

316.275

A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ
INTÉZETÉNEK

KÖZLEMÉNYEI
R - 3.



A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA

MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ

INTÉZETÉNEK

K Ö Z L E M É N Y E I

R. - 3.

Budapest
1968.

ИНСТИТУТ ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ
ВЕНГЕРСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

RESEARCH INSTITUTE FOR TECHNICAL PHYSICS
OF THE HUNGARIAN ACADEMY OF SCIENCES
B U D A P E S T, Ujpest 1, Pf.76

Eng.szám: 23563/1968. KF.

Felelős kiadó: Szigeti György akadémikus, igazgató
Pécsi TEMPÓ KSZ. 68-B/5 formátum 400 pld. 2093 MSZ

Felelős vezető: Negele Tibor

KRISTÁLYHIBÁK KELETKEZÉSE EPITAXIÁLIS FÉLVEZETŐ
RÉTEGEKBEN

Összefoglaló tanulmány

Irta:

Székely Tamásné
tudományos munkatárs

UNIVERSITY OF CALIFORNIA
LIBRARY
—

THE UNIVERSITY OF CALIFORNIA
LIBRARY
—

1951
UNIVERSITY OF CALIFORNIA
LIBRARY

UNIVERSITY OF CALIFORNIA
LIBRARY
—

Összefoglalás

A tanulmány az epitaxiálisan növesztett szilícium és germánium rétegekre vonatkozó, a kristályhibák keletkezését, növekedését és vizsgálatát tárgyaló irodalom jelentős részét dolgozza fel. Az epitaxiális félvezető rétegek növesztésénél leggyakrabban előforduló kristályhibák az illeszkedési hibák és az u.n. tripiramisok. Ezek keletkezésének okait és a hibák növekedésének mechanizmusát számos szerző tárgyalja, részben egymásnak ellentmondó felfogásban. A tanulmány, a különböző elméletek rendszerezésével és egybevetésével, igyekszik a kutatás jelenlegi helyzetének megfelelő következtetéseket levonni és a még megoldásra váró kérdésekre rámutatni. A hibák keletkezésének okait kutatva, a technológiai eljárások során előforduló lehetőségekre is kitér a tanulmány. Külön fejezet tárgyalja a hibák vizsgálatára szolgáló kémiai és fizikai módszereket.

III.

ORIGIN OF CRYSTAL DEFECTS IN EPITAXIALLY
GROWN SEMICONDUCTOR LAYERS

Clara Székely

Research Institute for Technical Physics
of the Hungarian Academy of Sciences
Budapest

/Summary/

The study is discussing a considerable part of the literature dealing with epitaxially grown Si and Ge layers, with the origin of lattice defects, with their growth and investigation.

The stacking faults and the so called tripyramides are the most frequently occurring crystal defects in epitaxially grown semiconductor layers. Many authors discussed the origin of these faults and their growth mechanism. These discussions are partly contradictory.

Present study aims to systematize and to compare the different theories and to draw conclusions going with the present state of investigation. It further aims to point out the problems to be solved.

Investigating the origin of these faults, the study as well includes the possibilities occurring in the course of the technological procedures. A special session deals with the chemical and physical methods suitable for these investigations.

ВОЗНИКНОВЕНИЕ ДЕФЕКТОВ КРИСТАЛЛА В ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ
СЛОЯХ ПОЛУПРОВОДНИКОВ

(ОБЗОР)

Клара Секей

В предложенной работе осматривается значительная часть литературы, относящейся к эпитаксиальным слоям кремния и германия, занимающейся возникновением, ростом и исследованием дефектов кристалла. При выращивании эпитаксиальных слоев полупроводника наиболее часто встречающиеся дефекты кристалла: дефекты упаковки и так называемые трипирамиды.

Много авторов обсуждает, часто друг другу противоречиво, вопросы о причинах возникновения и механизме роста дефектов. В предложенной работе попытались сделать выводы, соответствующие настоящему положению исследований и указать нерешенные проблемы при помощи систематизации и сравнения различных теорий. Исследуя причины возникновения дефектов, настоящая работа указывает и на встречающиеся возможности технологических процессов. В отдельной главе рассматриваются химические и физические методы исследования дефектов.

TARTALOMJEGYZÉK

Oldal

Bevezetés	1
1. Kristályhibák keletkezése	2
1.1 Diszlokációk	2
1.2 Illeszkedési hibák	4
1.3 Ikerkristályok és tripiramisok	16
1.4 Adalék-anyagok eloszlása	23
2. Hetero-epitaxia és a növesztett réteg hibái	24
3. Epitaxiális rétegekben keletkező hibák vizsgálata	29
3.1 Elektronmikroszkópia és elektrondiffrakció	31
3.2 Röntgen "rocking" görbék	36
3.3 Topográfiai módszerek	37
3.4 Marás és dekoráció	38
3.5 Lassu elektron diffrakció	39
3.6 /Scanning/ Letapogató elektronmikroszkópia	40
3.7 Infravörös mikroszkópia	41
4. Következtetések	41
Irodalomjegyzék	45

B e v e z e t é s

A vékonyréteg kutatások, melyek a kristályosodás jelenségeit vizsgálják, egyre több adatot szolgáltatnak a kitüntetett irányú kristályok keletkezésére, e kristályok különböző tulajdonságaira. Ezek a vizsgálatok ma már kiterjednek fémekre, félvezetőkre és dielektrikumokra egyaránt, elemi kristályokra, vegyületekre és ötvözetekre. Az elmúlt 10 évben, de különösen az utóbbi 5-6 év leforgása alatt az irodalomban közölt anyag nagyon felduzzadt és szinte lehetetlen pontosan szétválasztani azt, ami szűkebb értelemben a félvezető epitaxiális rétegek kutatására vonatkozik. Ebben az irodalmi tanulmányban az elemi és intermetallikus félvezetőkre vonatkozó kutatások eredményeit ismertetem, különösen tekintettel az elmúlt néhány év eredményeire.

Az epitaxiális rétegekben keletkező hibákat néhány könnyen kezelhető fémen már régebben eléggé behatóan vizsgálták. A félvezető kutatások elsősorban Ge és Si rétegeken történtek, ennek oka az, hogy technikai szempontból legtöbbit ezekkel az anyagokkal foglalkoztak. Germánium és szilícium epitaxiális rétegek növesztése alkalmával már az 1962-63. évek folyamán több megfigyelést közöltek, különböző jellegzetes hibák keletkezéséről. Ezek az első publikációk /1-12/, a jelenségek leírására szorítkoztak. Azóta egyre több munka jelenik meg részben a hibák keletkezésére vonatkozó kísérletekről, részben a rétegekben lévő kristályhibák vizsgálatára szolgáló módszerekről. A tárgyalást az alábbi négy fejezet szerint csoportosítottam:

1. Kristályhibák keletkezése epitaxiális félvezető rétegekben.
2. Heteroepitaxia és a növesztett réteg hibái
3. Vizsgálati módszerek
4. Következtetések.

1. Kristályhibák keletkezése epitaxiális félvezető rétegekben

Az epitaxiális rétegnövesztés, függetlenül attól, hogy a növesztés milyen technológiával történik, jellegzetes kristályszerkezeti tulajdonságokat eredményez. Charing /7/ és munkatársai /1962/ kimutatták, hogy annak ellenére, hogy energetikai megfontolások alapján atomos rétegek egymásra növesztését várhatnánk, a valóságban a nukleáció mindig háromdimenziós magok képződésével jár. Azt a feltevést, hogy a nukleáció azért indul meg egyszerre sok helyen, mert a felület szennyezéseket tartalmaz, kísérletileg megcáfolták. A sok helyen meginduló nukleáció, kis szigetek képződéséhez vezet és e szigetek összenövésénél nagy valószínűséggel keletkeznek kristályhibák. Az epitaxiális rétegek jellegzetes hibái: 1./ a diszlokációk, 2./ illeszkedési hibák, 3./ az ún. tripiramisok 4./ a csonka háromszögek és mikro-ikerkristályok.

A hibák, eredetüket tekintve, létrejöhetnek a növekedés folyamán pl. a szemcsék összenövésénél, vagy szennyezők hatására és eredhetnek a szubsztrát felületének egyenetlenségeitől vagy szennyezőitől. Ezekben a kérdésekben az irodalom sok esetben ellentmondásokat tartalmaz, egyes kérdések még nem tisztázottak. A különböző kísérleti eredmények azt mutatják, hogy egy-egy hiba keletkezését többféle körülmény is indokolhatja és a különböző kísérleti körülmények különböző magyarázatot adhatnak azonos jelenségekre. A szubsztrát hatását heteroepitaxiás mérésekkel próbálják megközelíteni, ezek részletezésére a 2. fejezetben kerül sor.

1.1 Diszlokációk

Epitaxiális félvezető rétegeken önállóan előforduló diszlokációkat ritkán figyeltek meg. Egyes esetekben kimutatható volt az, hogy kisszögű szemcsehatárokból lévő éldiszlokációk átnöttek a

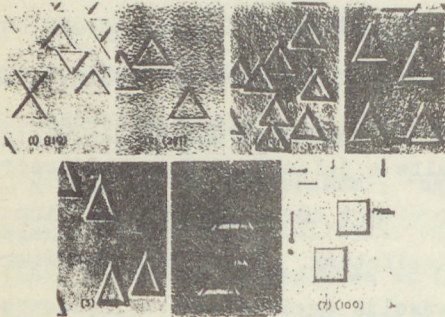
rétegbe /1,20/. Az illeszkedési hibák és tripiramisok keletkezésénél azonban egyértelműen megállapítható, hogy a szubsztrát diszlokációsűrűsége közvetlenül nem hat a réteg hibasűrűségére. A fenti hibák részletezésénél kitérünk azokra a hatásokra, melyek döntően befolyásolják e folyamatokat, de $10^3/\text{cm}^2$ diszlokációsűrűségű szubsztráton is. Tudtak olyan réteget növeszteni - a szükséges paraméterek szabályozásával - melyen az illeszkedési hiba-sűrűség minimális, gyakorlatilag nulla volt /5/. Erősen adalékolt rétegek esetén, spirál diszlokációk keletkezését irták le Nielsen és Rich /13,14,15/. Arzénnel és bórral erősen adalékolt szilíciumon konuszos kiemelkedéseket észleltek, és megállapították, hogy ezek két ellentétesen irányított spirál diszlokáció találkozásából erednek. Egyes esetekben a két irányt meg is lehetett figyelni. Diszlokációk keletkezéséről számolnak be heteroepitaxiális növesztéseknél. Cabrera és van der Merwe /16,17/ megállapították, hogy a ránövési felület egy diszlokációs rácsnak tekinthető. Matthews /18/ ólom-szulfid-ólom-szelenid egymásránövésztésével vizsgálta a jelenséget Moiré módszerrel. A.R.Riben és munkatársai germániumréteget növesztettek szilícium és galliumarzenid szubsztrátra. Megállapították, hogy a rácsparaméterekben mutatkozó különbség nem befolyásolja egyértelműen a rácstorzulást és a diszlokáció-sűrűséget. GaAs-en növesztett germánium esetében sem a szubsztráton, sem a rétegen nem mutatkozott rácstorzulás. Ez érthető, a kristályparaméterek gyakorlatilag azonosak. Szilíciumon növesztett germánium esetében viszont jelentős torzulás mutatkozott ugyanakkor, amikor azonos különbségekkel rendelkező heteroepitaxiális anyagpároknál ilyen nem lehetett kimutatni /InP-GaAs és InAs-GaAs/. A szilícium-germánium esetében a jelenséget azzal lehet megmagyarázni, hogy a növesztés utáni lehűtésekor a germánium nagyobb mérvű összehúzódása okozza a feszültséget.

1.2 Illeszkedési hibák

Egyik leggyakrabban előforduló kristályhiba, epitaxiálisan növesztett rétegekben az illeszkedési hiba /stacking fault/, /2,20/. A legtöbb esetben marás nélkül is felismerhetőek a rétegek felületén a jellegzetes formájú rajzok, melyeket interferencia kontraszt mikroszkóp alkalmazásával könnyen láthatóvá tehetünk. Marással vagy replika technikával ezeknek a hibáknak a geometriai tulajdonságai részleteiben is tanulmányozni lehet.

1.2.1 Az illeszkedési hibák leírása

Az illeszkedési hibák leírásával először, behatóan Charing és Joyce /7/ foglalkoztak. Megállapították, hogy a hibák formája a



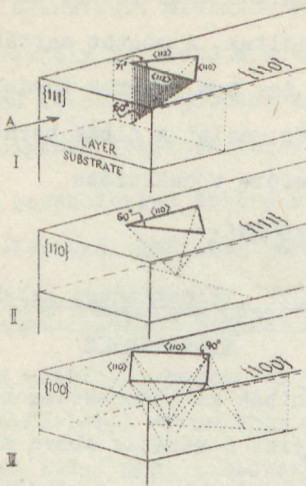
1. ábra

Illeszkedési hibák marási ábrái különböző indexű Si lapokra növesztett Si epitaxiális rétegeken. S. Mendelson után.

méreteik adott réteg esetén azonosak. Geometriai megfontolásokból világos, hogy a hibák formája, mindig a vizsgált kristálylap és az $\{111\}$ síkok metszési képét adja. A különböző kristálylapok és az $\{111\}$ síkok metszési képét a 2. ábrán láthatjuk. Az ábrából jól megfigyelhető, hogy a hiba három dimenziós test alakjában nő és ha a szubsztrát felszínén, vagy annak közelében ered, érthető, hogy adott

kristálylap orientációjától függ, de a formák, főként az összetett formák alakja a hiba sűrűségétől is függ.

Az $\{110\}$ felületen a hiba alakja egyenlőszáru háromszög kb. 71° -os csúcshöszöggel, az $\{111\}$ lapon egyenlőszáru háromszög és a $\{100\}$ lapon négyszög. /1. ábra/. Ha a hibák tisztán kirajzolódnak,



2. ábra

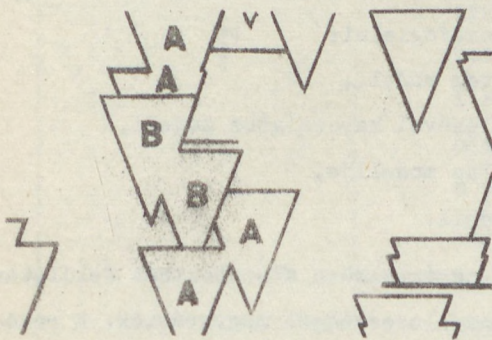
Különböző kristálylapok és az $\{111\}$ sík találkozásánál keletkező mértani ábrák. J.M.Charing után

vastagság mellett a réteg felületén azonos méretű figurákat kapunk. A hibás növekedés tetraéder alakban történik és a tetraéder egyik lapja az $\{111\}$ síkra fekszik. A réteggel együtt nő a hiba is és méreteit meg lehet határozni, mivel a növekedés folyamán az alábbi hányados állandó marad

$$\frac{\text{hiba hossza a } \langle 112 \rangle \text{ irány mentén}}{\text{réteg vastagsága}}$$

Nagyon nagy hibakonzentráció esetén megtörténik az, hogy egymáshoz közel sok illeszkedési hiba keletkezik és fedik egymást. A különböző háromszögek találkozásából

komplikált formák keletkeznek /3.ábra/. Booker és Stickler /4.23/ transzmissziós elektronmikroszkópiával megfigyelt olyan illeszkedési hibákat, melyeknél a háromszögek nem zártak, V alakú és vonal



3. ábra

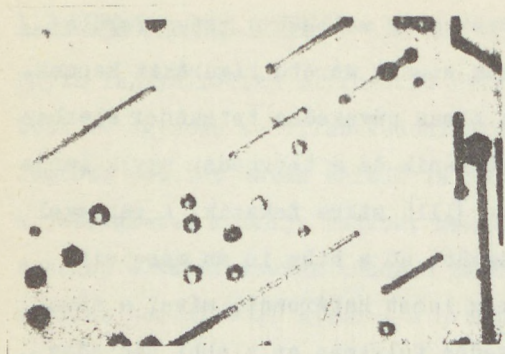
Egymásra nőő illeszkedési hibák. S.Mendelson után

alakú figurákat találtak.

Abrahams és Buiocchi /22/

GaAs rétegeken figyelték meg illeszkedési hibák keletkezését. Megfigyeléseik szerint a már ismert háromszögletű hibák mellett két nagyságrenddel nagyobb számú vonal alakú hibát találtak, melyeknek mérete nem

felelt meg az illeszkedési hibák méretének. Ezen kívül kis hat-



4. ábra

M.S. Abrahams és C.J. Buiocchi után

szögletű kinövéseket is találtak. A mintát marták, de így sem nyertek további információt a hibák természetére vonatkozóan /4.ábra/.

1.2.2 Illeszkedési hibák keletkezése

A hibák keletkezésének mechanizmusa körül az utóbbi időkig is vita folyik. A nézetek abban megegyeznek, hogy általában valamilyen rendellenesség okozza a kezdeti nukleációt, de ilyen rendellenesség nagyon sokféle módon gyakorolhatja hibaképző hatását. A rendellenesség lehet valamilyen adszorbeált szennyezés a felületen, adalékanyag tömörülés a szubsztrát felülete közelében, mechanikai hiba, feszültség, stb. Ezenkívül illeszkedési hiba keletkezhet a növekedés további folyamán is, amikor a felületen jelentkező figurák eltérő méreteket mutatnak. A hibák keletkezésének okaira és mechanizmusára vonatkozó nézetek részben ellentmondóak. Az illeszkedési hibák képződésének módjára különböző szerzők által adott magyarázatokat az alábbiakban lehet összefoglalni:

- hibás kezdeti réteg modell,
- vakanciák tömörülésével kapcsolatos modell,
- mechanikai torzulás modellje,
- Iker-kristály modell.

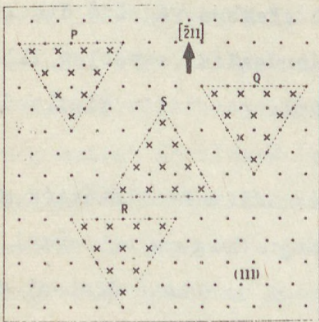
A hibák okait a különböző szerzők egyértelműen a szubsztrát felületén, vagy annak közelében található rendellenességgel magyarázzák. E rendellenességek lehetnek szennyezések adszorbeált állapotban, adalékanyag kiválások a felület közelében, mechanikai karcolások és törések, kristály lépcsők, lyukak. Azt is megállapítják, hogy nagy gondossággal

előkészített mintákon is keletkeznek illeszkedési hibák, mert a kristály felülete mindig tartalmazhat feszültségeket, amik részben belső tulajdonságokból adódhatnak, részben az előkészítés folyamán jöhetnek létre.

A továbbiakban áttérünk a keletkezési módokra és okokra vonatkozó különböző elméletek részletezésére.

1.2.2.1 "Hibás kezdeti réteg" elmélete

Az elméletet Booker és Stickler dolgozták ki /4/. A gőz, vagy gázfázisból növesztett rétegek esetén, a nukleáció kis szigetekben indul meg, a szubsztrát felületének különböző helyein. A helyes atomsor ismétlődés szerint, ha a 0-ik réteg A elrendezésben helyezkedik el, az /111/ lapon, gyémántrács esetében - a vizsgálatokat szilíciumon végezték - az A rétegre B és azután C elrendezés jön. Ha egy helyen a nukleáció más szekvencia szerint történik, ott más lesz a sziget növekedési geometriája. Az 5. ábrán látható sémán, a P, Q és R réteg /n-1/ B pozícióban fedí az A réteget, de az S sziget C pozícióban követi az A elrendezést. A gyémánt rácsban a $[2\bar{1}1]$, $[\bar{1}2\bar{1}]$, és $[\bar{1}\bar{1}2]$ irányokban nagyobb a növekedési sebesség, mint más irányokban.



5. ábra

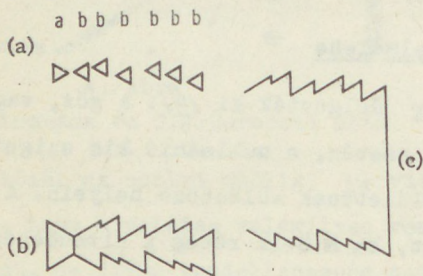
. az A atomsor

x a B ill. C atomsor

G.R.Booker és R.Stickler után

A P, Q és R sziget csúcsai $\langle 2\bar{1}1 \rangle$, oldalai $\langle 110 \rangle$ irányba mutatnak, az S réteg fekvése viszont fordított, így növekedési sebességei is mások. Ebből következik, hogy az S sziget más irányu háromszögben nő, mint a környezete és a kétféle irányított-ságú részlet összenövésénél hiba keletkezik. A kialakuló hiba képe

attól függ, milyen szabályos a növekedés és hogy helyezkednek el a felületen ezek a különböző formában növekvő kristálymagok. A 6. ábrán látható néhány jellegzetes forma, összenőtt illeszkedési hibákra. A zárt háromszögű hibákon kívül a V és vonal alakú hibákra is alkalmazható a modell.



6. ábra

Illeszkedési hibák találkozásai és összenövésük
G.R. Booker és R.Srickler után

Schwuttke /20/ röntgen-diffrakciós vizsgálatokkal kimutatta, hogy $[110]$ Burgers vektorok találhatóak azokon a mintákon, amelyeken a hibák vonalas alakúak. Hornstra /89/ megfontolásai szerint a gyémántrácsban előforduló illeszkedési hibák analogok a lapon centrált köbös kristályokban előfor-

duló illeszkedési hibákkal. E szerint minden hibával párosult illeszkedési eltérés $[211]$ irányú eltolási vektorral rendelkezik. A háromszögű hibában végződő és a vonal alakban végződő diszlokációk Burgers vektora $[110]$ irányú. Másrészt az egyetlen illeszkedési hibából álló vonalak, Shockley-féle parciális diszlokációk, melyeknek Burgers vektora $[211]$ irányú. A $[211]$ Burgers vektorral rendelkező parciális diszlokációk marási sebessége nagyobb, mint az $[110]$ irányú Burgers vektorral rendelkezőké. Így marási próbák alapján is el lehetett dönteni azt, hogy a vonalas illeszkedési hibákhoz mindig Heidenreich-Shockley parciális diszlokációk tartoznak.

1.2.2.2

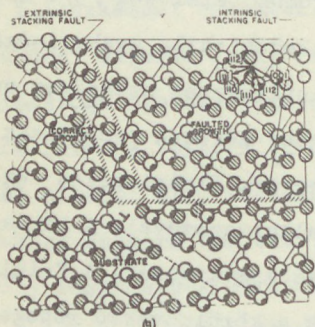
Jaccodine /24/ diffúziós és kristályhibák kölcsönhatását vizsgálta. A hibák keletkezési mechanizmusát, párologtatott fémeken végzett kísérletek analógiájára, vakanciák, vagy intersticiális atomok tömörülésére vezette vissza. Feltételezte, hogy a hibák keletkezéséhez szükséges energia ilyen tömörülések alapján adódik össze. A tömörül. vakanciák "beroppannak" és Frank "sessile" diszlokáció keletkezik egy hibásan illeszkedő réteg körül. Ez a továbbiakban disszociál egy alacsony energiájú lépcsős diszlokációvá és egy Heidenreich-Shockley parciálisra. A diszlokáció olyan kristályokban megy egyszerűen végbe, melyeknek kicsi az illeszkedési hiba-energiájuk. Végül "stacking fault" tetraéder keletkezik, melyet lépcsős diszlokációk határolnak.

1.2.2.3. Mechanikai torzulás modellje

Finch és Queisser, kísérleti adatok alapján úgy találták, hogy az illeszkedési hibák keletkezéséért, szilícium szubsztrát esetén, elsősorban a felületen maradt oxid nyomok felelősek /5/. Elsősorban abból indulnak ki, hogy az illeszkedési hiba gyakoriságából arra lehet következtetni, hogy az keletkezéshez szükséges energia ezeknél a kristályoknál alacsony. Pontos mérések nem álltak rendelkezésre, a becsült érték kb. 50 erg/cm². Kísérleteket végeztek mechanikai sérülések és oxid nyomok alkalmazásával. A hibák keletkezésének mechanizmusát az alábbiakban magyarázzák. A felületen maradt oxid szennyezések kényszerítik a körülnövekvő réteget arra, hogy szerkezetében alkalmazkodjék e szennyezőkhöz. A szilícium réteg illeszkedési hibával egyenliti a szerkezeti különbségeket és az oxid szennyezések helyzetétől függően intrinsic vagy extrinsic hiba keletkezik. Ha az oxid nyomon lépcsők is vannak, ezek többszörös hiba képződését idézik elő.

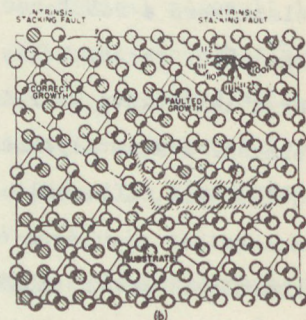
1.2.2.4 Iker-kristály modell

Az illeszkedési hibák keletkezésére, Mendelson /21,28,30/ az ikerkristály modellt javasolja. Az ikresedés és illeszkedési hibák közötti kapcsolatra már az előbbi szerzők is rámutattak. Az ikerkristály képződés "rendes", de ikerhelyzetben lévő réteg leválásával kezdődik. Attól függően, hogy az ilyen módon egymásra épülő rétegek száma $/1+3n/$, vagy $/2+3n/$, intrinsic vagy extrinsic illeszkedési hiba képződik. n egész számot jelent és ha az ikresedett rétegek száma $3n$, nem nő ki hiba a felületre. Az ikresedett kristályrészlet tetraédes formában nő és növekedése a hibás réteg elméletnél megismert módon történik. A 7. és 8. ábra atom modellen mutatja be a kétféle hibaképződési mechanizmust. A két mechanizmus alapvető különbségeket tartalmaz. Ha figyelembe vesszük azt, hogy a gyémántrácsot úgy tekinthetjük, mint két lappon centrált köbös rácsot egymásbatolva $(a/4) [111]$ irányban, akkor megérthető az, hogy a kétféle rácsstipusnál a hibakeletkezés bár analóg, nem tekinthető azonosnak.



7/a. ábra

"Hibás kezdeti réteg" kialakulása atom-modellen
egy hibásan elhelyezkedő réteg

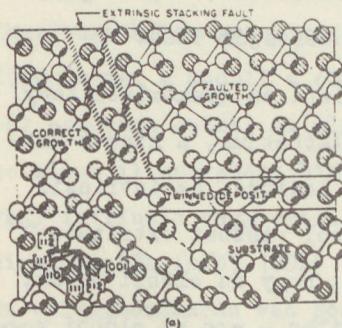


7/b. ábra

két egymást követő, hibásan elhelyezkedő réteg

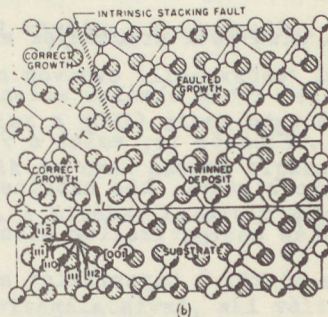
S.Mendelson után

Mivel a gyémántrácsban kristálypontokban mindig két atom foglal helyet, a két rácstípus szimmetria viszonyai különbözőek. Ha eltekintünk attól, hogy minden rácspontban két atom van, akkor a hibás réteg és ikerleválás ugyanazt a képet mutatja. A kristályrétegek egymásra illeszkedése a szabályos ABCABC. . . követési sorrend helyett valahol egy kis szigetben megbomlik és hibás követés jön létre az alábbi módon ABCACAB . . . A kis nyíl jelzi a hibát. Ha a hibás rétegre újabb hiba jön, a sorrend a következő ABCACBCA . . . Ha a hibás rétegek száma 3, az alábbi lesz a sorrend ABCACBABC . . . Ebben az esetben a lapon centrált köbös



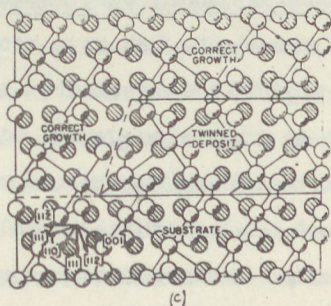
8/a. ábra

Iker leválás atom-modellen egy ikresedett réteg



8/b. ábra

két egymásutáni ikresedett réteg



8/c. ábra
három egymásutáni ikresedett réteg
S. Mendelson után

rács újból normálisan nő tovább, hiba nem nő ki a felületre, a gyémántrácsban viszont iker határréteg keletkezik. Ha az iker rétegen lépcsők vannak, a modell jól magyarázza a vonal alakú egyedi illeszkedési hibákat. A hibás réteg elmélet esetében úgy a vonal alakú, mint a V alakú hibák zárt sokszögre keletkezésével magyarázható.

1.2.2.4 Elméletek értékelése

Mendelson mellett Booker és Brown /27,29/ vetették össze a fent vázolt elméleteket. A magyarázatokról általában megállapítható, hogy inkább kvalitatív, mint kvantitatív jellegűek és a kísérleti eredmények sok esetben cáfolják őket.

A hibás réteg elmélet ellen több elméleti és gyakorlati tény szól. Először is, amint a 7. ábrából láthatjuk, a kinövő intrinsic hibákat, kis extrinsic leválás indítja. Az intrinsic leválás energetikailag előnyösebb, abból viszont extrinsic hiba nő ki. A tapasztalat azt mutatja, hogy az előbbi fordul elő gyakrabban. Másodszor: Energetikailag - ezt az előbbi megfontolások is alátámasztják - gyémánt rácsnál előnyösebb az iker réteg képződés, mint a hibás rétegé. Lapon centrált köbös rács esetében viszont a hibás réteg képződés megfelelően magyarázza a hibák keletkezését. Ezt az a tény is alátámasztja, hogy az előbbieken közölt illeszkedési hiba energia-érték az újabb kutatások szerint alacsonynak bizonyult /27,29/. A valóságban, bár csak becslések szerint ez az érték meghaladja az 150 erg/cm^2 értéket. Ha az atomos torzulást az iker határokon és az illeszkedési határon összehasonlítjuk, az energetikai viszonyok szemléletesen is azt bizonyítják, hogy előnyösebb az iker leválás. Marási kísérletekkel is ezt lehet alátámasztani. /109/.

Az összeroppant vakancia tárcsák elmélete ellen szól az a tény, hogy ahhoz, hogy ez a folyamat lejátszódjék, a filmnek kb. 50 Å vastagságúra kell megnőnie. A réteg növekedés sebessége mellett, ez 0,3 sec.alatt következik be. Ez alatt az idő alatt nem tud lejátszódni a vakanciák tömörülése és összeroppanása. Egyáltalán kétséges az, hogy ilyen film vastagság mellett a réteg eléggé összefüggő-e már ezeknek a folyamatoknak a végbemene-
teléhez.

A mechanikai elmozdulással magyarázott elmélet esetében (111) lapon növekedési hiba ugyanúgy keletkezik, mintha az iker vagy hibás réteg mechanizmussal történne a növekedés. Különbséget a modell a (001) lapokon növekvő illeszkedési hibák esetében mutat. Az elmélet szerint a (001) síkon négy szimmetrikus illeszkedési hiba keletkezik és ezek azonos típusúak, vagy intrinsic vagy extrinsic hibák. A hibákat határoló lépcsős diszlokációk $(a/3)$ $[001]$ típusúak.

Ez ellentmondásban van Booker /29/ vizsgálataival, aki váltott intrinsic és extrinsic hibákat talált $(a/6)$ $[110]$ lépcsős diszlokációkkal.

1.2.2.5. Az illeszkedési hibák keletkezésének okai

Chu és Gavalier /8/ megállapítása szerint, ha a szilícium epitaxiális réteget lépcsősen lemarják és vizsgálják az illeszkedési hibák felépülését, azt tapasztalják, hogy a szubsztrátban lévő kristályhibákat nem lehet felelőssé tenni az illeszkedési hibák keletkezéséért. A növesztési körülmények hatását vizsgálva azt találták, hogy a szubsztrát hőmérséklete, a szennyezés koncentráció, a növekedési sebesség szintén nem hozható összefüggésbe a hibák keletkezésével.

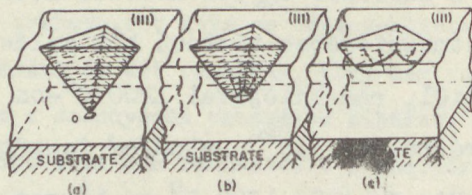
Schwuttke feltételezte azt, hogy az adalékanyagok mikro kiválása okozhatja hibák keletkezését a szubsztrát felületén. Nielsen és Rich /13/ erősen szennyezett anyagon végeztek rétegnövesztést vákuumpárologtatással és azt találták, hogy még nagy koncentrációk esetében sem a szennyezők okozzák a hibákat. A hibák száma viszont erősen nőtt a vákuum romlásával. A szerzők 5×10^{-8} és 10^{-5} Torr nyomáson dolgoztak és a vákuum lerontásán kívül hibaközpontok növekedést értek el akkor is, ha a gáztérbe vizsgított és toluolgőzt adagoltak.

Chu és Gavalier /8/ már említett munkájukban megállapítják, hogy az illeszkedési hibák keletkezésénél nagy különbségeket észleltek olyan esetekben, amikor mechanikai úton polírozott és kémiai úton előkészített szubsztrátokon végeztek növesztési kísérleteket. Megfigyeléseik egyetemesek a Booker és Stickler, valamint Schwuttke elektrondiffrakciós eredményeivel. Azt találták ugyanis, hogy a mechanikailag polírozott felületeken nagyobb számú illeszkedési hiba van, zömmel vonalas alakúak. A szubsztrátokon optikai úton nem lehetett rendellenességeket kimutatni, de elektronmikroszkóppal a megmunkálás mentén diszlokációkat találtak. Feltehető, hogy az illeszkedési hibák a diszlokációk parciálisokra való felbomlásával keletkeznek, mert mint már említettük, a vonalas hibák mindig Heidenreich-Shockley parciális diszlokációkkal együtt jelentkeznek. Az illeszkedési hibák ezek szerint, vagy magukon a diszlokációkon, vagy az ezek között lévő torzult területeken indulnak. Ezzel együtt az is feltételezhető, hogy a feszültségeket tartalmazó kristályfelületeken az oxidáció is könnyebben megy végbe és közvetlen oxid nyomok okozzák a hibát.

Jaccodine diffúzió útján bevitt szennyezők hatását vizsgálta /24,25/. Minthogy a diffúzió egyben hőkezeléssel is jár, így előbb a H_2 és He atmoszférában történő hőkezelés hatását vizsgálta. A réteget $SiCl_4$ redukciójával $1200\text{ }^\circ\text{C}$ -on növesztette szilícium szubsztrátra. Kb. 10^{20} atom/ cm^2 foszfort diffundáltatott a mintába. Míg az $1000\text{--}1300\text{ }^\circ\text{C}$ -os hőkezelés változást nem okozott, a diffúzió után a hibák koncentrációja megnőtt.

Amennyiben a réteg növekedésnél feszültségek nem játszhatnak szerepet, a hibák keletkezését különböző adszorbeált szennyezők is okozhatják. A szubsztrát felületén kívül, szennyezések a növekedés folyamán is kerülhetnek a rendszerbe, és ilyenkor a hiba, növekedés közben keletkezik /13/. Ezeknek az illeszkedési hibáknak a képe a felületen változó méreteket mutat.

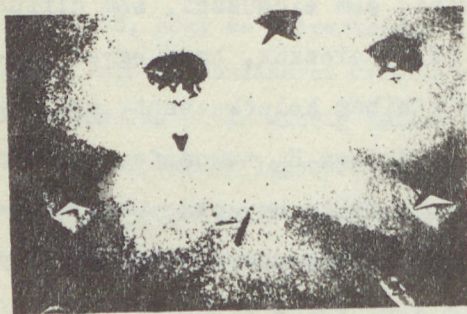
Az előbbiekből már láttuk, hogy az illeszkedési hibák hőkezeléssel szemben eléggé stabilak. Az illeszkedési hibákat határoló lépcsős diszlokációk ugyanis sem elcsuszni, sem diffundálni nem tudnak. Ha azonban feltételezzük, hogy egyes esetekben oxid nyomok okozhatják a hibák keletkezését, érthetőek azok az eredmények, melyeket Mendelson H_2 atmoszférában történt hőkezeléseknél kapott. Azt találta ugyanis, hogy hidrogénben történő hőkezelés esetén a hibák száma csökkent /21/. Hidrogénben a hibát okozó oxid szennyezés eltűnik, a lépcsős diszlokációk felbomlanak parciálisokra és ezek már ki tudnak diffundálni a kristályból, magukkal vite az illeszkedési hibát is /9. ábra/.



9. ábra
Illeszkedési hiba megszüntetése
hőkezelés után.
S. Mendelson után

1.3 Ikerkristályok és tripiramisok

Epitaxiális rétegnövesztésnél az illeszkedési hibák mellett a legjellegzetesebb hibák a különböző formájú kinövések. Az irodalom a kinövéseket formájuk szerint különbözőképpen nevezte el, úgy mint tripiramis, csillagszerű domb stb. Ezeknek a hibáknak közös jellemvonása az, hogy a réteg felületéből kiemelkedve teljes, vagy csonka, de mindig szimmetrikus geometriai alakzatban fordulnak elő. /l. 10. ábra/. Epitaxiális szilícium



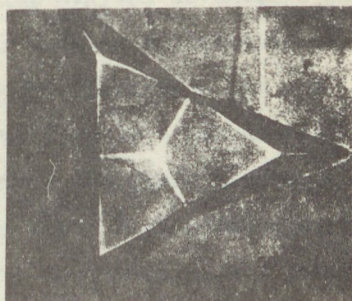
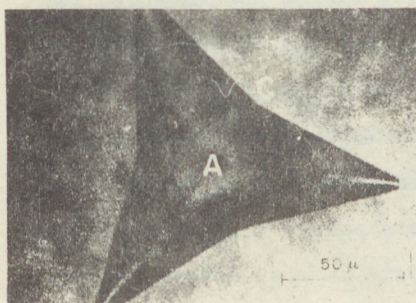
10. ábra
Különböző formájú kiemelkedő
hibák.
S. Mendelson után

és germánium rétegek növesztésénél, különösen /111/ felületen jól megfigyelhető kinövő hibák keletkeznek. E hibák 15μ körüli rétegvastagságok esetén $10-10^3/\text{cm}^2$ sűrűségben fordulnak elő. E hibák mérete néhány μ -tól $15-20 \mu$ -ig terjedhet.

Tung /31/, majd Chu és Gavalier /32,33/ közölnek először adatokat ezekről a hibákról 1962 ill. 1963-ban. Szilícium /111/ lapján növesztett szilícium epitaxiális rétegeknél figyelték meg "csillagszerű dombok" keletkezését és geometriai leírást adtak róla. A réteget Dash és Sirtl féle maróval marták és követték a hiba formáját egészen a szubsztrátig.

1.3.1 Kiemelkedő hibák leírása

A kiemelkedő hibák egyik legjellegzetesebb képviselője a csillag és a tripiramis. A két alakzat nagyon hasonló, az alapforma háromszáru csillag. A három szár mindegyike két szimmetrikusan, élben találkozó ferde lap /11.ábra/. A 11. ábrán látható, hogy a C sarkok és a B csucskok a felület síkjában vannak és ennél az alakzatnál a mértani középpont A, az alakzat legmagasabb pontja. A tripiramis alakja ugyanez, csak a geometriai középpont bemélyed és a 12. ábrán látható alakzat alakul ki. Egyes esetekben a tripiramis dombszerű kinövésből emelkedik ki, amint ez a 13. ábrán látható



11. ábra
Csillagszerű kinövés

T.L.Chu és J.R. Gavalier után

12. ábra
Tripiramis

és gyakran az is előfordul, hogy a mértani alakzat nem teljes, de a csonkulás mellett is szimmetrikus /14. ábra/. Ha marással elvékonyították a kristályt, a csillag arányai nem változtak és a réte-

Lawrence és Tucker /34/ szintén szilícium rétegen vizsgálták ezeket a hibákat, ugyancsak /111/ sikon növesztve. Ők csonka háromszög formájú hibákról is beszámolnak és kísérleteikkel megállapították, hogy a hibák a szubsztráton, vagy annak közelében keletkeznek. A keletkezett hibák száma nem függött sem a szubsztrát eredeti hiba koncentrációjától, sem a szubsztrátba és a rétegbe vitt szennyezők mennyiségétől. Holloway és Bobb/42/ GaAs epitaxiális réteget növesztett GaAs szubsztrát(100) lapján és kétféle jellegzetes kinövést figyelt meg. Egyik kinövő hiba négyszögletes lapocska, amit "meza"-nak neveztek, a másik dombszerű kinövés, aminek a "hummock" nevet adták. A hibákat Berg-Barett topográfiával vizsgálták. Bár már őket megelőzően is megfigyelték e hibákat, pontos leírást ezekről az előbbi szerzők nem adtak /43,48/.

A topográfias módszerrel a szerzők megállapították, hogy a hibák a szubsztrát felületén vagy annak közvetlen közelében keletkeznek. A hibák ikerkristályok, melyek /221/ lapjukkal a matrix /100/ lapjával párhuzamosan nőnek. A /221/ lap nagyobb növekedési sebességével magyarázható az, hogy az iker kinő az epitaxiális rétegből. A "meza" határoló lapjainak növekedési kinetikája még nem ismert, de úgy tűnik, hogy a növekedésben az iker és a matrix találkozásánál keletkező szög játszik szerepet. A dombszerű kinövések valószínűleg a mezával azonos eredetűek azzal a különbséggel, hogy növekedés közben az iker kinövésen a matrix-al azonos orientációjú lapok kezdenek el növekedni és ezek elfedik az ikerkristályt. A kinövő hibák marási képe sok esetben hasonlít az illeszkedési hibákéira, a kétféle hiba között azonban mindig fennáll az a különbség, hogy az utóbbit mindig olyan kristálylapok határolják, melyeknek növekedési sebessége nagyobb, mint a matrixé. A növekedési sebességek aránya kb. 1,2:1. Lawrence és Tucker már idézett munkájukban a tripiramisok pontos kristálytani adatait köz-

lik és azt is megállapítják, hogy e hibák megjelenése egyértelműen az epitaxiális réteg elektromos tulajdonságainak romlásához vezet.

1.3.2 Ikerkristályok és tripiramisok keletkezésének mechanizmusa és okai

A legújabb irodalomban a mikroikrek és tripiramisok keletkezését együtt tárgyalják és bizonyos kapcsolatot állapítanak meg ezek és az illeszkedési hibák között.

Booker transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatokat végzett és egyezésben Chu és Gavalier /38/ véleményével, kétszeresen ikresedett kristályokat talált.

Mendelson a tripiramisok és "dombok" keletkezésének mechanizmusát a már előbbieken ismertetett iker-réteg leválásra vezeti vissza. Ez az egyetlen elmélet, mely az illeszkedési hibák és tripiramisok együttes megjelenésére kielégítő magyarázatot ad. Az ikerképződés elmélete szerint ezek az ikerkristályként leváló részletek úgy jönnek létre, hogy a felületen lévő szennyezések, vagy kristálylépcsők elmozdítják a felületen növekvő szigetkéket $D=N\alpha/9$, $[111]$ távolságra, ahol $N=1+3n$ vagy $2+3n$. Adszorbeált szennyezések csökkentik a leváló anyag és a szubsztrát közötti affinitást és megnövelik az ikerképződés valószínűségét. A szennyezés, mint idegen réteg be is épülhet a kristályrácsba. A tripiramis úgy keletkezik, hogy az ikresedett háromszög alakú "hibás" réteg csucsain vagy oldalain a matrixnál nagyobb növekedési sebességgel megindul a növekedés. A tripiramisok növekedéséhez tehát az ikerképződés szükséges, de nem elégséges feltétel. A növekedés további körülményei döntően befolyásolják a hiba kialakulását, mert a tripiramisok keletkezéséhez második ikresedés-

nek is be kell következni. Ha ez nem történik meg, illeszkedési hiba tetraéder fog a felületre kinőni. Többszörös ikresedés, mint ezt Booker kimutatta, többszörös szimmetriával rendelkező kinövéseket eredményez. Kristály-lépcsők okozhatnak ilyen kinövéseket. S.Iida és Y.Sugita /39/ GaAs növesztésénél whisker kinövést tapasztaltak. A hiba hat szimmetrikus ikret tartalmazott és hasonló volt azokhoz a hibákhoz, amelyeket lapcentrált köbös kristály esetében már leírtak /40,41/.

A fentiek alapján érthető, hogy a tripiramisok keletkezésére adott magyarázatokban az okok hasonlóak azokhoz, melyeket az illeszkedési hibáknál már tárgyaltunk. Láttuk, hogy hogyan befolyásolja az iker réteg leválás az illeszkedési hibák természetét és a kétszeres vagy többszörös ikresedés jól illeszkedik ehhez az elmélethez. A különböző szerzők, különböző kísérleti adatokra támaszkodva, a szubsztrát felületén észlelt rendellenességek hatását vizsgálták és eredményeiket az alábbiakban lehet összefoglalni:

a/ Lawrence és Tucker/34/ különböző szennyezőket juttattak a szubsztrát felületére és figyelték a hibák mennyiségének változását. Azt tapasztalták, hogy Al_2O_3 , Si por, $CaCO_3$, ZrO, CeO_2 , SiC és NaOH, sőt különböző szerves anyagok, a felületre jutva megnövelik a tripiramisok sűrűségét.

b/ SiC nyomok jelenlétét egyes szerzők azzal magyarázzák, hogy szénhidrogének bomlásával, mely szénhidrogének a különböző berendezésekben jelen lehetnek, a szilícium felületén reakció megy végbe és a szilárd reakciótermék a rendszerből nem tud távozni /34,35/.

c/ Az előbbi feltevést szilícium esetében elfogadják, de tripiramisok keletkezését olyan esetekben is megfigyelték, amikor szilícium nem lehetett jelen, pl. Ge és GaAs rétegek növesztésénél. Itt a kémiai viszonyok lényegesen különböznek, és nem lehet a SiC keletkezéséhez hasonló egyszerű magyarázatot találni /1,21,28,36,37/. Galliumarzenid esetére Joyce és Mullin /49/ feltételezték, hogy arzén hiány mellett a Ga fémesen kiválik a felületen és ez okozza a hibák keletkezését.

d/ Holloway és Bobb /50,51/ tapasztalatai nem támasztották alá az előbbi feltevést, nagy arzén felesleges esetén sem tapasztalták a jelenséget, viszont a hibák keletkezésében a szubsztrát állapotát találták döntőnek.

e/ Howard és Dobrott kísérletei szerint /52/, ha GaAs /111/ lapjára Ga/P,As/ réteget növesztettek, a két anyag találkozásánál intermedier réteg keletkezett, melynek összetétele a GaAs-hez állt közel. A rétegen dombszerű kinövésekben olyan magot találtak, melynek összetétele a fenti intermedierével volt azonos. Feltételezték azt, hogy ez a mag ikerkristály.

f/ Az összes eddig felsorolt elképzelés szerint, a tripiramisok az összenövési felületen keletkeznek. Shaw és Bunsen /53/ szerint a hibák nem a szubsztrát felületén, hanem a felület alatt keletkeznek. Kísérleteiket 0,001-50 ohmcm fajlagos ellenállású szilíciumon végezték, mind n mind p típusu anyagon. A szerzők azt tapasztalták, hogy azoknál a szubsztrátoknál, melyeken szívesen keletkeztek tripiramisok, egyszerű 1250 C^o-os hőkezelés kis mikroötvözetek kialakulásához vezet. E mikroötvözetek a szilícium és az adalékanyagok között keletkeznek. Ilyen megfigyeléseket már Pearson és munkatársai /54/ és Goodman /55/ is közöltek.

Megállapították, hogy ezeknek a mikroötvözeteknek a helyén alakul ki a tripiramisok növekedése. Érdekes megfigyelés volt az, hogy pl. azonos fajlagos ellenállású anyagok különböző módon viselkedtek aszerint, hogy az ellenállásukat milyen adalékanyaggal állították be. Konpenzált anyagok eltérő tulajdonságokat mutattak.

E szerzők azt is megállapították, hogy bizonyos esetekben az adalékanyag eloszlás megváltozik, és helyi koncentrációzás következik be.

1.4 Adalék-anyagok eloszlása

Az epitaxiális rétegek növesztésénél egyik fontos probléma az adalékolás. Gázfázisból történő növesztésnél ez technológiailag már megoldott kérdés, az eloszlás homogenitását azonban nem lehet minden esetben biztosítani.

A leválasztás folyamán maga a szubsztrát is meglehetősen magas hőmérsékleten van és fennáll az a veszély, hogy jobban diffundáló adalékanyagok átjuthatnak a rétegbe és elmosás az éles átmeneteket.

A transzportreakcióval történő növesztés esetére Grossmann /61/ számításokat végzett a szubsztrát adalékanyagainak beépülésére. Az közzismert tény, hogy transzport-reakció esetén a rétegnövesztéssel egyidőben marási folyamat is lejátszódik. A számításoknál tekintetbe vette a marással kiszabadított adalékanyagok mennyiségét és újból való beépülését a keletkező rétegbe. A számítások alapján megszerkesztette az eloszlási görbét. C.O.Thomas és munkatársai /62,63/ szintén úgy találták, hogy a növekvő rétegben a rétegvastagságtól függően a várttól eltérő eloszlás van.

Grove és munkatársai /64/ cáfolták az előbbi munkákat, bór és antimon viselkedését vizsgálva szilíciumban. Azt találták, hogy az eloszlás semmilyen rendellenességet nem mutat, az összenövési siktól számítva, szabályos, a diffuziótól adódó eloszlás található. Joyce és munkatársai /65/ radioaktív nyomelemekkel ellenőrizték a feltevést és azt találták, hogy a szilárd fázisban lejátszódó diffúzió mellett van egy kis fölösleges beépülés is, ami a számított eloszlást módosítja. Feltételezésük szerint az adalékos beépülés a gázfázis felől történik és a szubsztrát alsó lapjáról kerül a gáztérbe.

A növekedés során kialakuló többé-kevésbé szabályos eloszlás mellett, az előbbieken leírt kristályhibáknak is nagy szerepe van az adalékanyagok eloszlásában. Az adalékok felgyülemzése különböző szemcsehatárokon szórás folytán anomáliákat okoz az epitaxiális rétegekből készített alkatrészek elektromos paramétereiben.

2. Hetero-epitaxia és a növesztett réteg hibái

Heteroepitaxia esetében, tehát amikor idegen szubsztrátra nő az epitaxiális réteg, nagyon sok tényezővel kell számolni. Az általánosítható eredményeket a különböző szerzők elsősorban szilícium és germánium rétegek növesztésével próbálták megközelíteni. Növesztettek CaF_2 -ra, zafirra, spinellre, kvarcra, vizsgálták Geránövését szilíciumra, GaAs-re és újabban különböző intermetallikus vegyületeket növesztenek egymásra.* A kristály szerkezete és a réteg hibáinak keletkezése szempontjából kétségtelenül a szilícium és germánium ránövesztésekkel tudták a legjobb eredményeket elérni, ami érthető is, mivel ezeknek az anyagoknak a tulajdonságait ismerjük leginkább.

* A heteroepitaxiás rendszerekről a MFI-ben részletes tanulmány készül.

A régebben elfogadott álláspont, mely szerint az epitaxiális ránövés legfontosabb előfeltétele a két kristályrács rácsállandóinak egyezése, vagy nagyon kis eltérése, már az első kísérletek alkalmával megdőlt. Mendelson /30/ 1967- ben megjelent cikkében általános szempontokat vett fel az epitaxiális ránövés feltételeivel kapcsolatban. Megerősíti Pashley-nek már régebben kifejtett véleményét, mely szerint a két kristályrács közötti eltérés aránylag nagy lehet és ennek ellenére lehet epitaxiális ránövést elérni, mert a megengedhető rácsállandó-eltérés elsősorban a növesztés körülményeitől függ /56/.

Mendelson szerint két lényegesen különböző eset lehetséges a két kristály között. Ha a ránövési felület mindkét kristálynál olyan sűrűn pakkolt lap, melyen ikresedés következhet be, közvetlen epitaxiális ránövés jön létre. Ha ez a feltétel nem áll fenn, a nem sűrűn pakkolt lap, a növekedés folyamán sokszoros irányitottságot okoz és ilyen esetben epitaxiális ránövés rekrisztallizáció útján jöhet létre. Ezeket a körülményeket elsősorban olyan esetekben tanulmányozták, amikor fémeket növesztettek szigetelő anyagokra /57/. A rekrisztallizációs folyamatnál az atomok és kis atomcsoportok szabad mozgásának nagy jelentősége van és ezért a felületi szennyezések szerepe jelentős /58/.

Gyémántrácsu félvezetők esetében az elmélet nehézsége abban rejlik, hogy ezeknek az anyagoknak a rekrisztallizációs tulajdonságai nem értelmezhetők olyan jól, mint a fémeké és így a szennyezők szerepe sem magyarázható világosan.

A fémekhez hasonló viselkedést szilíciumnál Unvala és Booker /35,59/ figyelt meg, amikor $3 \cdot 10^{-6}$ Torr vákuumban párologtattak epitaxiális réteget. A réteg nagyon hibás volt és a hibák mennyisége a párolog-

tatás sebességétől függött. A vizsgálatok kimutatták, hogy iker szigeteken indult meg a rekrisztallizáció és ezek a szigetek szennyezéseken keletkeztek. Így a fémekhez hasonlóan, nagyobb növekedési sebességnél tökéletesebb kristályokat kaptak. Ha viszont nincs rekrisztallizáció, a növekedés sebességének és a szennyezéseknek pontosan fordított szerepük van.

Bicknell 1964-ben /60/ szilícium ránövését tanulmányozta kvarc szubsztráton. Elektron diffrakciós és elektronmikroszkópos vizsgálatokkal követte a folyamatot. Megállapította, hogy epitaxia jön létre, ha (111) Si lap a kvarc (0001) lapjával, valamint ha a Si (010) lapja a kvarc (1010) lapjával párhuzamos. Az első leválás kis szigetek keletkezéséhez vezetett, és csak később nőttek ezek össze réteggé. Már a legkisebb szigeteken is jelentős mennyiségű hibát lehetett felfedezni. Azt a tényt, hogy a kis szigetek csak később nőnek össze, azzal magyarázza, hogy a szilícium mozgása a felületen lassú. Feltehető, hogy erős kemisorpcióval a reagáló triklórszilán egy része előbb a felülethez kötődik olyan helyeken, ahol oxigén hiány miatt reakcióképes szilícium atomok vannak a felületen és a rétegleváláshoz szükséges reakció csak ezután következik be.

Porter és Wolfson /66/ korundra növesztett szilíciumot, (0001), és (8629) irányú korund síkokra. Megállapították azokat a szimmetria viszonyokat, melyek mellett a két kristály a ránövési sík mentén azonos sűrűségi adatokkal rendelkeznek. A szilícium kristályrács és a korund kation Al rácsát vették alapul. Két esetben találtak egyezést. A <0001> korund orientáció mellett, a szilícium <111> tengelye párhuzamos a korund <0001> tengelyével. A korund (0001) lapjával merőleges irányban a (001) szili-

cium tengely párhuzamos a korund $\langle 0001 \rangle$ tengelyével. Mindkét esetben két-két kettős szimmetriájú tengely vág össze. Az elmélet további kifejtéséből az adódik, hogy a szubsztrát orientációja és a felületi sűrűségek a ránövés orientációját erősen befolyásolják. Nyilvánvaló, hogy a szubsztrátnak legalább annyi reakcióképes kation-hellyel kell rendelkezni, mint ahány reakcióra váró Si atom érkezik a felületre, tehát az illeszkedés úgy előnyös, ha a Si kristálylap sűrűsége közel áll a korund kristálylap kation helyeinek sűrűségéhez, de nem nagyobb annál, és nagyobb az utóbbi sűrűség $2/3$ -ánál. / $\bar{8}629$ / lapra növesztve, mivel itt kicsi a kation helyek sűrűsége, a mag stabilitása akkor lesz kedvezőbb, ha sűrűsége a szubsztrátéhoz hasonló, tehát már nem a legsűrűbben pakolt lapok jönnek számításba. Ilyen módon a $\{8629\}$ lapra is lehetett epitaxiálisan réteget növesztetni. Ebben az esetben a szilícium egyik négyszeres szimmetriájú tengelye lesz párhuzamos a korund háromszoros szimmetriájú tengelyével. A szilícium ránövési síkjának csak közelítő Miller indexét lehet megadni.

Dumin /67,68/ szilíciumot növesztett egykristály zafirra és germániumot egykristály spinelre. Kísérletei MOS tranzisztor gyártására vonatkozó munkák, főleg technológiai jellegűek. A növesztést szilán ill. germán termikus hőbontásával végezte. Deformációt mért a rétegeken és a szubsztrátokon egyaránt. A rétegekben lévő feszültségeket ebből számolta /69,70,71/. A szilícium kísérleteknél azt találta, hogy a rétegben lévő feszültség 10^9 - 10^{10} dyn/cm², ez közel van a szilícium hajlítási feszültségéhez. A réteg nyomás, a szubsztrát feszítés alatt áll. A feszültség a hőtágulási együtthatók különbözőségéből adódik.

A deformáció nőtt a szilícium réteg vastagságával és csökkent a növekvő zafir vastagsággal. Germánium esetében /111/ és /100/ spinel lapokat használt szubsztrátnak. Mérték a deformációt és a Hall mozgékonytságot. A Hall mozgékonytság nő a leválasztási hőmérséklettel és a film vastagságával. Az előbbi hatás triviális, az utóbbit azzal magyarázza, hogy csökken a felületi effektusok hatása. Ha ugyanazzal a metodikával tömör egykristályt növesztettek, 1-2 nagyságrenddel kisebb akceptor koncentrációt mértek, mint a vékony rétegben. Az akceptor sűrűség növekedése a kristályhibák számának növekedésével magyarázható. Ezt már előbbi kísérleteknél is tapasztalták /72,73/. A germánium filmen kisebb deformációt lehetett mérni, mint spinelre növesztett szilíciumon, mivel hőtágulási együtthatóik is közelebb állnak és a növesztési hőmérséklet is alacsonyabb. A számított feszültség 10^9 dyn/cm². A film nyomás alatt áll. Részletesen tárgyalja a p-n átmenetekben, interdiffúzió útján létrejövő misfit diszlokációk tulajdonságait. Érdekes tapasztalat volt az, hogy nem talált Al bediffundálást, ugyanakkor, amikor ilyen elszennyeződés zafirra növesztett szilíciumon jól észlelhető /74/.

Nolder és munkatársai /75/ szilícium réteg növekedési viszonyait vizsgálta zafir szubsztráton. Röntgendiffrakciós vizsgálatokat vetettek össze replika technikával készült felület felvételekkel, megállapították, hogy a szilícium rétegben milyen körülmények között képződnek ikerkristályok. Az addig ismert négy epitaxiális lehetőség mellett egy ötödiket is találtak. Kvalitatív megfigyeléseket tettek arra vonatkozóan, hogy mely illeszkedés esetén nagyobb az ikerképződés. A vizsgálatok krisztallográfiai jellegűek és nem adnak elméleti magyarázatot a megfigyelt jelenségekre.

A heteroepitaxiának egyre nagyobb jelentősége van. A különböző intermetallikus vegyületek kombinációi egymás után vetik fel a heteroepitaxiális növesztés problémáit. Holloway és munkatársai /97/ 1965-ben foglalkoztak germánium-gallizmarzenid epitaxiával. Megállapították, hogy a galliumarzenid különböző hőmérsékleten válik le epitaxiálisan a germániumon aszerint, hogy a germánium melyik lapjára növesztik. Az epitaxiális leválás hőmérséklete a következő sorrendben emelkedett /001/, /110/, /111/. Feltevésük szerint ez megegyezik az ikerképződés növekvő valószínűségével és az emelkedő hőmérsékletre az ikerkristályok kiküszöbölése miatt van szükség.

Amint az eddigiekben láttuk, a heteroepitaxia keletkezése, vagy nem keletkezése körül nem egyeznek meg a vélemények. Az, hogy nemcsak a rácsparaméterek döntik el két anyag epitaxiális kapcsolatát, már elfogadott szempont. Az azonban, hogy mi a heteroepitaxia szükséges és elégséges feltétele, ma még nem lehet tudni. Az azonban biztos, hogy a ránövési síkban a rácsparaméterek eltérésének /misfit/ nagy szerepe van, elsősorban a hibák keletkezésében. Holt a misfit diszlokációk vizsgálatával foglalkozik 1966-ban írt cikkében /106/. Gyémánt és szfalerit-rácsok esetét tárgyalja. A ránövési síkban nagy felületi sűrűség uralkodik és sok a páratlan kötés, amelyek rekombinációs centrumokként szerepelnek.

3. Epitaxiális rétegekben keletkező hibák vizsgálata

Az epitaxiális rétegeket általában úgy kezelik, mint vékony egykristályrétegeket. Az irodalom elfogadja egykristályosnak azokat a rétegeket, amelyek elektrondiffrakciós képe kielégítően irányított növekedést mutat és amelyeknél a Kikuchi vonalak megjelennek. Ezek a mérések önmagukban nem is elég érzékenyek ahhoz, hogy a

réteg részletesebb szerkezetéről felvilágosítást nyujtsanak és ma már nem is fogadhatók el a réteg jellemzésére.

Ha figyelembe vesszük azt, hogy a nukleáció kis szigetekben történik, hogy e kis szigetek között lehetséges kisebb-nagyobb orientáció különbség, ez már önmagában is azt jelenti, hogy az összenövés határán szerkezeti rendellenességek fognak jelentkezni, mely rendellenességek mellett a réteg a fenti feltételeknek ugyan megfelel, de tulajdonságai mégsem azonosak egy valódi egykristályos rétegével. A szigetek összenövésén kívül, még maguk a szigetek is tartalmazhatnak olyan kristályhibákat, melyek a réteg tulajdonságait döntően befolyásolhatják. Ezeknek a hibáknak a vizsgálatára többféle lehetőség van. Itt azokkal a módszerekkel foglalkozunk, melyek a kristályhibákat morfológiai szempontból tanulmányozzák, tehát az egyes hibafajták azonosítására alkalmasak.

A réteg strukturájában jelentkező rendellenességek természetesen a réteg elektromos tulajdonságait is alapvetően befolyásolják és így a különböző elektromos mérések szintén alkalmasak lehetnek a kristályhibák jellemzésére. Ez a terület epitaxiális rétegek esetében különösen homoepitaxiánál, ma még kevés eredményt tud felmutatni.

Az ellenállás mérés is nagy problémákat jelent, más elektromos mérés értékelése pedig szintén nehézkes, mert a szubsztrát és az átmeneti réteg, ami a ránövés síkján mindig kialakul, állandó magas zajszintet jelent a réteg egyéni effektusaihoz képest.

Természetesen, amikor az epitaxiális réteget alkatrészek gyártására fel akarják használni, a részben vagy egészében végrehajtott technológiai folyamatok közben, mérik az alapvető elektromos jel-

lenzőket. Ebben az esetben azonban csak a kész, vagy félig kész diódára, vagy tranzisztorra jellemző tulajdonságok jelentkeznek és a réteg egyéni jellemzői csak közvetve hatnak. Ezek a mérések rendkívül fontosak, de az anyag elemi tulajdonságainak jellemzésére nem alkalmasak. A legfontosabb vizsgálati módszerek a kristályhibák jellemzésére:

az elektronmikroszkópia
a röntgendiffrakció és röntgentopográfia,
a kristályok marása és dekorációja
lassu elektron diffrakció
letapogató mikroszkóp

3.1 Elektronmikroszkópia és elektrondiffrakció

Az elektronmikroszkóp használata epitaxiális rétegek vizsgálatánál ma már eléggé ritkán fordul elő. Replika technikával Charing és munkatársai /7/ végeztek vizsgálatokat szilícium rétegeken 1962-ben. Kezdeti magképződés vizsgálatoknál a magok területének és magasságának megbecsüléséhez használható metodika, de lépcsők vagy más finomabb morfológiai részletek tanulmányozására a módszer már nem alkalmas.

Az elektronmikroszkóp dekorációs technikával együtt alkalmazva a felületi egyenetlenségek vizsgálatára már több felvilágosítást nyújthat. Marási képek kiértékelésénél, hőkezelések hatásának vizsgálatánál ez a módszer használatos, bár szilícium és germánium felületek tanulmányozásánál nem elterjedt. A módszert Bassett, Forwood és Forty /110,111/ dolgozták ki. A módszer lényege abban áll, hogy a vizsgálandó felületre aranyat, vagy más fémeket párologtatnak úgy, hogy az csak a hibákon képezzen kis szigeteket. Ezután ugyancsak párologtatással szénét visznek a felü-

letre, az eredeti réteget kioldják és marad a szén lemez a finoman jelzett kristályhiba nyomokkal.

Nagyon vékony rétegek vizsgálatánál jól bevált módszer a diffrakciós kontraszt módszer. Vastagabb rétegeknél a transzmissziós elektromikroszkópia hátránya abban rejlik, hogy a réteget nagyon el kell vékonyítani /néhány ezer Å-re/ és ez feltétlenül megváltoztatja az eredeti szerkezetet. A vékony rétegek vizsgálatához, epitaxiális rétegek esetében, amikor a szubsztrát maga nem átlátszó az elektronsugár számára, a réteget lehet választani a szubsztrátról. Ilyenkor valamilyen tartó réteget kell a vizsgálandó filmre felvinni, a mechanikai szilárdság miatt és csak azután kell a szubsztrátot lemarni. Tartó rétegeként jól alkalmazható vákuumban rápárolgatott szén réteg /76/. Ha a szubsztrát amorf anyag, ilyen tartó rétegre nincs szükség, de szórás folytán ezek is befolyásolhatják a kontrasztot.

A diffrakciós kontraszt módszert a Cavendish Laboratory-ban dolgozták ki Horsch, Whelan és Howie és tőlük függetlenül Bollmann /84,85,86,87/. A megfigyelés alapja viszonylag egyszerű, a mikroszkópos képet először megfigyelik egy ernyőn és kiválasztják a jól átvilágítható részeket. Ezután fókuszált diffrakciós képet hoznak létre az objektív hátsó fókusz síkjában. Itt elhelyeznek egy nyílást, ami lehetővé teszi, hogy a végső képet egy előre kiválasztott sugár segítségével előállítsák. A kiválasztott sugár vagy a nem diffraktált sugár /világos háttér/, vagy egy diffraktált sugár /sötét háttér/. A beesési szöget változtatva, optimális kontrasztot kapnak és a részletek így jól vizsgálhatóak. Sötét háttér technikával általában rosszabb a felbontás. A diffrakciós kontraszt érzékeny a kristályrácsban

lévő elmozdult atomok érzékelésére /77/, diszlokációk és illeszkedési hibák detektálására /78/. Pashley és Stowell a hibák azonosítását sötét háttér technikával végezte és kidolgozták azt a módszert, amelyikkel a sötét háttér technika érzékenységet megtudták növelni.

Germánium és szilícium egykristályokban Geach és munkatársai /88/ vizsgálták először a diszlokációkat ezzel a módszerrel, de elméleti interpretációt nem adtak. Elméleti munkát ezen a téren Hornstra, Haasen és Seeger végeztek /89,90/. Epitaxiális szilíciumon Queisser és munkatársai /7/ vizsgálták az illeszkedési hibákat.

Booker és Zazzledine /107/ elméleti számításokat végeztek világos és sötét háttér abszorpciós profilokra és Booker kísérleti méréseivel több helyen egyezést kaptak.

A reflexióban végzett elektrondiffrakciós felvételek előnye az, hogy az epitaxiális réteget nem kell leválasztani a szubsztrátról, viszont a módszer érzékenysége a transzmissziós technikák érzékenysége alatt marad. Reflexiós diffrakcióval jól lehet követni a réteg orientációjának változását pl. a réteg képződésének hőmérsékletfüggvényében. A reális epitaxiális rétegekben általában többféle orientáció fordul elő. Bicknell és munkatársai /60/ már idézett munkájukban kimutatták, hogy kvarc bázislapján a szilícium három féle orientációban válik le. A többféle orientáció, egyik, már tárgyalt esete az ikerképződés, és többszörös ikresedésnél sok, különböző orientációju leválás jöhet létre egymás mellett.

A moiré technika a vékonyréteg vizsgálati módszerek közül az egyik leghasználatosabb és legszemléletesebb technika. Vázlatos alapelve az, hogy ha két azonos kristályszerkezetű anyagot egymásra teszünk

és kis orientációs különbséget hozunk létre a két rács között, elektronsugárral átvilágítva, a közvetlenül áthatoló sugár és a kétszeresen diffraktált sugár között interferencia csíkok fognak létrejönni. Optikai analógiával nagyon jól be lehet mutatni, hogy az interferencia csík-rendszerben milyen képek alakulnak ki attól függően, hogy a két rács tulajdonságai miben különböznek

/l. 16. ábra/. A technika kifejlesztése az elmúlt 10 évben történt /79-83/. A moiré technika bizonyos módon felnagyítja a kristályrácsban található eltéréseket, magát a rácsot is, mert pl. két kristály esetében, amelyeknek kicsit eltér a kristályállandójuk, párhuzamos helyzetben átvilágítva, a képen kapott vonaltávolság

$$D = \frac{a_1 \cdot a_2}{a_1 - a_2} \quad \text{lesz. Ahol } a_1 \text{ és } a_2 \text{ a két rácsállandó.}$$

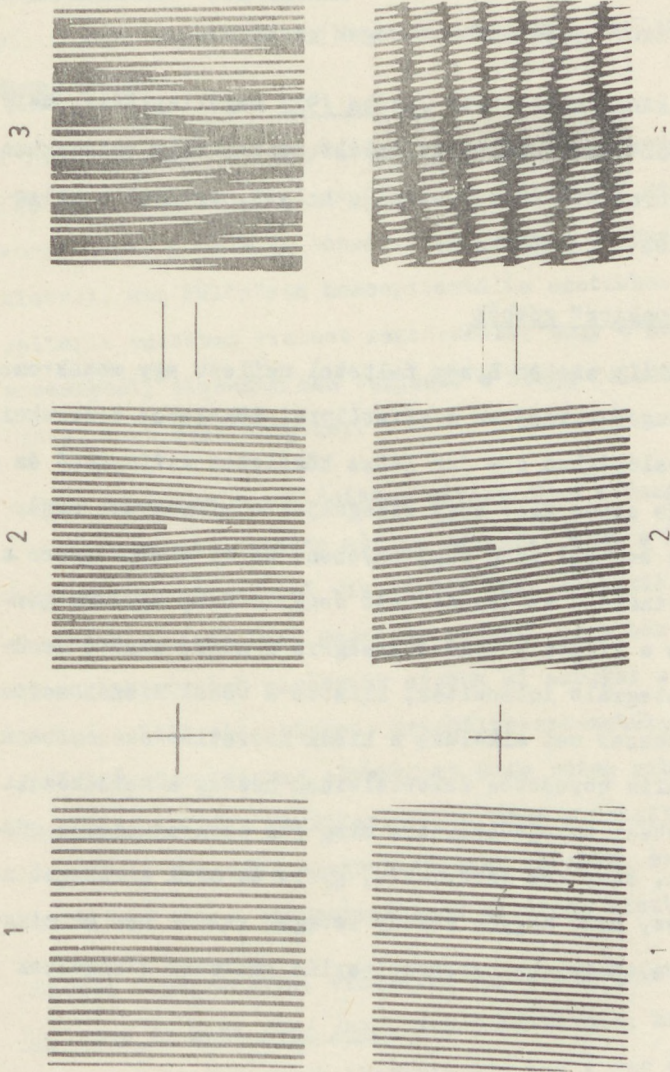
Kis orientáció eltérésnél is adódik ilyen nagyítási effektus.

Bassett /83/ párologtatott fémszendvicseket készített és ezeken tanulmányozta a jelenséget.

Kristály filmek vizsgálatánál ez a technika kiválóan alkalmas, mind orientációs hibák, mind diszlokációk, illeszkedési hibák és nagy diszlokációsűrűségből adódó kristályrács torzulások vizsgálatára.

Többszörös reflexió esetén a keletkezett kép, sikkácsszerű. Ennek a jelenségnek elméleti vizsgálatával Gevers /91/ foglalkozott.

A moiré technika alkalmas háromdimenziós szigetek alakjának meghatározására is.



16. ábra
Moiré felvételek diszlokációk kimutatására. Első esetben két olyan rács szuperponálódik, melyeknek rácsparaméterei különbözőek és a vonalak iránya azonos. A második Moiré kép olyan Z rács szuperponálásából adódik, melyeknek rácsparamétere azonos, adott szöggel elforgatva egymás fölött. J.W.Menter után

Jacobs és munkatársai /92/ végeztek ilyen irányú kutatásokat MoS_2 szubsztráton leválasztott arany szigeteken, Moiré technikát illeszkedési hibák azonosítására Naiki /93/ és Gevers /94/ használtak először epitaxiális rétegek esetében.

A Moiré technikának köszönhető Jacobs /92/ megállapítása, mely szerint "kezdődő" diszlokációkat talált epitaxiális rétegekben azoknak a csatornáknak és lyukaknak a helyén, amelyek a szigetek összenövésénél keletkeznek.

3.2 Röntgen "rocking" görbék

Tökéletes kristály esetén Bragg feltétel mellett egy monokromatikus röntgensugarat ráejtve a kristályra, tökéletes diffrakció jön létre. A valóságban nem jön létre tökéletes diffrakció és a módszer lényege abban áll, hogy vizsgálják a visszavert sugár intenzitását a beesési szög függvényében. Ha az abszcisszára a szöveget, az ordinátára az intenzitást vesszük fel, maximum görbét kapunk, és a kristály tökéletességére a görbe alatti terület, az un. integrált intenzitás, illetve a vonal kiszélesedése jellemző. A módszer nem alkalmas a hibák közvetlen azonosítására, de az epitaxiális növesztés feltételeinek hatása a keletkezett réteg kristálytani tulajdonságaira elég jól leolvasható. A módszer előnye az, hogy nem destruktív, gyors és csak a réteget méri. Hátránya az, hogy nagyon vékony rétegek esetén nem alkalmazható, különösen akkor, ha heteroepitaxiás ránövést vizsgálunk /94/.

3.3 Topográfiai módszerek

Két alapvető röntgen topográfiai módszer alakult ki az utóbbi években, a transzmisszióban működő Laue topográfia, amit nagy pontosságú módszerre fejlesztett Lang és a reflexióban működő Bragg módszer.

A Lang módszernél a minta együtt mozog programozottan a fotolemezzel. A módszer finomságát csak a fotolemez szemcsemérete korlátozza. A módszer hátránya az, hogy a szubsztrát hibáit is kihozza, ami különösen homoepitaxiális esetekben zavaró. Heteroepitaxia esetében viszont megtörténik, hogy a szubsztrát erősen abszorbeál, ilyenkor nem teljesül a Bragg feltétel és nem lehet transzmisszióban dolgozni.

A Lang technika megvalósítása reflexióban a Berg-Barett módszer. A programozott mozgás itt is ugyanaz, mint a Lang-módszernél. Berg-Barett módszerrel vizsgálták GaAs epitaxiális rétegek ikerkristály hibáit /94/. Megállapították, hogy bár látszatra ezek a kristálykinövések azonosnak néznek ki azokkal a hibákkal, amiket Booket talált szilíciumon, kristályszerkezetüket tekintve ettől eltérőek. Germániumra növesztett GaAs réteg hibáit vizsgálta E.S.Meieran /95/. Megállapította, hogy a tripiramisokat szennyezések vagy kristály egyenetlenségek okozzák, és hogy a rétegben feszültség van a rácsparaméterek eltérése miatt.

Röntgen topográfiával vizsgálta ugyancsak GaAs rétegek hibáit Holloway és Bobb /96/, /42/. Megállapították, hogy a látható dombszerű kinövéseknek ikerkristály magja van és az iker a szubsztrát közelében keletkezik. A Lang technika elméleti és gyakorlati kérdéseiről Intézetünkben dr. Szántó István tud.főmunkatárs készített kimerítő tanulmányt /114/.

3.4 Marás és dekoráció

Az epitaxiális rétegek hibáinak vizsgálatánál fel lehet használni azokat a tapasztalatokat, melyeket tömör kristályoknál a marási és dekorációs technikában már elértek. Közismert, hogy mind szilícium, mind germánium esetében a diszlokációk támadási pontjának környezetében mások az oldási viszonyok és marási képeket lehet előidézni. Ugyanez vonatkozik a dekorációs technikára is, a hibák mentén, valószínűleg a feszültségek hatására, sok esetben, a marási helyekkel azonos pontokon lehet leválást elérni /98/.

Szilícium és germánium nedves marása esetén mindig oxidációs folyamat játszódik le és rendszerint HF és valamilyen oxidáló ágens jelenlétében lehet marási effektusokat elérni /101/.

Az epitaxiális növesztésnél diszlokációk előhívásán kívül ennek a technikának meglehetősen nagy jelentősége van, bár ezidáig nem sokan foglalkoztak vele. Történt már említés arról, hogy Stickler és Booker megfigyelései szerint, olyan esetben, amikor a szubsztráton hibákat nem lehetett észlelni, az epitaxiális réteg mégis illeszkedési hibákkal követte a szubsztrát mechanikai megmunkálásánál használt csiszolási irányokat. Az epitaxiális nukleáció maga is sok esetben dekorációs szerepet tölt be és tulajdonképpen az eddig tárgyalt elméletek közös vonása, hogy a hibák kezdetét vagy szennyezés, vagy valamilyen szubsztrát hiba rovására írja. E jelenségekhez még hozzájárul az is, hogy kémiai úton növesztett rétegek gyártása közben valóban lejátszódnak gázfázisú marási folyamatok és ezek intenzíven befolyásolhatják a keletkező réteg szerkezetét.

A klasszikus dekorációs technikák közül meg kell említeni réz diffúzióját szilíciumba /99/, alumínium bevitelét 1200-1300 C^o-on szilíciumba /100/, és lítium dekorációt germániumban /102/. A dekorációval diszlokációkat és ikerhatárokat lehetett kimutatni.

3.5 Lassu elektron diffrakció

1966-ban a TKI dokumentációt készített az addig fellelhető irodalom anyagából /117/, melynek folytatása készül és rövidesen meg fog jelenni.

Ezt a módszert az epitaxiális területen a kezdeti nukleáció vizsgálatára használták az elmúlt években. A módszer előnye az, hogy tekintettel az elektronok kis energiájára /5-500 eV/ a behatolás csekély, mindössze néhány atomsor. A vizsgálat tehát valóban a felületi rétegekre ad információt és így nagyon vékony rétegeket lehet vele tanulmányozni. A módszer hátránya az, hogy nagyon nagyok a tisztasági követelményei. A módszer alkalmas arra, hogy kristály rétegek pontos kötési viszonyait, az atomok elhelyezkedését kiderítse. GaAs és GaAs felületi viszonyait tanulmányozta Mac Ras és Gobeli /103,104/. A lassu elektron diffrakciós mérések nagy része, felületek adszorpció tulajdonságainak, vagy a fent említett felületi szerkezeti tulajdonságok vizsgálatára irányul. Meg kell azonban említeni, hogy a módszer még meglehetősen új, lehetőségei még nincsenek kihasználva. Batkin és Madix /105/ germánium felületét vizsgálták oxigénnel való marás közben és megállapították a marással kialakult kristály síkokat.

Ugyancsak oxigén hatását vizsgálták a módszerrel, szilícium és germánium felületen /Lander és Morrison /108/, és megállapították, hogy /100/ lapokon /111/ lapok által határolt marási gödörök keletkeznek.

3.6 /Scanning/ Letapogató elektronmikroszkópia

A módszer kezdeti kifejlesztése McMullan nevéhez fűződik, majd részleteiben Oatley, Nixon és Fesse munkássága nyomán került a nyilvánosságra /36a/. A módszer lényege a következő. Nagyon finom elektronsugarat bocsátanak a vizsgálandó felületre. A sugár átmérője néhány száz Å, az alkalmazott feszültség 10-40 kV és az áram 10^{-10} - 10^{-12} amp. Az elektronsugár olyan szögben esik a vizsgált felületre, hogy a szórt sugarak a lehető legjobb hatásokkal kerüljenek a kollektorba. A módszer alkalmazása csak az utóbbi években fejlődött megfelelő színvonalra, amióta sikerült olyan berendezéseket létrehozni, melyeknél a jel/zaj viszony kiértékelhető képek létrehozását biztosítják.

A ma használatos berendezéseken jó felvételeket készítenek felületekről, roncsolás nélkül 5000 x-es nagyításban is. A módszer azért is kényelmes, mert csak a felületet reprodukálja és nem jár nehézkes előkészítési munkákkal.

A módszer szilárdtest vizsgálatokra ma még nem nagyon terjedt el, Czaja és Patel /36/ alkalmazták foszforral diffuncáltatott szilícium vizsgálatára és szilíciumban létrehozott diszlokációk megfigyelésére. Az elektronsugaras letapogatás másik módja a lassu elektronsugaras letapogatás az 1-500 V-os tartományban. Ebben az esetben a lassu elektronok reflexiója, vagy szekundér emissziója adja a vizsgált felület egyes pontjaira vonatkozó információt. A felvételek alapján ki lehet értékelni a felületi tulajdonságokat pontról-pontra a kilépési munka értékének változása alapján. G.A.Haas és R.E.Thomas /116/ különböző fémek felületét térképezték fel ezzel a módszerrel és sikerült a felvételeknél néhány mikronos felbontást elérni. Ez a felbontóképesség a kisenergiájú elektronok esetében nagyon jó eredmény.

Az EIVRT jelenleg előtanulmányokat végez a módszer alkalmazásával kapcsolatban és a Távközlési Kutató Intézetben létrehozta ilyen berendezést. Vidikonos üzemmódban kb. 30 μ képfelbontást sikerült elérniük. /Barla Endre személyes közlése/.

3.7 Infravörös mikroszkópia

A transzmissziós infravörös mikroszkóp alkalmas arra, hogy megfelelő körülmények között félvezető rétegeket is átvilágítsanak és ezekben a rétegekben hibák kialakulását vizsgálják.

Deutschbein és Bernard /115/ germánium és szilícium szeleteken diszlokációk kialakulását tanulmányozták. A kristályhibákat úgy tették észlelhetővé, hogy alkalmasan megválasztott fémet diffundáltattak a kristályba. A diffúzióra kiválasztott fémmel szemben az alábbi követelményeket támasztották: 1/ az alkalmazott hullámhosszon jelentős abszorpcióval kell rendelkeznie, 2/ magas hőmérsékleten jól, alacsony hőmérsékleten rosszul kell oldódnia a vizsgálandó kristályban, 3/ a vizsgálandó kristályban jól kell diffundálnia.

Ilyen módon a szerzők mechanikai deformáció útján előálló diszlokációkat vizsgáltak.

4. Következtetések

A tanulmány célja az epitaxiális félvezető, elsősorban szilícium és germánium rétegekben keletkező kristályhibákra vonatkozó irodalom áttekintése. A téma időszerűségét bizonyítja az a tény, hogy ebben a tárgykörben a közlemények jelentős része az elmúlt 3-4 évben jelent meg.

A meglehetősen szerteágazó irodalmi anyagból általános következtetesként le lehet vonni azt, hogy a hibák nagy része a szubsztát-réteg összenövési felületen keletkezik.

A különböző szerzők véleménye abban megegyezik, hogy a legjellegzetesebb hibák, tehát az illeszkedési hibák és a kinövő untripiramisok keletkezése az epitaxiális réteg növekedésének első fázisában történik. A hibák keletkezésének okait vizsgálva, a nézetek sok esetben különbözőek. A hibák keletkezéséért felelős lehet a szubsztrát, a növesztés körülményeivel előidézett szennyezések, a nyersanyagok, a hőkezelés stb. A vizsgálatok minden esetben adott berendezésben és adott technológiai eljárás mellett történnek és így természetes, hogy a keletkező hibák és azoknak kiküszöbölése más és más technológiai paraméterek változtatásával befolyásolható. A probléma annyira sokoldalú, hogy végleges tisztázása csak a fizikai és kémiai vizsgálatok egyidejű alkalmazásával volna lehetséges. E vizsgálatok alkalmazása növesztés közben nagyon sok nehézségbe ütközik, sok esetben lehetetlen.

A kérdéssel foglalkozó munkák közül kiemelkedik S. Mendelson munkássága, aki saját vizsgálatait és a rendelkezésre álló irodalom felhasználásával elméletileg is valószínű modellhez jutott a hibák keletkezésének magyarázatára.

Az epitaxiális rétegek hibáit, mint már említettük, számtalan tényező befolyásolhatja. Az alapvető tisztasági követelményeken kívül, sok olyan hibalehetőség van, amelyeket előzetes, vagy a már kialakult rétegen történő mérésekkel is követhetünk. Az alábbiakban összefoglaljuk azokat a fizikai és kémiai tényezőket, melyek - az irodalmi tanulmányból levonható következtetésként - a hibák keletkezéséért felelhetnek. Egyben összefoglaljuk azokat a vizsgálati módszereket, melyek ezeknek a tényezőknek tanulmányozásához alkalmas információkat nyújthatnak.

4.1 Mivel a hibák kialakulása a réteg növekedésének első fázisában történik, a szubsztrát felülete döntő szerepet játszik a folyamatban. A szubsztrát felületén még gondos tisztítás után is gyakran fordul elő, hogy valamilyen adszorbeált szennyezés, vagy oxidnyom okoz hibaképződést. Ehhez hasonló hatást vált ki az is, ha a felületen egyenetlenségek, marási hibák vannak. A hibák számát lényegesen csökkenteni lehet a felület előkészítésével. A növesztés előtti "in situ" marás szilícium és germánium esetén jól bevált.

4.2 A felületi egyenetlenségek és kristálysérülések a kezdeti magképződés mechanizmusát befolyásolják. A kezdeti magképződés ezért sok, egyébként nem indikálható tulajdonságot mintegy "előhív". Az előhívás jelezheti azokat a kitüntetett helyeket, melyeken a magképződés megindul és jelölheti azt is, hogy ezek a keletkezett magok kristályorientációban hogyan követik a szubsztrátot. Ezeknek a kérdéseknek vizsgálatára a lassu elektrondiffrakció, mint vizsgálati módszer alkalmazható. A lassu elektrondiffrakciós vizsgálatok a berendezés konstrukciója folytán ultranagyvákumban történő párolgtatással felvitt rétegek kezdeti magképződésénél adhat felvilágosításokat.

4.3 A szubsztrát tartalmazhat olyan hibaforrásokat, melyek nem távolíthatók el a leggondosabb előkészítéssel sem. A kristályban előálló feszültségek, akár az előzetes mechanikai megmunkálás, akár a hőkezelés következményeként, irányítják a réteg növekedését és következésképpen hibákat okoznak. Itt elsősorban a tripiramis képződés veszélye áll fenn. A szubsztrátban lévő feszültségek vizsgálatára több módszert lehet alkalmazni. Az infravörös mikroszkópia és a röntgentopográfias módszerek jönnek itt elsősorban számításba. A röntgentopográfia lehetőségei ma még nincsenek teljesen kihasználva, e téren a kutatások széles körben folynak.

4.4 A szubsztrátok felületén - különösen erősen dopolt anyagok esetében számolni lehet azzal, hogy az adalék-anyagok lokálisan feldusulnak, szigeteket képeznek. Ilyen esetekben a növesztési folyamat alatt ezeken a helyeken mikroötvezetek keletkezhetnek és hibás kristálynövekedés indulhat meg. A lokális feldusulás vizsgálatára alkalmazni lehet az ismert autoradiográfiás módszereket. Ilyen feldusulások esetén figyelembe vehetjük azt, hogy a kilépési munka és a szekunder emissziós tényező megváltozik. A kilépési munka és szekunder emissziós tényező változásait kisenergiájú letapogató mikroszkópiával követhetjük. Ezen a területen ez a módszer ugyancsak új és még kutatási munkát igényel.

4.5 Az epitaxiális rétegek hibáinak vizsgálatánál természetesen nagy jelentősége van azoknak a módszereknek, melyeket egyéb hibavizsgálatok esetén már évek óta eredményesen használnak. Ide tartoznak a különböző marási eljárások, nagyenergiájú elektronmikroszkópos mérések stb. A diffrakciós mérések nélkülözhetetlenek a rétegek minősítésénél és a hibák kimutatására és minősítésére a Moiré technikában is vannak még lehetőségek.

A vizsgálati módszerek problémája abban van, hogy ezen módszerek közül kevés alkalmazható közvetlenül a növesztés folyamata alatt és a növesztés előtt, illetve után mért adatokat csak bizonyos megfontolásokkal lehet mérvadónak tekinteni. Maga a növesztési eljárás sok olyan változást okozhat a szubsztrátban és a kialakuló rétegben, melyeknek csak összesített végeredményét észleljük.

I r o d a l o m

1. T.B.Light
AIME Conf. on Met. of Semicond. Mat. 15 137
/Interscience, New York, 1962/.
2. O.Haase
AIME Conf. on Met. of Semicond. Mat. 15 157
/Interscience, New York, 1962/
3. T.Arizumi
Jap.J.Appl.Phys. 2 /1963/ 143
4. G.Booker-R.Stickler
J.Appl.Phys. 33 /1962/ 3281
5. R.H.Finch-H.J.Queisser
J.Appl.Phys. 34 /1963/ 406
6. H.J.Queisser-R.H.Finch
J.Appl.Phys. 33 /1962/ 1536
7. J.M.Charing-B.A.Joyce
Phil.Mag. 7 /1962/ 1847
8. T.L.Chu-J.R.Gavaler
J.Electrochem.Soc. 110 /1963/ 388
9. F.Reizman-H.Basseches
AIME Conf. on Met. of Semicond. Mat. 15 87
/Interscience New York, 1962/
10. M.Tabayashi
Jap.J.Appl.Phys. 1 /1962/ 22
11. S.K.Tung
AIME Conf. on Met. of Smicond. Mat. 15 169
/Interscience New York, 1962/
12. N.Holonyak
AIME Conf. on Met. of Elemental and Comp.Semicond. 12, 81
/Interscience New York, 1961/
13. S.Nielson-G.J.Rich
Microelectron and Reliability 3 /1964/ 233

14. S.Nielsen-G.J.Rich
Microelectron and Reliability 3 /1964/ 165
15. S.Nielsen-G.J.Rich
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 3360
16. Structure and Properties of Thin Films ed.C.A.Neugebauer
New York Wiley, 1959.
17. Single Crystal Films M.H.Francombe-H.Sato Pergamon Press
Oxford, 1963.
18. J.W. Matthews
Phil.Mag. 6 /1961/ 1347
19. A.R.Riben
J.Electrochem.Soc. 113 /1966/ 246
20. G.H.Schwuttke
J.Appl.Phys. 33 /1962/ 1538
21. S.Mendelson
Single Crystal Films ed. M.H.Francombe-H.Sato Pergamon 251
22. M.S.Abrahams-C.J.Buiocchi
J.Phys.Chem.Solids 28 /1967/ 927
23. R.Stickler-G.Booker
Phil.Mag. 8 /1963/ 859
24. R.J.Jaccodine
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 2811
25. R.J.Jaccodine Appl.Phys. Letters 2 /1963/ 201
26. J.Silcox-P.Hirsch
Phil.Mag. 4 /1959/ 72
27. G.R.Booker-L.M.Brown
Phil.Mag. 11 /1965/ 1315
28. S.Mendelson
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 2525
S.Mendelson Mater.Sci.Eng. 1 /1966/ 42

29. G.R.Booker
J.Appl.Phys. 37 /1966/ 441
30. S.Mendelson
Surface Sci. 6 /1967/ 233
31. S.K.Tung
Metallurgy of Semicond. Mat., Metallurgical Soc.Conf.
15./ 87
32. T.L.Chu-J.R.Gavaler
Metallurgy of Adv. Electronic Mat., Metallurg.Soc.Conf.19/1963/
209.
33. T.L.Chu-J.R.Gavaler
Philos Mag. 9 /1964/ 993
34. D.P.Miller-S.B.Watelski-C.R.Moore
J.Appl. Phys. 34 /1963/ 2813
35. B.A. Unvala-G.R.Booker
Phil.Mag. 9 /1964/ 691
36. W.Czaja-J.R.Patel
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 1476
- 36/a. C.W.Oatley, et.a.:
J.Electron,Control II. 6 /1957/ 568
37. Single Crystal Films M.H.Francombe-H.Sato Pergamon Press
Oxford, 1963.
38. G.R.Booker
Phil.Mag. 11 /1965/ 1007
39. S.Iida-Y.Sugita
Appl. Phys. Letters 8 /1966/ 77
40. A.J.Melmed
J.Appl.Phys. 34 /1963/ 3328
41. B.W.DeBlois
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 1647

42. H.Holloway-L.C.Bobb
J.Appl.Phys. 38 /1967/ 2893
43. D.Effer
J.Electrochem. Soc. 112 /1965/ 1020
44. R.E.Ewing-P.E.Green
J.Electrochem.Soc. 111 /1964/ 1266
45. G.E.Gottlieb
J.Electrochem.Soc. 112 /1965/ 192
46. C.M.Wolfe-C.J.Nuese-N.Holonyak
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 3790
47. J.Amick
RCA Rev. 24 /1963/ 555
48. F.Pizzarello
J.Electrochem.Soc. 110 /1963/ 1059
49. B.D.Joyce-J.B.Mullin
Solid-State Commun. 4 /1966/ 463
50. L.C.Bobb-H.Holloway-K.H.Maxwell-E.Zimmerman
J.Phys.Chem.Solids 27 /1966/ 1679
51. L.C.Bobb-H.Holloway-K.H.Maxwell-E.Zimmerman
J.Appl.Phys. 37 /1966/ 4687
52. J.K.Howard-P.D.Dobrott
J.Electrochem. Soc. 113 /1966/ 567
53. E.I.Givargizov
FTT 6 /1964/ 1415
54. G.L.Pearson-R.G.Treuting
Acta Cryst. 11 /1958/ 397
55. C.H.L.Goodman
Solid State Electronics 3 /1961/ 72
56. D.W.Pashley
Metallurgy of Advanced El.Mat. /AIME Met.Soc.Conf./ 19
/Interscience New York 1963/ 175

57. D.W.Pashley
Thin Films /Am.Soc.Metals, Cleveland, Ohio /1964/ 59
58. J.W.Matthews
Appl. Phys. Letters 7 /1965/ 131
59. G.R.Booker-B.A.Unvala
Phil.Mag. 11 /1965/ 11
60. R.W.Bicknell
Phil.Mag. 9 /1964/ 965
61. J.J.Grossman
J.Electrochem.Soc. 110 /1963/ 1065
62. C.O.Thomas-P.Kahng-R.C.Manx
J.Electrochem.Soc. 109 /1962/ 1
63. P.Kahng-C.O.Thomas-R.C.Manx
J.Electrochem.Soc. 110 /1963/ 394
64. A.S. Grove-A.Roder-C.T.Sah
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 802
65. B.A.Joyce-J.C.Weaver-D.J.Maule
J.Electrochem.Soc. 112 /1965/ 1100
66. J.L.Porter-R.G.Wolfson
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 2746
67. D.J.Dumin
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 2700
68. D.J.Dumin
J.Electrochem.Soc. 114 /1967/ 749
69. R.Glang-R.A.Holmwood-R.L.Rosenfeld
Rev.Sci.Instr. 36 /1965/ 7
70. J.W.Cahn-R.E.Hanneman
Surface Sci. 1 /1964/ 387
71. V.Budo-J.Priest
Solid.State Electronics 6 /1963/ 159

72. B.W.Sloope-C.O.Tiller
J.Appl.Phys. 38 /1967/ 140
73. D.J.Dumin
J.Appl.Phys. 38 /1967/ 1909
74. D.J.Dumin-P.H.Robinson
J.Electrochem.Soc. 113 /1966/ 469
75. R.L.Nolder-D.J.Klein-D.H.Forber
J.Appl.Phys. 36 /1965/ 3444
76. D.E.Bradley
Brit.J.Appl.Phys. 5 /1954/ 65
77. M.J.Whelan-P.B.Horsch
Phil.Mag. 2 /1957/ 1121
Phil.Mag. 2 /1957/ 1303
78. D.W.Pashley-M.J.Stowell
Phil.Mag. 8 /1963/ 1603
79. H.Hashimoto-M.Mannami-T.Taiki
Phil.Trans.Roy.Soc. A253 /1961/ 459
80. D.W.Pashley-J.W.Menter-G.A.Bassett
Nature 179 /1957/ 752
81. R.Gevers
Phil.Mag. 7 /1962/ 1681
82. H.Hashimoto-R.Uyeda
Acta Cryst. 10 /1957/ 143
83. G.A.Bassett-J.W.Menter-D.W.Pashley
Proc.Roy.Soc. A246 /1958/ 345
84. P.B.Hirsch-R.W.Horne-M.J.Whelan
Phil.Mag. 1 /1956/ 677
85. P.B.Hirsch-A.Howie-M.J.Whelan
Phil.Trans.Roy.Soc. A252 /1960/ 499

86. P.B.Hirsch-A.Howie-M.J.Whelan
Proc 4th Intern.Conf.on Electron.Micr. Berlin /1958/
1 /1960/ 527
87. W.Bollmann
Phys.Rev. 103 /1956/ 1588
88. G.Gearch.B.A.Irving-R.Philips
Research /London/ 10 /1957/ 10
89. J.Hornstra
Phys.Chem.Solids 5 /1958/ 129
90. P.Hassen-A.Seeger
"Halbleiterprobleme" Vol.IV. 68 Vierweg Braunschweig, 1958
91. R.Gevers
Phys.Stat.Sol. 3 /1963/ 2289
92. M.H.Jacobs-D.W.Pashley-M.J.Stowell
Phil.Mag. 13 /1966/ 129
93. T.Naiki
J.Phys.Soc.Japan 17 /1962/ 145
94. H.Holloway
/The Use of Thin Films in Physical Investigations"
Ed.J.G.Anderson Academic Press 120 /1966/
95. I.S.Meieran
J.Electrochem.Soc. 114 /1967/ 293
96. H.Holloway-L.C.Bobb
J.Appl.Phys. 38 /1967/ 2711
97. H.Holloway-K.Wollmann-A.S.Joseph
Phil.Mag. 11 /1965/ 263
98. W.C.Dash
"Dislocations and Mechanical Properties of Crystals"
Ed.J.C.Fischer, Willey 1957. 57
99. W.C.Dash
J.Appl.Phys. 27 /1956/ 1193

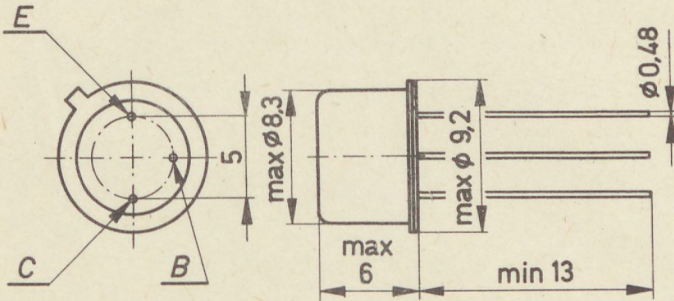
100. R.Bullough-R.C.Newman-J.Wakefield-J.B.Willis
J.Appl.Phys. 31 /1960/ 707
101. B.Schwartz
J.Electrochem.Soc. 114 /1967/ 285
102. W.W.Tyler-W.C.Dash
J.Appl.Phys. 28 /1957/ 1221
103. A.V.MacRae-G.W.Goblis
J.Appl.Phys. 35 /1964/ 1629
104. A.V.MacRae
Surface Sci 4 /1966/ 247
105. Norton T.Batkin-R.T.Madix
Surface Sci. 7 /1967/ 109
106. D.B.Holt
J.Phys.Chem.Solids 27 /1966/ 1013
107. G.R.Booker-P.M.Hazzledine
Philis.Mag. 15 /1967/ 523
108. J.J.Lander-J.Morrison
J.Appl.Phys. 34 /1964/ 1411
109. S.Mendelson
Acta Met. 13 /1965/ 555
110. G.A.Bassett
Phil.Mag. 3 /1958/ 1042
Nature 198 /1963/ 468
111. C.T.Forwood-A.J.Forty
Phil.Mag. 11 /1965/ 1067
112. D.McMullan
Proc.Inst.Electr.Engnrs /London/ B.100 /1953/ 245
113. C.W.Oatley-W.C.Nixon-R.F.W.Pease
Adv.Electronics.Electron Physics 21 /1965/ 181

114. Szántó I. MFKI Közl. 1968 R-1
115. O.Deutschbein-M.Bernard
Solid-State Physics in Electr. and Telecomm.
Academic Press Inc./London/ 117 /1958/
116. G.A.Haas-R.E.Thomas
Surf.Sci. 4 /1966/ 64
117. Bajor György
Infravörös mikroszkóp kifejlesztése TKI tanulmány, 1967.

TUNGSRAM



SILICON
NPN
PLANAR
TRANSISTORS



BF 177 npn silicon planar epitaxial transistor for use in the video power stage of black and white TV-receivers with small picture tube, or as reference oscillator in colour TV-receivers

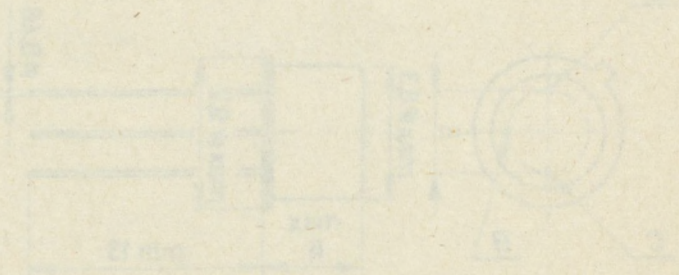
BF 178 npn silicon planar epitaxial transistor for use in the video power stage of black and white TV-receivers

BFY 33 npn double-diffused silicon planar transistor

BFY 34 npn double-diffused silicon planar transistor

TUNGSRAM

TRANSISTORS
RUMAR
MFM
SINCON



36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100

TUNGSRAM

