiązką stosowanym przez Barretta i Newkirka nie dały zadowolających wyników. Ujawnianie dyslokacji w krzemie wymaga stosowania odbić ze stosunkowo dużymi kątami wejścia $\theta_B - \varphi$, rzędu 20° . Narzuca to duże odległości filmu od kryształu, przy których silnie zaznacza się niekorzystny wpływ dużego zakresu widmowego odbitego promieniowania. Uzyskiwany obraz jest podwójny w wyniku odbicia obydwu linii dubletu $K_{\alpha 2}$. W układzie z szeroką wiązką występuje duże prawdopodobieństwo odbić pasożytniczych utrudniających stosowanie szeregu odbić.

Znacznie lepsze wyniki uzyskano w układzie "skanującym" wykorzystującym wąską wiązkę przy jednoczesnym przesuwie filmu i kryształu dla uzyskania dużych pól odwzorowań. Układ taki /rys. 1b/ jest możliwy do realizacji no większości kamer Langa i z tego powodu dość często stosowany.

W niniejszej pracy zastosowano układ uproszczony bez szczeliny S_2 między kryształem a filmem. Przy małej wzbudzonej fluorescencji badanych kryształów nie jest ona szczególnie istotna, a jej ominięcie umożliwiło zbliżenie kryształu do filmu na odległość 5-7 mm istotne dla uzyskania dobrej zdolności rozdzielczej.

Pionowa zdolność rozdzielcza układu S_V określona jest wzorem:

$$S_V = l_V \frac{d_{kf}}{d_{lk}} \quad /1/$$

w którym l_V jest pionowym wymiarem ogniska, a d_{kf} i d_{lk} są odpowiednio odległościami między kryształem a filmem i ogniskiem lampy rentgenowskiej a kryształem mierzonym wzdłuż drogi promieniowania.

Stosowana kolimacja umożliwiła przy stosowanych refleksach na oddzielenie drugiej składowej dubletu K_{α} , przez co uzyskiwany obraz był pojedynczy o znacznie lepszej w stosunku do układu z szeroką wiązką zdolności rozdzielczej poziomej. Zdolność ta S_h jest wynikiem tylko szerokości widmowej linii $K_{\alpha 1}$ i określona jest zależnością:

$$S_h = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \cdot \text{tg} \theta_B \cdot d_{kf} \quad /2/$$

We wzorze tym λ jest długością zastosowanego promieniowania, natomiast $\Delta \lambda$ jest szerokością połówkową zakresu widmowego.

Przy zastosowanym ognisku $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$ i odległości $d_{lk} = 70 \text{ cm}$ uzyskiwano zdolności rozdzielcze rzędu $5 \mu\text{m}$. Do zdjęć zastosowano film mikrofilmowy ORWO DK5 o zdolności rozdzielczej około 200 linii na milimetr, która jest współmierna z oszacowaną wyżej zdolnością geometryczną układu. Film ten ma stosunkowo ciekłą emulsję, która umożliwia ustawianie filmu nieco skośnie do biegu wiązki, bez strat zdolności rozdzielczej. Dla dalszego poprawienia kontrastu i zdolności rozdzielczej niewątpliwie korzystne byłoby zastosowanie emulsji jądrowych.

Ze względu na stosunkowo dużą dyspersję kątową odbicia linii widmowej związanych z większymi kątami Bragga, realizacja metody jest możliwa w układzie z nieco mniej precyzyjnym przesuwem filmu i kryształu niż w przypadku metody transmisyjnej Langa.

CZYNNIKI WARUNKUJĄCE KONTRAST W METODZIE BERGA-BARRETTA

Czynniki warunkujące kontrast w metodzie Berga-Barretta były analizowane w pracach Schillera [1], Howarda i Smitha [2] oraz O'Hary, Halliwella i Childsa [11]. Szereg istotnych wniosków odnośnie kontrastu ekstynkcyjnego w metodzie odbiciowej zawiera praca Bonsego [12], w której jednak problem ten występuje marginesowo przy okazji rozważań nad metodą spektrometru dwukrystalicznego.

Zarówno Schiller, jak Howard i Smith sugerowali właściwe podejście eksperymentalne idące w kierunku stosowania refleksów o stosunkowo dużych kątach wejścia i stosun-

kowo dużej głębokości wnikania, ale podawane przez nich uzasadnienie może budzić poważne wątpliwości. Bardziej przekonujące uzasadnienie podają O'Hara, Halliwell i Childs, którzy rozważali wybór optymalnych refleksów do badania dyslokacji w arsenku galu. Ich uwagi są w dużej mierze zgodne z sugestiami prac dotyczących kontrastu ekstynkcyjnego w metodach transmisyjnych, np. [13].

Czynnikiem, który w pierwszej kolejności decyduje o sile kontrastu uzyskiwanego przy zastosowaniu danego odbicia jest szerokość kąta krzywej odbicia. Od szerokości tej zależy wielkość obszaru wokół linii dyslokacyjnej dostarczającej zwiększonej integralnej wiązki w wiązce odbitej.

Przyjmuje się, że jeżeli szerokość połówkowa zakresu odbicia wynosi w , to obszar ten odpowiada deformacji powodującej efektywną zmianę kąta Bragga $\Delta \theta_{ef}$ większą niż w . Na zmianę kąta Bragga składa się lokalna zmiana orientacji $\Delta \theta$ i względna zmiana stałej sieci $\frac{\Delta d}{d}$ według wzoru:

$$\Delta \theta_{ef} = \Delta \theta + \frac{\Delta d}{d} \cdot \operatorname{tg} \theta_B \quad /3/$$

gdzie θ_B jest kątem Bragga, d -stałą sieci.

Szerokość w można ocenić na podstawie przybliżonego wzoru:

$$w = \lambda \frac{e^2}{mc^2} \cdot \frac{\lambda^2}{\pi V} \frac{|F_{hkl}|}{\sin 2\theta_B} \sqrt{\frac{\sin(\theta_B + \varphi)}{\sin(\theta_B - \varphi)}} \quad /4/$$

gdzie e jest ładunkiem, m masą elektronu, λ jest długością fali zastosowanego promieniowania, $|F_{hkl}|$ jest modułem czynnika strukturalnego, a V - objętością komórki elementarnej.

Zmniejszenie kąta wejścia $\theta_B - \varphi$ poprzez czynnik $\frac{\sin(\theta_B + \varphi)}{\sin(\theta_B - \varphi)}$ powoduje poszerzenie zakresu odbicia i w konsekwencji mniejszą czułość metody.

Występujący we wzorze czynnik polaryzujący C jest równy 1 dla polaryzacji σ i $\cos 2\theta_B$ dla polaryzacji π . W metodzie Berga-Barretta ze względu na stosowanie kątów Bragga bliskich 45° udział promieniowania o polaryzacji π jest w wiązce odbitej zarówno w miejscach niezakłóconych jak i zdefektowanych, mały.

Przedstawiona wyżej pierwszoplanowa rola szerokości krzywej odbicia w formowaniu się kontrastu ekstynkcyjnego znajduje pełne potwierdzenie eksperymentalne. Istotnym potwierdzeniem są dobre zgodności obliczonych teoretycznie szerokości obrazów dyfrakcyjnych linii dyslokacyjnych z obserwowanymi w warunkach bardzo dobrej aparaturowej zdolności rozdzielczej [13].

Istnieje pozorna sprzeczność z przytaczanymi, w szeregu podstawowych pozycjach z zakresu teorii dynamicznej, wyrażeniami na integralne zdolności odbijające [14]. Na ich podstawie integralna zdolność odbijająca kryształów doskonałych jest proporcjonalna do $\lambda^2 |F_{hkl}|$, natomiast kryształów mozaikowych, za które w pierwszym przybliżeniu można traktować obszary zdeformowane, do $\lambda^2 |F_{hkl}|^2$. Sugerować mogłoby to większy kontrast przy dużym λ i dużym $|F_{hkl}|$. Rachunek taki nie uwzględnia jednak odwrotnie zmieniającej się objętości wokół linii dyslokacyjnej. Z drugiej jednak strony defekty o stosunkowo dalekozasięgowych polach deformacji, takie jak zarysowania powierzchni, czy wytrącenia, mogą być lepiej widoczne przy zastosowaniu odbić niskoskaźnikowych o dużym czynnikiem strukturalnym.

Niezależnie od zwiększania zakresu odbicia, stosowanie promieniowania o dużej długości fali może, z powodu zwiększonej absorpcji, nie poprawiać stosunku integralnych intensywności miejsc zdeformowanych do miejsc o niezakłóconej sieci.

Przy refleksach płytko wnikających, widzialność dyslokacji dodatkowo obniża wpływ powierzchni na rozkład pól deformacji wokół linii dyslokacyjnych. W odległościach rzędu pojedynczych mikronów od powierzchni następuje znaczne zmniejszenie pól deformacji w stosunku do odcinków dyslokacji położonych w głębi kryształu[7].

Znajomość głębokości wnikania przy danym refleksie jest, niezależnie od powiązania z kontrastem, ważna z punktu widzenia zastosowań metody. Jest ona istotna dla oceny położenia danego defektu. Istnieje pewna rozbieżność poglądów różnych autorów na sprawę głębokości wnikania. W świetle nowszych prac, wydaje się, że należy rozróżnić dwa zagadnienia.

1. Efektywną głębokość, do której wnika promieniowanie odbijane od niezakłóconych miejsc kryształu, które w przybliżeniu można traktować jako kryształ doskonały. Jako oszacowanie tej głębokości najczęściej przyjmuje się tzw. głębokość ekstynkcji daną wzorem [2, 3, 14]

$$t_e = \frac{mc^2}{2\lambda e^2} \cdot V \cdot \frac{1}{|F_{hkl}| \cdot c} \sqrt{\frac{\sin(\theta_B - \varphi)}{\sin(\theta_B + \varphi)}} \quad /5/$$

2. Głębokość, z jakiej odwzorowywane są defekty struktury, która jest na ogół znacznie większa od wyrażonej wzorem /5/. Dzieje się tak dlatego, że w tworzeniu się obrazu defektów w większej części bierze udział promieniowanie spoza zakresu odbicia miejsc niezakłóconych, w bardzo małym stopniu podlegające ekstynkcji pierwotnej. Jako oszacowanie tej głębokości najczęściej podaje się wyrażenie:

$$t_\mu = \left(\frac{\mu}{\sin(\theta_B - \varphi)} + \frac{\mu}{\sin(\theta_B + \varphi)} \right)^{-1} \quad /6/$$

wynikające z absorpcji fotoelektrycznej ze współczynnikiem pochłaniania μ . Oszacowanie to jest jednak nieco arbitralne, nie poparte ścisłymi rachunkami integralnej intensywności odbijanej przez położone głębiej defekty.

WYNIKI EKSPERYMENTALNE

Wybór optymalnych refleksów

W pierwszej kolejności starano się opracować optymalne postępowanie dla obserwacji dyslokacji w płytkach podłożowych. Badania ograniczono do płytek wycinanych równoległe do płaszczyzn (111), które w produkcji przyrządów półprzewodnikowych są najbardziej typowe.

Stosowano promieniowanie $Cu K_{\alpha 1}$, które w przypadku krzemu umożliwia uzyskanie szerokiej gamy refleksów o różnych zakresach kątowych odbić i głębokościach wnikania.

Wyboru próbek o odpowiednich gęstościach dyslokacji dokonano przy zastosowaniu metod topografii transmisyjnej Langa i anomalnej transmisji. Metody te są w pełni sprawdzone w zakresie ujawniania dyslokacji.

Możliwe do zastosowania odbicia przy wycięciu próbki równoległe do płaszczyzn (111) przedstawia tabela. Zamieszczono w niej najważniejsze parametry charakteryzujące odbicia - kąt Bragga, kąty wejścia i wyjścia, oszacowane na podstawie wzorów /4/, /5/, /6/ szerokości połowkowe zakresów odbicia i głębokości wnikania. Ze względu na stosunkowo mały udział promieniowania o polaryzacji J_1 w tworzeniu obrazu ograniczono się do polaryzacji σ .

W przypadku realnych próbek - płytek przygotowanych do nanoszenia warstwy epitaksjalnej - występuje niewielka dezorientacja w niewielkim stopniu zmieniająca niektóre wartości podane w tabeli.

W tabeli zamieszczono również, istotne dla oceny przydatności danej grupy odbić do identyfikacji wektorów Burgersa, nachylenia sześciu możliwych kierunków $\langle 110 \rangle$ względem płaszczyzn odbijających. Są to możliwe kierunki wektorów Burgersa dyslokacji pełnych w strukturze diamentu. Wyodrębniono kierunki $\langle 110 \rangle$ leżące w płaszczyźnie próbki, gdyż w niektórych grupach refleksów dyslokacje o takich wektorach Burgersa są słabo widoczne.

Na podstawie przeprowadzonych prób można stwierdzić, że z szeregu względów najoptymalniejsze wyniki uzyskuje się przy zastosowaniu odbić od płaszczyzn (531). Umożliwiają one uzyskanie dobrego kontrastu. Istotną zaletą jest wyjście promieniowania pod kątem bliskim 90° . W powiązaniu z dość dużą głębokością wnikania daje to stosunkowo najoptymalniejsze warunki identyfikacji kierunku linii dyslokacyjnej. W refleksach tej grupy wskutek prostopadłego wyjścia, nie występuje również, w przeciwieństwie do odbić ze skośnym wyjściem promieniowania, nakładanie zmian kontrastu spowodowanych różnym ustawieniem dyslokacji względem wiązki wychodzącej, na zmiany wywołane różnym ustawieniem wektorów Burgersa względem płaszczyzn odbijających.

Dobre pod względem kontrastu wyniki daje również zastosowanie odbić (533) oraz (333). W odbiciach (333) promieniowanie wychodzi z próbki skośnie. W przypadku odbić (533) duży kąt Bragga powoduje trudności w ustawieniu filmu, jak również wskutek poszerzenia zakresu kątowego odbicia zakresu widmowego linii K_{α_1} , spadek zdolności rozdzielczej.

Nieco gorszy kontrast daje zastosowanie odbić (422), (440), (620) i (331), aczkolwiek umożliwiają one również obserwację dyslokacji.

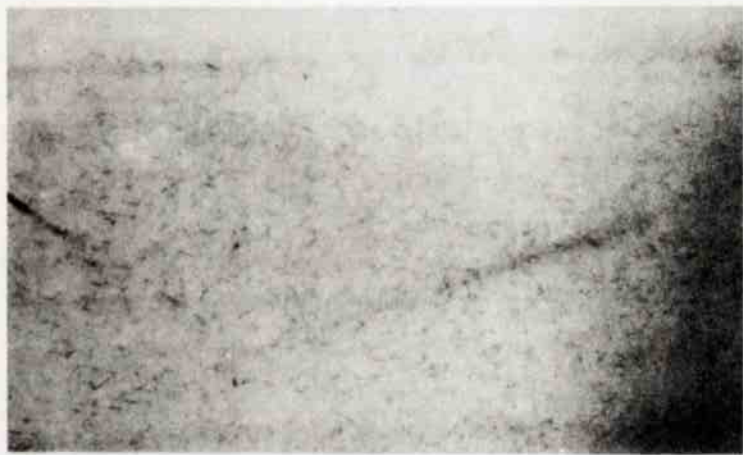
Zdecydowanie negatywne wyniki daje zastosowanie odbić (111) i (511).

Uzyskane wyniki są zgodne z przedstawioną poprzednio dyskusją na temat czynników wpływających na powstawanie kontrastów.

Odbicia (440) mimo iż pod względem kontrastu ustępują odbiciom (531) są stosunkowo najwygodniejsze dla identyfikacji wektorów Burgersa ze względu na położenia kierunków $\langle 110 \rangle$ względem płaszczyzn odbijających. W odbiciach (440) kąt wyjścia promieniowania jest również bliski 90° .



Rys. 2. Topogram odbiciowy (531) płytki podłożowej o dużej gęstości dyslokacji



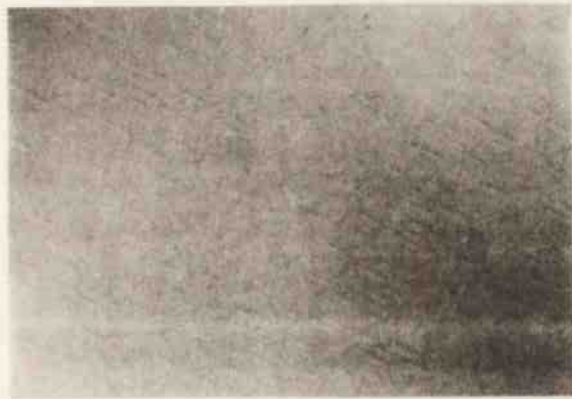
Rys. 3. Topogram odbiciowy (333) płytki podłożowej pokazanej na rysunku 2



Rys. 4. Topogram transmisyjny (220) wykonany metodą anomalnej transmisji z tej samej płytki podłożowej, jak na rysunkach 2 i 3.



Rys. 6. Topogram odbiciowy (440) dyslokacji w pasmach poślizgu w warstwie epitaksjalnej



Rys. 7. Topogram odbiciowy (333) dyslokacji niedopasowania w warstwie epitaksjalnej o oporności $20\Omega\text{cm}$ na podłożu $0,01\Omega\text{cm}$, przy domieszkowaniu podłoża i warstwy antymonem - grubość warstwy $50\mu\text{m}$



Rys. 8. Topogram transmisyjny (220) próbki jak na rysunku 7



Rys. 9. Topogram odbiciowy (531) dyslokacji niedopasowania w warstwie epitaksjalnej $17\mu\text{m}$ o oporności $5\Omega\text{cm}$ na podłożu o oporności $0,01\Omega\text{cm}$ przy domieszkowaniu podłoża i warstwy borem

ZESTAWIENIE REFLEKSÓW MOŻLIWYCH DO USTAWIENIA NA PROBKACH KRZEMOWYCH O ORIENTACJI /111/ PRZY STOSOWANIU PROMIENIOWANIA $\text{Cu K}\alpha$ 1

odbi- cie	krotność odbić	φ	kąt Bragga θ_B	kąt wejścia $\theta_B - \varphi$	kąt wyjścia $\theta_B + \varphi$	w	nachylenia możliwych kierunków wektorów Burgersa dyslokacji pełnych względem płaszczyzn odbijających	t_e	t_μ
(111)	1	0°	14,1°	14,1°	14,1°	6,5"	0°/3 ⁺ , 54,7°/3/	1,5 μm	10 μm
(331)	3	22,0°	38,2°	17,2°	60,2°	3,7"	0°/1 ⁺ , 28,9°/2 ⁺ , 46,7°/2/, 76,7°/1/	3,0 μm	15 μm
(422)	3	19,5°	44,0°	24,5°	63,5°	4,1"	0°/1 ⁺ , 16,8°/2 ⁺ , 35,3°/1/, 60°/2/	2,3 μm	17 μm
(511)	3	38,9°	47,5°	8,5°	86,4°	7,0"	0°/1 ⁺ , 25,8°/1/, 33,0°/2 ⁺ , 54,7°/2/	2,0 μm	9 μm
(333)	1	0°	47,5°	47,5°	47,5°	2,7"	0°/3 ⁺ , 54,7°/3/	4,7 μm	25 μm
(440)	3	35,2°	53,4°	18,2°	88,6°	4,7"	0°/1 ⁺ , 30°/2 ⁺ , 30°/2/, 90°/1/	2,2 μm	17 μm
(531)	6	28,6°	58,1°	29,5°	86,7°	2,7"	13,4°/2 ⁺ , 27,5°/1 ⁺ , 27,5°/1/, 43,9°/1/, 67,5°/1/	4,0 μm	23 μm
(620)	6	43,1°	63,8°	20,7°	106,9°	4,7"	13,0°/1 ⁺ , 26,6°/1 ⁺ , 26,6°/1/, 42,1°/1 ⁺ , 63,4°/1/	2,5 μm	18 μm
(533)	3	14,5°	68,5°	54,9°	93,8°	2,4"	0°/1 ⁺ , 12,5°/2 ⁺ , 40,4°/2/, 59,7°/1/	5,7 μm	32 μm

+ oznacza kierunki <110> leżące w płaszczyźnie próbki

wygięć, obecności silnie odkształconej warstwy przejściowej, czy też przy większym stopniu niedopasowania, tworzenie się tzw. dyslokacji niedopasowania. Czynniki te wpływają na utrudnienie obserwacji dyslokacji metodami rentgenowskiej mikroskopii dyfrakcyjnej.

Przy stosowaniu metod odbiciowych występuje istotna różnica w przypadku obserwacji w warstwach epitaksjalnych dyslokacji biegnących ukośnie przez warstwę i wychodzących na powierzchnię i w przypadku obserwacji dyslokacji niedopasowania biegnących równolegle na granicy między podłożem a warstwą.

Pod kątem widzenia obserwacji dyslokacji wychodzących na powierzchnię, przeprowadzono badania kilku typowych próbek o podłożach domieszkowanych antymonem o oporności $0,01\Omega\text{cm}$ i warstwach o opornościach rzędu kilku Ωcm , wybranych również na podstawie metod transmisyjnych. Grubości warstw zawierały się w granicach $15 - 20\ \mu\text{m}$. Uzyskanie zadowalających obrazów metodą odbiciową okazało się w tym przypadku nieco trudniejsze niż w przypadku materiałów podłożowych.

Szczególnie silne pogorszenie kontrastu występowało przy zastosowaniu odbić o dużej głębokości penetracji. Pogorszeniu kontrastu towarzyszył dochodzący do 30% wzrost intensywności rejestrowanej przy ustawianiu odbić przez licznik. Efekt ten można tłumaczyć przede wszystkim dostarczaniem dodatkowej integralnej intensywności przez warstwę przejściową. Ta dodatkowa intensywność stanowi tło zmniejszające widzialność dyslokacji.

Stosunkowo najlepsze wyniki uzyskano przy zastosowaniu płycej wnikających odbić (440) i (620). Jako przykład obrazów dyslokacji wychodzących na powierzchnię może służyć rysunek 6 przedstawiający szereg dyslokacji układający się w pasmo poślizgu. Zdjęcie wykonano na próbce z warstwą o grubości około $20\ \mu\text{m}$ w odbiciu od płaszczyzn (440).

Zastosowanie metody odbiciowej do obserwacji dyslokacji niedopasowania było interesujące z punktu widzenia zarówno samej metody, jak i wyciągnięcia wniosków odnośnie tych dyslokacji.

Dyslokacje niedopasowania stanowią formę uwalniania się naprężeń, wynikających z różnicy stałych sieciowych między podłożem a warstwą. Warunki tworzenia się tych dyslokacji były analizowane teoretycznie na bazie rozważań energetycznych przez van der Merwego [15]. Z pracy tej, co potwierdzają również wyniki eksperymentalne szeregu autorów [16-18] wynika, że dyslokacje te tworzą się dopiero po narośnięciu pewnej warstwy krytycznej, zależnej od stopnia niedopasowania. Próg ten może ponadto ulegać pewnym przesunięciom w wyniku dyfuzji domieszek między podłożem a warstwą. Prace eksperymentalne, m.in. wyniki Sugity i in. [16] wykazują, że dyslokacje niedopasowania zalegają w stosunkowo cienkiej warstwie między podłożem a warstwą.

Badania dyslokacji niedopasowania, przeprowadzono na trzech próbkach o podłożach o opornościach rzędu $0,01\Omega\text{cm}$ i warstwach o opornościach rzędu od kilku do kilkunastu Ωcm . Dwie z badanych próbek były domieszkowane antymonem a jedna borem. Na próbkach antymonowych odłożono nietypowe warstwy o stosunkowo znacznych grubościach 50 i $100\ \mu\text{m}$. Przy tego rodzaju parametrach podłoża i warstwy, przy domieszkowaniu antymonem, próg generacji dyslokacji niedopasowania jest stosunkowo wysoki - rzędu $20\ \mu\text{m}$.

Zgodnie z oczekiwaniami, na próbce o grubości warstwy około 100 μm , nie zauważono na zdjęciach odbiciowych żadnych śladów, podczas gdy zdjęcia odbiciowe wykazywały gęstą sieć przecinających się pod kątem 60° dyslokacji równoległych do powierzchni.

Zaskakującym jest natomiast fakt uzyskania odwzorowań dyslokacji niedopasowania na próbce z warstwą o grubości 50 μm . Obraz tych dyslokacji jest nieco rozmyty, ponadto występujący na nich kontrast jest czarno-biały. Topogram (333) przedstawiający dyslokacje niedopasowania przedstawia rysunek 7. Na rysunku 8 przedstawiono dla porównania topogram uzyskany metodą anomalnej transmisji.

Uzyskane wyniki mogą świadczyć, że dyslokacje niedopasowania mogą znajdować się bliżej powierzchni niż w odległości 50 μm wynikającej z oszacowania grubości warstwy. Przyczyny tego mogą leżeć we wspomnianej wyżej dyfuzji domieszek z podłoża do warstwy. Fakt występowania białego kontrastu jest dość trudny do wytłumaczenia, najprawdopodobniej chodzi tu o to, że w pobliżu dyslokacji niedopasowania następuje lokalne uwolnienie naprężeń występujących w warstwie przejściowej.

Trzecia badana próbka miała grubość warstwy epitaksjalnej około 17 μm . Ponieważ grubość krytyczna przy domieszkowaniu borem, jest przy podobnej różnicy oporności znacznie mniejsza niż przy domieszkowaniu antymonem, zawierała ona również dyslokacje niedopasowania.

Uzyskane obrazy dyslokacji niedopasowania w refleksie (531) przedstawia rysunek 9. Uzyskany kontrast jest również zaskakująco silny, przy czym nie występuje już dodatek kontrastu białego. Obrazy linii dyslokacyjnych są ponadto znacznie bardziej ostre niż przy opisywanej poprzednio próbce, co związane jest najprawdopodobniej z płytszym załeganiem dyslokacji.

Równolegle no tej samej próbce analiza wygaszeń przeprowadzona metodą transmisyjną Langa w trzech refleksach ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) i trzech refleksach ($2\bar{2}0$) umożliwiła identyfikację typu dyslokacji jako 60° , o kierunku $\langle 110 \rangle$ i wektorze Burgersa nachylonym do płaszczyzny próbki pod kątem $54,7^\circ$ [19].

Zaskakująco dobra widzialność dyslokacji niedopasowania w metodzie odbiciowej Berga-Barretta może być związana z wpływem naprężeń występującym w warstwie przejściowej zwiększających zasięg odkształceń wokół dyslokacji niedopasowania.

PODSUMOWANIE

W artykule starano się skrótowo omówić czynniki wpływające na widzialność dyslokacji na topogramach otrzymanych metodą Berga-Barretta na krzemie.

Przeprowadzone próby wykazały w wielu przypadkach przewagę realizacji metody Berga-Barretta w układzie skanującym /metody odbiciowej Langa/ nad układem z szeroką wiązką.

W wyniku przebadania kontrastu no dyslokacjach w funkcji różnych odbić możliwych do ustawienia na płytkach krzemowych wycinanych równolegle do płaszczyzn (111) stwierdzono, że najlepszy kontrast występuje przy odbiciach (531), (333) i (533), ale obserwacja dyslokacji jest również możliwa przy zastosowaniu odbić (422), (440), (620) i (331).

Stwierdzono, że w przypadku badania dyslokacji w warstwach epitaksjalnych, czynnikiem utrudniającym uzyskanie dobrego kontrastu jest obecność warstwy przejściowej. W związku z tym lepsze wyniki mogą być często uzyskiwane na płycie wnikających refleksach (440) i (620).

Stwierdzono nadspodziewanie dobrą widzialność położonych stosunkowo głęboko pod powierzchnią dyslokacji niedopasowania.

Literatura

1. Schiller C.: J. Appl. Cryst. 2, s. 223, 1969.
2. Howard J.K., Smith F.J.: IBM J. Res. Dev. 15, 2, s. 123, 1971.
3. Rolland G.: Praca Doktorska, Uniwersytet w Grenoble, 1972.
4. Juleff E.M., Lapierre A.G., Wolfson R.G.: Adv. X-Ray Analysis 10, s. 173, 1967.
5. Blet G.: Revue Technique, Thomson CSF 4, 2, s. 195.
6. Jungbluth E.D.: J. Appl. Phys. 38, 1, s. 133, 1967.
7. Newkirk J.B.: Trans. AIME 215, s. 483, 1959.
8. Auleytner J.: Acta Phys. Pol. 20, s. 371, 1961.
9. Wieteska K.: Informacja prywatna/IBJ/.
10. Webb W.W.: Direct observations of imperfections in crystals, /wyd. przez J.B. Newkirka i J.H. Wernicka/. Nowy Jork, Interscience s. 29, 1961.
11. O'Hara S., Halliwell M.A.G., Childs J.B.: J. Appl. Cryst. 5, s. 401, 1972.
12. Bonse U.: Direct observations of imperfections in crystals /wyd. przez J.B. Newkirka i J.H. Wernicka/. Nowy Jork, Interscience s. 431, 1961.
13. Authier A.: Adv. X-Ray Analysis 10, s. 9, 1967.
14. James R.W.: The optical principles of the diffraction of X-Rays, Londyn 1948.
15. Merwe J.H.: J. Appl. Phys. 34, s. 117, 123, 1963.
16. Sugita Y., Tomura M., Sugawara K.: J. Appl. Phys. 40, s. 3089, 1969.
17. Schwuttke G.H., Queisser H.J.: J. Appl. Phys. 33, s. 1540, 1962.
18. Sass J.: Materiały Elektroniczne 5, s. 7, 1974.
19. Sass J., Hofman W., Wierzchowski W.: Informacja prywatna/ONPMP/.