346.275

A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA MÜSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETÉNEK



# KÖZLEMÉNYEI

R-4



# A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA MŮSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET

## KÖZLEMÉNYEI

R - 4.

Félvezetők rácshibáinak láthatóvátétele röntgendiffrakciós -topográfiával. //

Összeállitotta:

19 14

1200

Dr. Szántó István a müszaki tudományok kandidátusa.

Budapest 1971,

A munka az Egyesült Izzólámpa és Villamossági Rt. megrendelésére készült 1970-ben.

> MACYAR MIDOMÁNYOS AKADÉMIA KÖNYVTÁRA

Felelős kiadó: Szigeti György akadémikus, igazgató. Müszaki szerkesztő: Gomperz Istvánné. VÁTI-rota 70289. Dr. SZÁNTÓ ISTVÁN kandidátus, tudományos osztályvezető emlékének szentelik a tanulmányt munkatársai. Ezen a tanulmányon dolgozott, amikor elragadta tőlünk a halál. Az Ő elképzeléseit és elgondolásait váltottuk valóra, amikor ezt az irodalmi összefoglaló tanulmányt befejeztük. Ez a tanulmány minden bizonnyal szakavatottabb kezekből látott volna napvilágot, ha SZÁNTÓ TANÁR UR élne és dolgozna, bár mi mindent megtettünk annak érdekében, hogy az Ő szellemében fejezzük be a munkát.

II.

108



#### Összefoglalás

A jobb és megbizhatóbb félvezetőeszközök előállítása érdekében fokozódik az igény a rácshibáknak és kölcsönhatásaiknak tüzetesebb vizsgálatára.

A röntgendiffrakciós módszerek lehetővé teszik a félvezető eszközökben keletkezett rácshibák roncsolásmentes vizsgálatát.

A tanulmány bevezető részében áttekintjük a Si kristályok jellegzetes rácshibáit, melyek a planár technológia egyes lépései közben keletkeznek. A továbbiakban a gyártásellenőrzés igényeivel foglalkozunk; ismertetjük azokat a topográfiás módszereket, melyekkel a felvételi idő néhány percre osökkenthető. Megállapitjuk, hogy a gyorsabb expozicióért a felbontóképesség területén kell kisebb engedményeket tenni.

A laboratóriumi mérésekre alkalmas többkristályos diffraktométeres és topográfiás módszerek lehetővé teszik a rácsparaméterek 10<sup>-8</sup> -10<sup>-9</sup> nagyságrendű relativ eltéréseinek mérését, illetve kimutatását. Az ilyen fokozott hibaérzékenységü technikák az adalékanyagok beépülésének vizsgálatára alkalmasak.

A modern félvezető eszközök a hordozó kristály felületéhez közel helyezkednek el. Ezt figyelembevéve részletesen foglalkoztunk a felületi hártyák szelektiv vizsgálatát lehetővé tevő "reflexiós" topográfiával. A módszertani kérdések tárgyalása után beszámolunk a Sylvania-félvezetőgyárban végzett reflexiós topográfiás vizsgálatokról.

A diffraktométeres vizsgálatok közül a Si kristály bór diffuziójának kétkristályos mérését ismertetjük, amellyel bizonyos korlátok között meghatározható a felületi adalékkoncentráció és az átmenet mélysége.

A függelékben röviden összefoglaljuk a topográfiás mérési módszereket és a hibakontraszt kialakulását.



#### 1. Attekintés

A röntgendiffrakciós anyag vizsgálati módszereket a félvezető kutatásban és gyártásban már az első kezdeti lépésekkel egyidőben alkalmazták. Eleinte csak a kristályok orientációjának ellenőrzését, majd a félvezető technológia fejlődésével egyre bonyolultabb, igényesebb feladatokat oldottak meg röntgendiffrakciós uton.

Ma már több gyárban eredményesen alkalmazzák a röntgentopográfiás módszert a gyártásfolyamatok rutinszerü ellenőrzésére és évente 40-50 dolgozat lát napvilágot, amelyek a röntgendiffrakciós vizsgálatok félvezetős vonatkozásáról számolnak be.

# A félvezető kristályoknak milyen tulajdonságait tanulmányozhatjuk röntgendiffrakcióval?

a./ A diffrakciós módszerek segitségével meghatározhatjuk a <u>kristályráos szerkezetét</u>, az elemi cella <u>méreteit</u> és a kristály <u>szimmetria</u> tulajdonságait.
Tekintettel azonban arra, hogy a félvezető eszközök gyártására használatos kristályok szerkezete általában jól ismert, a feladatok elsősorban a rácsban bekövetkező kismértékü torzulásokkal, illetve a rácsméretekben fellépő néhány tizezrelék nagyságrendü változásokkal kapcsolatosak. Adott hőmérsékleten az elemi cella torzulásaiért elsősorban a nagyobb koncentrációban beépülő <u>adalékatomok</u> felelősek.

Az idegen atomok okozta rácsparaméter eltolódás, a "misfit" növekedésével csökken a kristálytökéletesség. A preciziós rácsparaméter mérésekre tehát az idegen atomokat beépitő dopolási és diffuziós folyamatoknál van szükség.

b./ A diffrakciós módszerek segitségével érzékelhetjük a rácssikoknak a kristály makroszkópikus határoló lapjaihoz

> MAGYAR -SUDOMÁNYOS AKADÉMIS KÖNYVTÁRA -

viszonyitott helyzetét, vagyis a kristályöntecs vagy lapka kristálytani <u>orientációját.</u> Felismerhetjük a kristály esetleges <u>ikresedését</u>, a kristályban előforduló nagy és kisszögü <u>szemcsehatárokat.</u> /A félvezető iparban az orientációval kapcsolatos kérdések a kristálylapkák darabolásánál és a kristályok növekedésével kapcsolatban jelentkeznek./

c./ A diffraktált nyaláb <u>intenzitásában</u>, a <u>reflexió szögében</u> bekövetkező változások alapján a rácssikok tökéletességére, vagyis a kristály <u>hibaszerkezetére</u> következtethetünk. Tanulmányunkban elsősorban az ilyen jellegű vizsgálatokkal foglalkozunk, hiszen a félvezető eszközök gyártásának valamennyi technológiai lépése közben kisebb-nagyobb mértékben romlik a kristály tökéletessége. A kristályban kialakult lokális rendezettlenségek kedvezőtlen esetben meghiusithatják az egész költséges gyártási folyamat eredményét!

# A röntgendiffrakciós módszerek közül melyeket alkalmazhatjuk sikerrel a félvezető kutatásban, melyeket a gyártásban?

Ha a kérdésre választ kivánunk adni, meg kell kisérelnünk a több tucat röntgendiffrakciós vizsgálati módszert rendszerbe foglalni. A rendszerezés egyik lehetősége, ha a diffraktált nyaláb által hordozott <u>információk eredetét</u> veszszük figyelembe. A módszereket ezen az alapon két főbb csoportba sorolhatjuk, aszerint, hogy az értesülések a makroszkópikus méretü egykristály <u>átlagos</u> hibaszerkezetére vonatkoznak-e /ilyen jellegüek a diffraktométeres technikák/, vagy pedig a kristály <u>hibaelosztásáról</u> adnak számot /topográfiás módszerek/.

A <u>diffraktometria</u> az érzékelő szerve viszonylag nagy aktiv felületü sugárdetektor, tehát általuk csak a kristály nagyobb térfogatrészének <u>átlagos</u> minőségéről kapunk felvilágositást. A diffraktogram matematikailag kiértékelhető, és lehetővé teszi, hogy a vizsgált kristálytérfogat minőségét kvantitative értékeljük.

A <u>topográfiás technikák</u> a kristály háromdimenziós hibaeloszlásának kétdimenziós "<u>hibatérképét</u>" állitjak elő, vagyis a rácshibákat egyedileg vehetjük szemügyre. A diffraktált nyaláb finomszemcsés rotoemulzióra esik, vagy az intenzitáseloszlást elektronikus eszközökkel /pl. vidikon -TV-lánc/ tesszük láthatóvá. A topográfiás kép felbontását az érzékelő szerv és a diffrakciós elrendezés korlátozza.

A diffraktometria és a topográfia között természetesen nem létezhet éles választóvonal, hiszen a diffraktométerekkel is tanulmányozhatunk kisméretű kristálytérfogatokat /néhány mm<sup>3</sup>/ és a topográfiás eljárások is csak véges /2-5 µm/ geometriai felbontással rendelkeznek.

# <u>A két módszer nem helyettesitheti, hanem csak kiegé-</u> szitheti egymást!

Mi a helyzet félvezető kutatás és gyártás területén a diffraktometria és a topográfia <u>alkalmazási</u> lehetőségeivel kapcsolatban?

Ha a <u>technológusoktól</u> érdeklődnénk, hogy számukra melyik eljárás kedvezőbb, nyilván a diffraktometriára szavaznának, hiszen igen előnyös, ha egy kristálylapka <u>egyetlen</u> számadattal minősithető, illetve minőségileg besorolható.

Nem feledkezhetünk meg azonban arról, hogy a félvezető eszközök, illetve azok csirái a kristálylemezeket nagy számban, térképszerüen népesitik be. Mindaddig, mig az eszközök méretei nagyobbak, mint a topográfia 2-5 /um-es felbontóképessége, addig a topográfia jelenleg az egyedüli roncsolásmentes módszer, mellyel egyedileg meghatározhatjuk az eszközök hibaszerkezetét, illetve prognozist adhatunk a várható eszköz-kihozatal mértékéről.

A szeletről készült hibatérképet – topogramot – összehasonlitva egy "megfelelő" technológiáról készült felvétellel, az egyezés vagy eltérés alapján véleményt mondhatunk az illető gyártásfolyamat "minőségéről".

A hibatérképet számszerü értékelésre nem, vagy csak nehezen használhatjuk, elsősorban a <u>tapasztalatra</u> támaszkodó "jó" vagy "selejt" minősitést adhatunk.

A <u>kutatás</u> területén a topográfiás és diffraktometriás eredményeket együttesen analizálva felderithetjük az észlelt rácshibák szerkezeti tulajdonságait, következtethetünk az őket kiváltó okokra és javaslatot tehetünk a hibák megszüntetése érdekében.

A röntgendiffrakciós módszerek igen fontos jellemzője a <u>hibaérzékenység</u>, vagyis a még kimutatható legkisebb rácstorzulás mértéke. Mivel a használatos egykristályok igen gyakran megközelitik az ideális szerkezetet, különlegesen érzékeny eljárásokat dolgoztak ki. Rendelkezésre állnak olyan mérési eljárások, melyekkel a rácsparaméterek 10<sup>-9</sup> nagyságrendű relativ eltéréseit, vagy szögmásodperc nagyságrendű torzulásait is érzékelhetjűk.

A fokozott hibaérzékenység azonban osak preciziós mérésekkel érhető el, tehát a hibaérzékenység jellemző egyuttal arra is, hogy egy bizonyos eljárás laboratóriumi vagy üzemi mérésekre alkalmasabb-e. A szokásos "<u>egykristályos</u>" módszerek, vagyis ha a diffrakoiót csak a mérendő kristályon hozzůk létre, elsősorban gyors, rutinjellegű mérésekre nyujtanak lehetőséget.

A <u>két vagy több-kristályos</u> módszerek főként preciziós, laboratóriumi méréseket tesznek lehetővé. A fokozott érzé-

- 4 -

kenységet az egy vagy több hibátlan szerkezetű "analizátor" kristály segitségével érjük el. Az analizátor kristályról kiinduló diffraktált nyaláb megközelitőleg párhuzamos, monokromatikus. Ha ilyen "tökéletes" nyalábot vetitünk a mintául szolgáló második kristályra, a másodszori diffrakció csak a pontos Bragg-szög alatt jön létre és a mérés pontosságának csak a karakterisztikus vonalak spektrális eloszlása, és a kristályok hőmérsékletingadozása állit korlátot.

Bár a két jelenség fizikailag eltérő, de kézenfekvő a hasonlat a lasersugárral és a szokásos fényforrásokkal végrehajtott optikai mérések, valamint az egy, illetve többkristályos diffrakciós mérések <u>lehetőségei</u> között.

# Beváltak-e a röntgendiffrakciós módszerek a félvezető kutatásban, gyártásban?

A kérdésre jelen tanulmányunkban oly módon kivánunk választ adni, hogy bemutatjuk a röntgendiffrakcióval megoldható feladatokat, és ismertetjük a módszer legujabb fejlődési irányait.

Hogy miképp vélekednek erről a kérdésről külföldi félvezető-eszköz gyárak kutatói és technológusai arra jellemző, hogy ma már szinte kivétel nélkül alkalmazzák a /költséges!/ diffrakciós módszereket a gyári laboratóriumaikban /l/, továbbá az IBM-nél /4, 5, 67 a Sylvanianál [2], és a G.T.E.nél [7] a röntgendiffrakciós topográfiát bevették a gyártás <u>rutinszerü</u> ellenőrző vizsgálatai közé. A topográfia iránti növekvő érdeklődésre utal az a tény, hogy a piacon az elmult négy éven belül szinte egyidejüleg jelentek meg szovjet, japán, amerikai, francia gyártmányu topográfiás kamrák.

#### 2. Félvezető eszközök szerkezeti hibái.

Ismeretes, hogy a rácshibák a tiltott sávon belüli energiaszintek eltolódását hozhatják létre, és alapvetően befolyásolják a kristály elektromos tulajdonságát, beleértve a kisebbségi töltés-hordozók élettartamát is. A hibák hátrányosan módositják az eszközök működési stabilitását, élettartamát és a dopoló anyagok egyenletes diffuzióját.

A fenti meggondolások fényénél nagy fontosságuvá válik a félvezető anyagokban található rácshibák jellemzése és azok keletkezési okainak megértése.

#### A rácshibák és a félvezető kristályok előállitása.

A félvezető kristályok sohasem teljesen tökéletes szerkezetűek. A kristályok legtöbbször diszlokációkat tartalmaznak, változásokat a dopoló anyagok koncentrációjában és bizonyos esetekben precipitációkat is.

Napjainkban azonban a kristálynövesztés technikája annyira kifinomodott, hogy akár teljesen diszlokációmentes anyag is előállitható.

A különlegesen nagy kristálytökéletesség a gyémántszerkezetű kristályrács előnyös tulajdonságaiból származik. A diszlokációk mozgási sebessége külső T feszültség hatására Si-ben a következő [8] :

# $v \sim \tau \exp / - \frac{Q}{KT} /$

ahol Q a diszlokáció hurok keletkezéséhez szükséges energia, kb. 2 eV. Mivel a mozgás közel viszkozus, a diszlokációnak miközben keresztülhatol a kristályrácson, jelentős potenciált kell legyőzni. Ez a mozgás a IV. csoportba tartozó félvezetőkben az egyéb anyagokhoz viszonyitva igen lassu.

Kis diszlokáció mozgékonyság igen lényeges tulajdonság a kristálytökéletesség szempontjából. Ha a mozgékonyság csekély, a diszlokációk sokszorozódása külső és belső feszültségek hatására csökken. A diszlokációmentes kristályok növesztésének kulcspontja ezért az elegendően gyors huzási sebesség az olvadékból, annak érdebében, hogy a kezdeti diszlokációk sokszorozódását a kristálynövekedés "megelőzze". A "gyors" huzás lényege a csira alatt elhelyezkedő "nyak" tartományában a Dash-féle diszlokációmentes kristálynövesztésnek [9].

A sziliciumnak egyéb előnyös tulajdonságai is vannak: a viszonylag nagy hővezetőképessége és csekély a hőlágulási együtthatója. <u>További kivételes előnye abból a kényelemből</u> ered, mely lehetővé teszi a diszlokációk és más rácsrendezetlenségek viszonylag egyszerű kimutatását és vizsgálatát [10].

Meglepőnek látszik azonban, hogy az eszközgyártás általában nem igényli a nagyon tökéletes kristályokat. A kisérletek ugyanis néhány évvel ezelőtt arra az eredményre vezettek, hogy diszlokációmentes anyagból sem készülnek jobb minőségü tranzisztorok vagy diódák, mint amelyeket mérsékelt diszlokációsürüségü Si-ből kaphatunk. A növekedés közben keletkezett diszlokációkat félvezetőkben meglepően ártalmatlannak találták; közvetlen hatásuk sokkal kisebb, mint azoké, amelyek a technológia közben keletkeztek [1] !

Időközben több olyan uj információhoz jutottunk, amely fényt vet ezekre a váratlan problémákra.

Arra a kérdésre, hogy miért nem eredményez jobb minőségü eszközt a diszlokációmentes anyag, ma már könnyü válaszolni: egyszerüen azért nem, mert miután az eszköz elkészült az anyag többé már nem mentes a diszlokációktól és más hibáktól. Egyetlen diszlokáció közvetlen hatása meglepően gyenge; másrészt tisztában kell lennünk azzal, hogy az egyetlen diszlokáció által okozott <u>indirekt</u> hatások az eszköz teljes tönkremeneteléhez vezethetnek. A diszlokációknál kialakult szabad kötések acceptor atomokhoz hasonlóan viselkedhetnek, megkisérlik egy elektron befogását; a diszlokációk emiatt járulékos vezetőképességet idézhetnek elő. Ez a növekedés hátrányos a záróirányban előfeszitett <u>p-n</u> átmenetnél, ahol megkivánjuk, hogy a visszáram a lehető legalacsonyabb értékre csökkenjen. Diszlokációk határozottan növelhetik a diódák visszáramát. Ezt közvetlenül még nem észlelték, csak más közvetett elektromos jelenségeket tapasztaltak, pl. nagy diszlokációsürüségnél csökkent a kisebbségi töltéshordozók élettartama. Nem lehetséges azonban, hogy ennek a hatásnak egyértelmű numerikus leirását adjuk, mivel ez nemcsak magától a diszlokációtól függ, hanem azoktól a szennyeződésektől is,amelyek a diszlokációt körülveszik.

COTTRELL szerint a diszlokációk <u>U</u> potenciállal vonzzák a ponthibákat [12]:

$$U = \frac{A}{r} \cdot sinc$$

ahol <u>r</u> és  $\alpha$  a polárkoordináták, <u>A</u> az  $\varepsilon$  "misfit"-től függő konstans. A misfit-et az idegen atomok ( $r_i$ ) és a mátrix ( $r_m$ ) ionos atomsugarával fejezhetjük ki:

$$\frac{r_i}{r_m} - 1 = \varepsilon$$

A szennyezőknek a diszlokációk iránti vonzása hihető, ha meggondoljuk, hogy a nagyobb méretü szennyező jobban illeszkedik a diszlokáció kitágult tartományaihoz, a kisebb szennyező pedig könnyebben helyezkedik el egy összenyomott zónában, mint a zavartalan rácsban. Ez a vonzási mechanizmus olyan effektusokhoz vezethet, amely károsithatja a félvezetők elektromos jellemzőit. Kettő pl. ezen hatások közül: a dopolók diffuziójának fokozódása és a szennyezők precipitációja.

QUEISSER, HUBNER, SHOCKLEY kimutatták, hogy idegen atomok, ideértve a donorokat, acceptorokat egyaránt gyorsabban diffundálnak éldiszlokációk mentén, mint a meg nem zavart anyagban [13]. Ezt három okra is visszavezethetjük.

Először: Vonzás lép fel, a diszlokációk és az idegen atomok között amely a diffundáló anyag koncentrációjának növekedésére vezet. Másodszor: A diszlokáció körül az üres rácshelyek száma emelkedhet. Ez a <u>vakancia-mechanizmus</u> fokozhatja a diffuzió sebességét.

Harmadszor: Csökken az ugrás folyamatához szükséges <u>aktivá-</u> <u>ciós energia</u> a diszlokációk a megváltozott környezete miatt.

Ezeket a magyarázatokat SHOCKLEY és munkatársai adták abból a célból, hogy leirják a diffuziót Si-ben a kisszögü szemcsehatárok és diszlokációk mentén.

A diszlokációk mentén található fokozott diffuzió szemléletes példáját mutatták be QUEISSER és munkatársai, akik szemcsehatárok mentén "dárda-alaku" diffuziós frontot észleltek [13]. Elszigetelt diszlokációk elvileg hasonló hatásokat adnak, de kevésbé kifejezetteket, mint amilyeneket a szemcsehatáron lehet látni.

A foszfor "emitter-diffuziójának" áttörése rövidzárlatot okoz az emitter és a kollektor zónák között, ezt eredményezheti egyetlen diszlokáció vonal; vagy kismértékü egyenlőtlenség a dopolásban, amely a lokalizált diszlokációk következménye. Nagyfrekvenciás tranzisztorok bázis rétegei egy mikronnál is vékonyabbak, világos, hogy a bázis nagyon érzékeny az egyenletes adalékeloszlására.

A dopolók egyenlőtlenségén kivül, a szennyező atmoszféráknak van egy második komoly következménye. A szennyezők, különösen a nehéz fémek, /pl. Cu, Au/ gyakran jelen vannak félvezető eszközökben. Ha ezek a fémek szilárd oldatban fordulnak elő, akkor viszonylag ártalmatlanok lehetnek. Ha azonban fémprecipitációk alakulnak ki a p-n átmenetekben, az drasztikus hibát eredményez. Az átmenetekben visszáramok lépnek fel, gyakran olyan mértékben, hogy az eszközt használhatatlanná teszik. A jelenséget a karakterisztika "lágyulásnak" hivják /"softness"/. GOETZBERGER és SHOCKLEY kimutatták, hogy ez a lágyság valójában a fém precipitátumokkal hozható korrelációba [14]. Precipitációk keletkezéséhez nukleációs centrumok szükségesek. A diszlokációk lehetővé teszik ilyen centrumok kialakulását. Ezért a lágyság, mint jelenség valószinűbben fordul elő az eszközök magasabb diszlokáció sürüségű helyein. Ezen állitás helyességét alátámasztotta QUEISSER, [13, 15] aki kisérleteket végzett diódák szemcsehatárain és ikerhatárokon is. A szekunder ikerhatárok Si-ban kedvező nukleációs helyeket képeznek a precipitátumok számára; diódák ilyen határokkal tulnyomó-részt lágyaknak bizonyultak, jóllehet ugyanezen szeleten belül a jó anyagból való diódák a kivánatos "kemény" visszáram-feszültség karakterisztikát mutatták.

# 3. A félvezetőgyártás ellenőrzése rtg. topogramok segitségével.

A topogramokon alapuló regisztrálás, a félvezető gyártás minden egyes technológiai lépcsője előtt és után, tekintélyes ismeretanyagra vezetett azoknak a röntgendiffrakciós jelenségeknek az alapján, amelyek összefüggésben vannak az anyag szerkezeti tulajdonságaival és az egyes gyártási fázisokkal [16, 18, 20]. Eredményes korrelációt dolgoztak ki a diffrakciós jelenségek és a félvezető átmenetekre jellemző kristályszerkezeti állapotok között. Ma már előre meg lehet állapitani az eszköz kezdeti állapotában azokat a hibákat, amelyeket a kristály-tökéletlenségek okozhatnak. Néhány errevonatkozó jellegzetes példát a következő fejezetekben mutatunk be.

#### A./ A kiinduló alapanyag vizsgálata.

A huzott kristály eredetileg sohasem teljesen egyenletes szennyezettségü. Szennyező koncentrációjában előforduló ingadozások lokális feszültségekre vezethetnek és he-

- 10 -

lyi ellenállás-változásokat idézhetnek elő. Miként azt GOETZBERGER és munkatársai kimutatták, az ilyen kristályból készült diódák sávos /"striated"/ fényemissziót mutatnak [21]. A felizzó területek szorosan kapcsolódnak azokhoz a zónákhoz, amelyeknek alaosony a letörési feszültsége.

Éldiszlokációk könnyen előidézhetők a Si-ban a szeletek hőkezelés előtti előkészitése révén, ha az nem az előirásoknak megfelelő. Ha a szelet kerülete mentén mechanikusan károsodott, a csorbulások környezetében diszlokációk képződnek. Nagy diszlokációsürüséget találtak ismétlődő hőkezelési oiklusok után is.

FAIRFIELD és SCHWUTTKE kimutatták, [19] hogy ezek a diszlokációk jelentősen osökkentik a diódavisszáram karakterisztika keménységét. A nem kárositott területekből kialakitott diódáknak mintegy 90 %-a megfelelően kemény, viszont azokon a területeken, ahol diszlokációk fordulnak elő, a diódáknak osak mintegy 20 %-a az.

A lágy diódák visszáramai látszólag inkább követnek egy  $\nabla^n$  tipusu összefüggést /ahol n > 2/, mint egy töréspontokkal rendelkező, egyenesekből összerakott függvényt. Miként erre rámutattunk a <u>lágyság a dióde aktiv zónájában végbeme-</u> nő fémes kiválásoknak tulajdonitható. Sok lágy dióda mikroplazma szerkezete arra utal, hogy jelentékeny szivárgási áram lép fel a diszlokációk menti különleges pontokban. Igy elfogadhatónak látszik az a feltevés, mely szerint a fémes precipitációk nukleációja a diszlokáció kenti specifikus pontokban megy végbe és a lavinaképződés szintje alatti feszültségek esetében is tul nagy szivárgási áramokat okoz, ahogyan ezt GOETZBERGER és SHOCKLEY ismertette [14].

# B. Epitaxiás réteg növesztése

A vizsgálatok nagy része arra vonatkozik, hogyan hatnak a kiindulási anyagban jelen lévő hibák a ránövesztett epitaxiás réteg minőségére. Azt találták, hogy egy n-tipusu szubsztrátumra növesztett n<sup>+</sup>-tipusu rétegen belül főleg rétegeződési hibák /stacking fault/ fordulnak elő. Kimutatták még röntgentopográfiát használva, hogy ezek a réteghibák "stairrod" tipusu parciális diszlokációkat tartalmaznak. Az ilyen "stair-rod" formátumot mutató diszlokációkról QUEISSER és GOETZBERGER megállapitották, hogy azok elektromosan aktivak [22]. A réteghiba-alakzat sarkai a nagyobb valószinüséggel előforduló letörések helyeinek tekinthetők. Logikusnak látszik, hogy a mikroplazmákat a lépcsőszerü diszlokáció alakzatokkal korrelációba hozzuk. E diszlokációknál viszont GOETZBERGER és SHOCKLEY elgondolása szerint a mikroplazmákat fémes precipitációk okozzák.

A röntgentopogramok feltárják a réteghibák és diszlokációk nagytömegü keletkezését a szelet éleit körülvevő zónában; ott, ahol a mechanikai károsodásokat nem távolitották el tökéletesen.

#### C. Termikus oxidáció

A planár tranzisztorok előállitásának első fázisa a termikus oxidáció. Korábbi megfigyelések azt állitják, hogy ezen folyamat közben szerkezeti hibák nem fejlődnek ki. Ma már azonban elismert tény, hogy a termikus oxidáció is előidézhet kristályhibákat [23]. A hibák részben mint rétegződési hibák és részben "stair-rod" alakzatu diszlokációk.

#### D. Diffuzió

Közismert, hogy a diffuziós folyamatok a korszerü Si eszközök gyártása folyamán a rácsszerkezetben diszlokációkat idézhetnek elő [24, 25]. Annak ellenére, hogy számosan kutatták már ezeket a problémákat, még mindig sok a megválaszolatlan kérdés a bór és foszfor Si-ban való diffundáltatása során keletkező diszlokációk kialakulásával kapcsolatban. Általános az a felfogás /bár nem bizonyitott/, hogy a diszlokációk a B és P atomok okozta kontrakciós feszültségeket csökkentik.

A feszültségek, torzulások ilyen feloldódásának meglepő eredményére utalnak azok az egyenletes diszlokációs alakzatok, amelyeket röntgendiffrakciós kopográfia segitségével ismertek fel és analizáltak [26]. Kimutatták, hogy az ilven diffuzió-okozta diszlokációk a kristálynak csak a diffuziónak kitett térfogatára terjednek ki. Nem találtak diszlokációkat az átmenet alatti területeken, miután az egész szelet térfogatára alkalmaztak teljes diffuziót és nem találtak diszlokációt a diffuziónak kitett térfogaton kivül sem, ha a helyi diffuziót egy oxid-maszk ablakán keresztül végezték. Ezen eredményekkel ellentétes tapasztalatokról számolt be PRUSSIN [25] és SUKHODREVA [27] továbbá SATO és ARATA [28], illetve BLECH, MEIERAN, és SELLO [29]. Előbbiek azt állitják, hogy a diffuzióval bevitt diszlokációk jelen vannak az átmenet alatti rétegben is. Az utóbbiak pedig arról számoltak be, hogy a diszlokációk tova-terjedhetnek az oxid alatt akkor is, ha a diffuziót oxid-magzkkal helyileg behatárolták. A diffuziós ablakok helyét az ablak szélek mentén keletkezett erőteljes diffrakciós kontraszt teszi jól láthatóvá. Mivel az ab. lakok peremei egybeesnek a diffundált és a diffuziónak ki nem tett Si területek határvonalaival, ebből bizonyithatóan következik, hogy a határzónák még elasztikus feszültség hatása alatt állnak.

A diffundált térfogatok szigetei között a diffuziós folyamat után hosszan elnyuló diszlokációs sorok helyezkednek el. Ezek a diszlokációk a szelet sikjában, a különböző (110) irányokban fekszenek és a Si-oxid/Si határfelület környékéről indulnak ki. A rugalmas feszültségeknek a helyi diffuzió nyomán történő kialakulását egyéb evidenciák is bizonyitják. A diffundált területen belüli diffrakciós kontraszt oka a bór, illetve a foszfor diffuzió nyomán keletkezett diszlokáció-hálózat. A diszlokációk vonalrendszerét topográfiával nem lehetett felbontani; megfelelő transzmissziós elektronmikroszkópiai eljárással az sikerült. Ezek a diszlokációk nem terjednek át a diffuziónak ki nem tett Si-térfogatra.

Szokatlan diszlokációs elrendezést találhatunk az oxidmaszk élei mentén. Figyelemreméltó, hogy ezek a diszlokációk a határfelület mentén sorakoznak fel és innen terjednek át mind a diffundált, mind a diffuzió hatásának ki nem tett területek felé.

SCHWUTTKE azt a véleményt fejezte ki, hogy a diszlokáoiók keletkezését a diffundált – nem diffundált Si térfogatok közti határfelületen fellépő feszültségek hatására lehet viszszavezetni [30]. Megmutatta azt is, hogy a szóbanforgó diszlokációs hurkok messze a diffundált átmenet alá is benyulnak. Az ilyen diszlokációk gyakran a nagy C<sub>0</sub> koncentrációju emitterdiffuzió melléktermékei és főleg az emitter szélei körül fordulnak elő. Ezért azokat "emitter él" diszlokációknak is /EE/ szokás nevezni. Nemegyszer a szokásos eszközgyártó folyamat előidézhet ilyen EE diszlokációkat.

Miután az emitter körüli diszlokációk a tranzisztor bázisán keresztül mélyen kiterjedhetnek, ésszerü az a feltevés, amely szerint a diszlokáciok a töltéshordozók rekombinációja révén befalyásolhatják az erősitési tényezőt /l. ábra/.



1. ábra

Tranzisztorok erősitési tényezője az U<sub>be</sub> függvényében /I<sub>e</sub>=0,5 mA/, közepes /2.10<sup>20</sup> atom/cm<sup>3</sup>/ és nagy /10<sup>21</sup> atom/cm<sup>3</sup>/ foszforkoncentrációnál [6].

- 15 -

1. ábrán az erősitési tényező összefüggését láthatjuk a bázis-emitter feszültség /V<sub>be</sub>/ nagyságának függvényében mind nagy felületi koncentrációju emitter diffuzió, /ahol EE diszlokációk találhatók/ mind közepes koncentrációju emitterek esetében, /ahol EE tipusu diszlokációk egyáltalán nincsenek/. A mérési adatokat SCHWUTTKE egy kisérleti gyártási folyamatból vette, minden egyes pont egy-egy szeletből készitett tranzisztor értékének felel meg [30].

Befejezésül QUEISSER néhány gondolatát idézzük, melyek a félvezetőeszközök hibaszerkezetével foglalkozó symposiumon hangzottak el [31]:

"A jobb és megbizhatóbb eszközök előállitásának érdekében egyre fokozódik az igény a rácshibák és kölcsönhatásaiknak tüzetesebb vizsgálataira. Integrált áramkörök, dióda mozaikok, képvelfevők és fényelemek komplikált dopolása elkerülhetetlenné teszi a rács hibák vizsgálatát és a hibameohanizmus megértését. Ilyen szempontból a kutatás még csak részben megfelelő, a gyártásellenőrzést pedig feltétlenül fokozni kell. A hibák jobb megértésével leginkább a röntgendiffrakciós technikák kecsegtetnek."

"Szükséges tehát jobban definiált összefüggéseket keresnünk a rácshibák és az eszközök elektromos anomáliái, pl. a precipitátumok és a nem egyenletes árameloszlás között."

"A problémák nem egyszerüek, de biztos vagyok abban, hogy megoldhatók a félvezető technológusok és a szilárdtest kutatással foglalkozók kölcsönös együttmüködésével."

#### 4. A topográfiás módszerek fejlődése

A félvezető eszközök speciális gyártási technológiájának ellenőrzésére a "hagyományos" Lang, illetve Berg-Barrett felvételi módszerek csak korlátozottan alkalmasak. Melyek tehát azok a területek, ahol a topográfiás kutatásra ujabb feladatok várnak, illetve milyen igényeket támasztanak az ujabb technológiák, a vizsgálati módszerekkel szemben. A szakirodalomban található vélemények [1], illetve a hazai félvezetőkutatás illetékeseivel folytatott beszélgetések alapján az alábbi három pontba sürithetjük a legfontosabb feladatokat:

- Lehetőleg nagyságrendekkel kell <u>csökkenteni</u> a topográfiás felvételkészités idejét;
- A csekély rácsparaméter változások kimutatására <u>érzéke</u>nyebb módszereket kell kidolgozni;
- 3. A kristály néhány mikronos <u>felületi hártyáinak szelektiv</u> <u>vizsgálatára</u> alkalmas felvételi technikákat kell kialakitani.

A következőkben ezeket a feladatokat részletesen tárgyaljuk.

# A. <u>A topogramok felvételi idejének csökkentése</u>, "kinetopográfia"

A félvezető<u>kutatás</u> területén dolgozó szakemberek általában kedvező véleményt alkottak a topográfiás vizsgálati módszerekről. Jellemző példa, hogy WANG, aki elsősorban félvezető-technológiai kutatással foglalkozik, a Sylvania röntgenlaboratóriumában végzett munkákra támaszkodva, összefoglaló dolgozatot készitett a röntgentopográfiás vizsgálatok sokoldalu alkalmazási lehetőségeiről [2].

A kutatók kedvező véleményével ellentétben a gyártásban érdekelt technológusok gyakran hangoztatják azt a jogos aggályukat, hogy a <u>topogramok expoziciós ideje jelenleg tul hosz-</u> <u>szu</u> /1-2 munkanap/ és emiatt képtelenek az eredményeket kellé hatásossággal alkalmazni a gyártásellenőrzésben. Ez a panasz fokozottan jelentkezik a Ge kristályok vizsgálata esetében, mivel a felvételi idő itt eléri a 100 órás időtartamot!

Állitásuk szerint, mire az ellenőrző topogramok elkészülnek, addigra az azonos sorozatban készült eszközök már régen tuljutottak az illető technológiai lépéseken. Ha a topogram alapján esetleg módositania kellene a gyártásfolyamatot, a beavatkozás már elkésett, vagy nem eléggé hatásos.

A vélemények természetesen jogosak és ahhoz, hogy a topográfiát hatékonyan alkalmazhassuk minőségellenőrzésben, a felvételi időt lehetőleg, nagyságrendekkel kell csökkenteni.

Az elmult két évben az ilyen irányu kutatásokról már napvilágot láttak közlemények és a kitüzött célok egy részét elérték vagy legalábbis megközelitették.

Milyen lehetőségeink vannak a felvételi idő csökkenésére és milyen mértékben romlik eközben topogramok felbontóképessége?

/A topogramok "felvételi" idején nemcsak az expoziciós időt értjük, hanem beszámitjuk az előhivás idejét is./

#### a. A fotóemulzió érzékenységének növelése

Első közelitésben az a szabály érvényesül, hogy az érzékenyebb film szemcsézettsége nagyobb, tehát kisebb a felbontóképessége. Ennek részben az az oka, hogy az érzékenyebb film előhivatlan szemcéi is nagyobbak, részben az, hogy a nagyobb érzékenységet adó "érlelési" eljárások közben a szemcsék csoportosulnak [32].

A topográfiás gyakorlatban jól bevált finomszemcsés <u>magemulziók</u> az érzékenység és a felbontóképesség szempontjából az optimumot jelentik. Ha azonban hajlandók vagyunk áldozatokra a felbontóképesség területén, érzékenyebb emulziótipusokat választva csökkenthetjük az expoziciós időt /I. táblázat/.

## I. TÁBLÁZAT

Az expoziciós idő és felbontóképesség a különböző tipusu fotoemulziók függvényében [33, 34].

| Fotoemulzió   | Relativ exp.idő | Felbontóképesség /um/ |
|---------------|-----------------|-----------------------|
| ILFORD L-4    | 1               | 1                     |
| ILFORD G-5    | 1/2             | 5                     |
| GEAVERT D-7 * | 1/8             | kb. 40                |
| CEAVERT D-10# | 1/32            | kb. 100               |

A táblázat alapján nyilvánvaló, hogy a felvételi idő csökkenthető ugyan a felbontóképesség rovására, de a felbontóképesség rohamos romlása nem áll arányban az időnyereséggel.

#### b. Az emulzió rétegvastagságának növelése

Az emulzió vastagságát növelve, elvileg <u>emelkedik az</u> <u>azonos</u> felületen elnyelt rtg. fotonok száma, azaz nő a feketedés, tehát csökkenthető az exp. idő. Gyakorlatban azonban ez az ut nem járható, mivel: a./ a 100 µm-nél vastagabb emulzió előhivása több órás bonyolult folyamatot jelent; b./ ha a beeső nyaláb iránya akár néhány fokkal is eltér a /vastag/ emulzió normálisától a nyaláb képe kiszélesedik, csökken a felbontás; c./ a lágyabb röntgensugárzás /CuK<sub>a</sub>; FeK<sub>a</sub> / már a fotolemez felületi rétegeiben elnyelődik, a vastagabb emulzió többé nem hatásos [35].

# c. A sugárnyaláb divergenciájának növelése

A divergenciát legegyszerübben a kristály-fókusz távolság csökkentésével növelhetjük. <sup>A</sup>z expoziciós idő ezáltal gyorsan csökken, mivel a röntgennyaláb intenzitása a távol-

\* A kétrétegü film egyik oldaláról az emulziót eltávolitva.

ság négyzetével forditottan arányos. A divergencia növelése azonban rontja a felbontóképességet, továbbá a  $K_{\alpha 1}$  és  $K_{\alpha 2}$  komponensek egyidejüleg reflektálódnak, a topográfiás kép megkettőződik, elmosódik.

A K<sub>a</sub> dublett zavaró hatását elkerülhetjük, ha a t.pogramot pld. a K $\beta$  sugárzással készitjük. Ezzel a lehetőséggel élt DIONNE. A CuK $\beta$  komponenssel készitett topogramjai 3 cm<sup>2</sup>-es felületet ábrázoltak, az expoziciós idő mindössze 1,5 óra volt [36].

LYTZAU és FISHMANN szovjet kutatók a fókuszfolt optimális helyzetét határozták meg. Megállapitották, hogy az expoziciós idő szempontjából diffrakciós vektorral párhuzamos vonalfókusz a kedvezőbb. Pontfókuszu csövekkel elérhető ~12 órás felvételi időt ilymódon a felbontóképesség romlása nélkül 3 órára csökkentették [37].

A divergencia további növelésének korlátot szab a felbontóképesség gyors romlása. Az optimális felvételi paraméterek kialakitásával ugyan csökkenthető az expoziciós idő, de nagyságrendeket jelentő javulást igy semmi esetre sem érhetünk el.

d. <u>A sugárforrás teljesitményének</u> növelésével /elméletileg/ tetszőlegesen csökkenthető a felvételi idő.

A topográfiás felvételek készitéséhez általában 0,8-1,5 kW-teljesitményü röntgencsöveket használnak. A japán Rigaku-Denki cég az elmult években piacra hozta a diffrakciós célokra is alkalmas forróanódu csöveket [38].

Ezek ugrásszerű fejlődést jelentenek, mivel a forgóanódu csövek teljesitmény-felvétele 30 és 60 kW a fókuszfelület függvényében!

A nagyobb teljesitményt az tette lehetővé, hogy a 30 cm átmérőjü anód gyors forgó mozgást végez, és a felületegységre eső teljesitmény nem nagyobb, mint a normál fókuszfelületü csövek esetében.

A topográfiás célokra elsősorban a 30 kW-os változat alkalmas, ennek fókuszfelülete 0,5x10 mm. Használatával pl. a 6 órás felvételi idő a felbontóképesség romlása nélkül 12 percre csökkenthető!

A forgóanódu csöveket CHIKAWA mozgófelvételek készitésére használta [39]. /Ezzel a lehetőséggel később foglalkozunk/.

SCHWUTTKE a hagyományos topográfiás technikát /SOT-módszer/ kombinálta a forgóanódu csövek nyujtotta nagyobb intenzitással és a felbontó-képesség területén tett kisebb engedmények árán elérte, hogy az expoziciós idő 1-2 percre /!/ csökkenjen. A topográfiát ily módon eredményesen alkalmazhatta az IBM félvezetőeszköz-gyártásának ellenőrzésére [40].

#### B. Elektronikus sugárdetektorok a topográfiában

A szokásos sugárdetektorok /szcintillációs proporcionális, GM számlálók/ közvetlenül nem alkalmasak topográfiás kép előállitására. A számlálócsövek a reflektált nyaláb átlagintenzitását mérik, mig a topográfiás kép információját a sugárnyaláb intenzitás eloszlása hordozza. Ha mégis el kivánjuk kerülni a sok komplikációt jelentő fotóemulziók használatát, a sugárnyaláb <u>intenzitás eloszlását elektronikus uton</u> <u>kell láthatóvá tennünk.</u> Ha ezt megvalósitottuk, rendkivül egyszerüvé, gyorssá válik a topogramok készitése, beállitása, a látható képről <u>mozgófelvételt</u> készithetünk /"kinetopográfia"/ és végül nem-utolsó sorban csökken a topogramot készitő egyének <u>sugárterhelése</u>.

A kitüzött feladatot két különböző uton valósitották meg: a röntgennyalábot először <u>fluoreszcens</u> ernyőre bocsátva az ott megjelent halvány képet látható fényre érzékeny vidikon segitségével elektromos jellé alakitották, majd kellő erősités után TV monitoron szemlélték, vagy a sugárnyalábot közvetlenül <u>röntgensugárzásra érzékeny vidikonra</u> ejtik, majd a felerősitett jelet TV képcsövön tették láthatóvá.

#### a./ A fluoreszcens ernyő-vidikon kombinációja

A röntgenképerősitőket az orvosi diagnosztikában és az egykristályok orientációnál már régóta sikerrel alkalmazzák [41]. A topográfia követelményei ennél lényegesen nagyobbak. A szükséges fényerősités 10<sup>3</sup>-szor nagyobb mint az az orvosi gyakorlatban szokásos és a képerősitők felbontásképessége sem megfelelő, hiszen ezek az eszközök nagy felületek kisfelbontásu vizsgálatára alkalmasak.

A fluoreszcens ernyő vidikon együttesét topográfiás célokra MEIERAN és LANG [42] alkalmazta.

A fluoreszcens ernyőn megjelenő halvány topográfiás képet 1:2 optikai leképezéssel különlegesen érzékeny vidikonra vetitették. /2. ábra/ A vidikon 850 sor felbontásu, a hozzátartozó elektronika a kereskedelemben készen kapható.

A rendszer felbontóképességét a fluoreszcens ernyő minősége határozza meg. A megfelelő fénypor kiválasztásánál figyelembe kell venni, hogy az ernyő fényessége és a felbontóképessége /szemcsemérete/ ellentétes követelmények és a tv. lánc jel/zaj viszonya korlátozza az ernyő minimális fényességét, ezen keresztül az ernyő felbontóképességét.

A MEIERAN által használt 800 W-os röntgencső és az emlitett elektronika <u>30 µm-es felbontóképességü</u> fluoreszcens ernyő használatát tette lehetővé.

Mivel a fluoreszcens ernyő mindenképpen 30 µm-ben korlátozza a felbontóképességet, lehetőség nyilt a sugárnyaláb divergenciájának olyan mértékü növelésére, hogy a topográfiás





Röntgendiffrakciós-topográfiás kép átalakitása látható képpé. Fluoreszcens ernyő vidikon kombinációja [42]. kép geometriai felbontása ugyancsak 30 jum legyen. A divergens sugárnyaláb kristály 1x3 cm-es felületéről egyidejüleg diffraktálódott, tehát szükségtelenné vált a Lang-tipusu topográfia letapogató mozgatása.

MEIERAN és munkatársai az ismertetett módon készült transzmissziós és reflexiós topogramokat mutatrak be, melyeket 1-2 perces expoziciós idővel a tv. monitorról fényképeztek. A topográfiás kép végső felbontása kb. 35 /um, tehát még jól kivehető képet ad az egyes félvezető eszközök feszültségviszonyairól és az eszközökön áthaladó diszlokáció kötegekről.

A szerzők szerint a felbontás nagyobb teljesitményü sugárforrások /pl. forgóanódu csövek/ alkalmazásával tovább fokozható. A berendezés zajszintjét elsősorban a <u>diffraktált nyaláb</u> statisztikus ingadozása határozza meg. A berendezést gyártmányellenőrzési célokra konstruálták, és erre a célra az 1-2 perces expoziciós felvételi idő /bizonyos korlátok között/ alkalmassá is teszi.

#### b./ Röntgensugárzásra érzékeny vidikon

A röntgentopográfiás vizsgálataihoz CHIKAWA röntgensugárzásra-érzékeny vidikon csövet készitett [39]. A vidikon hasonló a látható fényre érzékeny csövekhez, de a fotókonduktiv réteg PbO, és a homloklap a röntgensugárzást átengedő berillium lemez. A cső viszonylag kis méretü, az átmérője l coll, hossza 6 coll, a jel lemez 1/2x3/8 coll /3. ábra/.



#### 3. ábra

Röntgendiffrakciós topográfiás kép átalakitása látható képpé. Lang-kamrán elhelyezett röntgensugárzásra érzékeny vidikon cső [39]. A videéjelet különleges, nagyérzékenységü, kis zaju erősitőre kapcsolták, a topográfiás képet televiziós monitoron szemlélték, vagy képmagnén rögzitették.

A kép minősége 10<sup>6</sup> imp.sec<sup>-1</sup> mm<sup>-2</sup> intenzitásu diffraktált nyalábnál már kielégitő volt, a rendszer teljes felbontása kb. 30 /um. A Lang-kamra szokásos felépitésü. A vidikont a filmkazetta helyére erősitették és a kristály-vidikon együttest 15 mm/perc sebességgel mozgatták.

A sugárforrás a már emlitett 30 kW-os forgóanódu cső volt. A közölt topogramok jó minőségüek, kontrasztosak, hasonlóak az azonos körülmények között ILFORD I-4 lemezre készültekhez. CHIKAWA dinamikus folyamatok vizsgálataihoz ajánlja az általa szerkesztett berendezést, a Nemzetközi Krisztallográfiai Unió New York-i ülésén képmagnóról "kinetopográfiás" mozgó felvételeket mutatott be [44].

Bár topográfiás alkalmazásról még nem értesültünk, felbontóképessége alapján erre a célra is alkalmasnak tartjuk a Bell Laboratórium által kidolgozott <u>dióda mozaik szerkezetű</u> vidikont [45].

A sugárzás n-tipusu Si lemezre esik, melynek egyik oldalán kb. 8 µm átmérőjü p-n planár diódákat alakitottak ki. A letapogató elektronnyaláb a diódákat záróirányban fesziti elő, a röntgensugár a záróirányu áramot modulálja.

A kimenő jel amplitudója arányos a sugárzás hullámhoszszával /energiájával/, tehát amplitudó diszkriminátorral a karakterisztikus jelek elválaszthatóak a háttérsugárzástól.

A vidikon jelenlegi felbontóképessége kb. 25 µm, de a dióda mozaik süritésével 5-10 µm-es folbontást kivánnak elérni.<sup>#</sup>

\* Legujabban be számoltak a dióda-mozaik topográfiás alkalmazásáról [46]. A topográfiás felvételeken elérték a 10 μmes felbontást.

#### c./ Következtetések

A rendelkezésünkre álló adatok szerint a topogramok felvételi idejének nagyságrendekkel való csökkentése még nem tökéletesen megoldott feladat. A kivánt néhány perces expoziciós időt már elérték, de a feltontóképesség eközben lényegesen csökkent.

Ez a hátrány fokozottabban jelentkezik a planár eszközök, illetve integrált áramkörök vizsgálatainál, hiszen az eszközök méretei itt már összemérhetők a topogramok felbontóképességével.

A kisebb felbontóképességű topogram is hordozhat azonban értékes információkat, pl. azonnal elárulja <u>makroszkópi-</u> <u>kus</u> méretű diszlokáció-kötegek, felületi rácshibák, vagy diffuzió keltette feszültségek jelenlétét.

Ha elfogadjuk a kb. 30 /um-es felbontóképességet, a forgóanódu csövek jelentik a viszonylag legegyezerübb lehetőséget az expoziciós idő erőteljes csökkentésére. /Figyelembe kell venni azonban a fokozott sugárveszélyt, feltehető, hogy a kutatók ezért idegenkedni fognak alkalmazásától!/

A vidikonos képátalakitás jelentősége elsősorban abban rejlik, hogy általuk mozgófelvételek készithetők, és ezeken megfigyelhető a diszlokációk keletkezése, mozgása, vagy alkalom nyilhat a technológiai folyamatok "in situ" tanulmányozására.

A félvezetőmozaik-vidikon továbbfejlesztése után ideális eszközzé válhat jó minőségü, gyors topográfiás vizsgá-

- 27 -

latokhoz. Ha a felbontóképességet és az érzékenységet tovább fokozzák, az elektronikus móds∠erek kiszorithatják a nehézkes filmes eljárásokat.

# 5. Kristálylemezek felületi rétegeinek röntgendiffrakciós topográfiás vizsgálatai.

A modern félvezetőeszközök felépitésére jellemző, hogy az eszközök aktiv tartományai a hordozókristály felületéhez közel helyezkednek el. Érthető tehát, hogy a röntgentopográfiával foglalkozó kutatók fokozott érdeklődéssel fordulnak az olyan különleges eljárások felé, melyekkel a kristályok <u>felü-</u> leti rétegei az alapkristálytól elkülönitve tanulmányozhatók.

Annak érdekében, hogy a felületi rácshibákat kielégitő minőségben képezhessük le, a topogramok készitésénél az alábbi követelményeket kell figyelembe venni:

a./ Kielégitő legyen a topogram felbontása.\*

- b./ A kristályrács szerkezetéről nyert információk a felület kivánt mélységéből származzanak.
- c./ A topográm <u>nagy</u> kristályfelületet <u>egyenletes</u> képminőségben ábrázoljon.

d./ A leképezés lehetőleg torzitásmentes legyen.

#### a. A behatolási mélység

Behatolási mélységnek nevezzük azon felületi réteg vastagságát, ahonnan a refelktált nyaláb meghatározott hányada /pl. 90 %-a/ érkezik.

A behatolási mélységet több tényező együttesen szabja meg, mégpedig a kristály anyaga, a karakterisztikus röntgensugárzás hullámhossza, a kristály szerkezeti tökéletessége és nem utolsósorban a reflektáló sikoknak a minta felületéhez viszonyitott helyzete.

<sup>#</sup>A topográfiás módszerek felbontóképességével az Rl. tanulmányunkban részletesen foglalkoztunk [16].
Első közelitésben tekintsük a kristályt "ideálisan hibásnak" azaz mozaikszerkezetünek.\*\*

<u>Mozaikszerkezetü</u> kristályfelületről reflektált nyaláb, vagyis a hibaszerkezetre jellemző információk 90 %-a az X távolságánál <u>kisebb</u> mélységből érkezik [47], ha

$$\chi = \frac{2,3}{\mu(\operatorname{cosec} \varphi + \operatorname{cosec} \gamma)} \quad [\operatorname{cm}]$$

ahol μ a lineáris sugárgyengülési együttható, 9 a beeső nyaláb, 8 a reflektált nyaláb és a kristály felülete közötti hajlásszög.

<u>Tökéletes szerkezetü</u> /ép/ kristályfelületen a sugárnyaláb behatolási mélysége a mozaikszerkezethez viszonyitva lényegesen /egy-két nagyságrenddel/ kisebb [48]. Tekintettel azonban arra, hogy a technológiai eljárások közben a kristályfelület elkerülhetetlenül károsodásokat szenved, a behatolási mélység a helyi kristálytökéletesség függvénye ezért meg kell elégednünk a mozaikszerkezetü felülethez tartozó <u>maximális</u> behatolási mélység ismeretével. Lényeges hibát azonban nem követünk el, mivel a félvezető kristályfelületek technológia után közelebb állnak mozaikszerkezethez, mint az ideálishoz.

Mint az a fenti egyenlet alapján belátható, a beesési szöget csökkentve a behatolási mélység is egyre kisebb lesz. Ez a tény a gyakorlat szempontjából igen lényeges, hiszen a félvezető eszközök a kristályfelület néhány mikron vastagságu "hártyáiban" épülnek fel, tehát a röntgensugár behatolási mélységét is erre a tartományra kell korlátozni. Gyakorlati okokból elsősorban a <u>beesési szög csökkentésére</u> vannak lehetőségeink.

A mozaikszerkezetű kristály egymástól kissé eltérő orientációju blokkokból épül fel. Jellegzetes mozaik szerkezet alakul ki pl. a csiszolt felületű kristályban.

死 哥

#### b. A felületi reflexiós topográfiás kép geometriai torzulásai.

A felületi reflexiós topogramok többé-kevésbé torzitva képezik le a kristály szerkezetét [49].

A geometriai kép torzulást a minta felületén mérhető <u>a</u> távolság és u.e. a távolságnak topogramon mérhető <u>b</u> hosszuságu vetületének hányadosával jellemezzük. Ha a fotólemez párhuzamos a beeső nyalábbal: /9. ábra/

$$\frac{b}{a} = \frac{\sin(2\theta - \varphi)}{\sin 2\theta}$$

A fenti egyenlet alapján nyilvánvaló, hogy a beesési szög csökkentése egyuttal kedvezően módositja a geometriai képtorzulást is, ugyanis ha  $\varphi$  közelit zérushoz, csökken a képtorzulás. / $\Theta$  = Bragg-szög/

Aa valamilyen okból a kristályfelület <u>arányos</u> "feltérképezésére" törekszünk, legegyszerübb, ha beletörődve az adott kép torzulásba, a minta felületén olyan "koordináta-hálózatot" alakitunk ki, mely a topogramon is megjelenik. Ez a hálózat lehet pl. fémrács, de kedvezőbb, ha fotoreziszt technikával pl. négyzetes oxidmintát készitünk. A termikus oxidhálózat határfelületein rugalmas feszültségek alakulnak ki /az eltérő hőtágulási együtthatók miatt/ és a feszültségtér konturja, vagyis az oxidablakok élei a topogramon láthatóvá válnak és megbizható helyazonositást tesznek lehetővé.

A már meglévő képtorzulást jellegénél fogva csak bonyolult optikai fogásokkal, pl. hengeres lencsék alkalmazásával, vagy a topogram másolás közbeni mozgatásával szüntethetjük meg [49].





#### c. Egyenes és ferde reflexiók

A szokásos Berg-Barrett tipusu felületi reflexiós topográfia esetében elsősorban a "nulladik rétegü" /"zerolayer" vagy más szóhasználattal "egyenes"/ reflexió hagználata, amikoris a kristály felületi normálisa a beeső és a reflektált nyaláb által feszitett sikban fekszik.

A <u>ferde "skew" reflexió</u> esetében ez a feltétel nem teljesül, a "ferde" reflexiós helyzet beállitása nehézkesebb. Mint azt a későbbiekben tárgyaljuk, a ferde reflexiók viszont lehetővé teszik a beesési szög, illetve a behatolási mélység folyamatos csökkentését, és az előny kárpótolja a beállitásra forditott többletmunkát.

Sikfelületű kristálylemezről Bragg-reflexiót osak akkor hozhatunk létre [50] ha

- a./ a diffraktált nyaláb a kristályfelülettől eltávolodik, azaz nem irányul a kristály belseje felé,
- b./ ha olyan reflexiós sikot választunk, hogy a beeső nyaláb ne ütközzön a kristály peremébe.

Az <u>a</u> és <u>b</u> reflexiós feltételek teljesitéséhez tanulmányoznunk kell a reflexiós topográfia geometriáját.

Tekintsük át először az <u>egyenes reflexió</u> geometriáját. A kristályfelület és a reflektáló sik egymáshoz viszonyitott helyzetét az 5. ábrán mutatjuk be.

/A jelölések a következők:  $\Theta$  a Bragg-szög,  $\varphi$  a felület és a beeső nyaláb közötti szög,  $\alpha$  a felület és a reflektáló sik közötti szög, <u>e</u> a diffraktált nyaláb és a felület normálisa által bezárt szög,<u>A</u> a relület sikja, $\overline{n}_A$  a felület normálisa, <u>B</u> a reflektáló sik,  $\overline{n}_B$  a reflektáló sik normálisa./

A 10. ábra alapján belátható, hogy:

 $\varphi = \Theta - \alpha$ 

Ha  $\varphi$  előjele pozitiv, akkor létrejöhet felületi reflexió, mig ha  $\varphi^i$  negativ, ugy a kristály pereme eltakarja a primer nyalábot, vagyis reflexió nem jöhet létre.

A következőkben olyan geometriai szerkesztéseket mutatunk be, amelyek megkönnyitik az <u>a</u> és <u>b</u> reflexiós feltételek biztos kielégitését.

Egyenes reflexió beállitását a következő módon hajtjuk végre: a sztereografikus projekcióba helyezett minta felületének normálisa /esetünkben a Si kristály (111) lapja/ essen egybe a Wulff hálózat középpontjával /6. ábra/. Az egyes szóbajöhető hkl reflexiókhoz tartozó Bragg szögekkel, azaz 0<sub>hkl</sub> sugárral, a projekció középpontja körül köröket rajzolunk. Egyenes reflexiót azok a hkl sikok eredményezhetnek, amelyeknek pólusai ugyanazon (hkl) reflexióhoz tartozó körön belül foglalnak helyet [49].

A kristály reflexiós helyzetbe állitásakor az első lépésben a kiválasztott pólust a kristálynak a felületi normálisa körüli forgatásával a B egyenlitőre hozzuk. Ezután a kristályt az A-A tengely körül elforgatva az illető hkl pólust az egyenlitőn haladva a hozzátortozó /hkl/ körivre viszszük, oly módon, hogy az elmozdítás iránya a beeső sugárnyaláb felé történjen. A fenti beállitás után egyenes után egyenes reflexió jön létre.

A behatolási mélység és a torzitás csökkentése érdekében ajánlatos lehetőleg suroló beesést /kiosiny  $\varphi$  -t/ választani. Ha azonban pl. CuK a sugárzást és {111} orientált sziliciumkristályt tételezünk fel,a rendelkezésre álló egyenes reflexiók száma igen korlátozott és ezek közül a legkisebb beesési szöge sem kisebb 8°-nál [51].

A II. Táblázatban {III} orientációju Si kristály <u>egyenes</u> felületi reflexiót tüntettük fel CuK d sugárzást feltételezve [51] . A jelölések a következők: hkl a reflektáló sik in-







### 6. ábra

"Egyenes" reflexiók beállitása sztereografikus projekció segitségével. Az ábra {lll} orientált Si kristályra és CuK<sub>cl</sub> sugárzásra vonatkozik [39].

- 35 -

dexei, <u>d</u> a rácsparaméter,  $\alpha$  a felület és a reflexiós sik által bezárt szög,  $\theta$  a Bragg-szög,  $\varphi$  a primer nyaláb és a kristályfelület által bezárt szög. A negativ értékeket aláhuzással jelöltük meg, ilyenkor egyenes felületi feflexió nem jöhet létre.

Általános helyzetű <u>ferde reflexiók</u> gyors beállitására a 7. ábrán mutatunk példát [49].

Helyezzük az {lll} orientált Si kristálylemezt sztereografikus projekcióba és ábrázoljuk pl. azokat a {lll} pólusokat, melyekről ferde reflexiót kivánunk létrehozni.

| hkl |     | d    |     |      |     | 9    |     | 4    | P   |      |     |      |
|-----|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|-----|------|
|     | Fok | Perc |
| 111 | 00  | 00   | 70  | 32   | 1   |      | 14  | 14   | 56  | 18   |     | 212  |
| 220 | 35  | 16   | 90  | 00   |     |      | 23  | 40   | 11  | 37   | 66  | 20   |
| 311 | 29  | 30   | 58  | 31   | 78  | 58   | 28  | 04   | 1   | 26   | 30  | 27   |
| 400 | 54  | 44   |     |      |     |      | 34  | 35   | 20  | 09   | 1   |      |
| 331 | 22  | 00   | 48  | 32   | 82  | 23   | 38  | 13   | 16  | 13   | 10  | 19   |
| 422 | 19  | 28   | 61  | 52   | 90  | 00   | 44  | 02   | 24  | 34   | 17  | 50   |
| 511 | 38  | 56   | 56  | 15   | 70  | 32   | 47  | 30   | 8   | 34   | 84  | 45   |
| 333 | 00  | 00   | 70  | 32   |     |      | 47  | 30   | 47  | 30   | 23  | 02   |
| 440 | 35  | 16   | 90  | 00   |     |      | 53  | 23   | 18  | 07   | 36  | 37   |
| 531 | 28  | 34   | 46  | 55   | 72  | 59   | 57  | 05   | 28  | 31   | 10  | 10   |
| 620 | 43  | 05   | 68  | 35   |     |      | 63  | 52   | 20  | 47   | 4   | 43   |
| 533 | 14  | 25   | 63  | 53   | 84  | 57   | 68  | 30   | 4   | 38   | 16  | 26   |
| 444 | 00  | 70   | 32  |      |     |      | 79  | 27   | 79  | 27   | 8   | 55   |

II. Táblázat

Wulff hálózat segitségével jelöljük be először a <u>reflexiós</u> <u>kört (r)</u> melynek minden pontja  $90^{\circ}$   $\theta$  szöget zár be a beeső nyalábbal. /A reflexiós körivet szerkesztéssel is meghatározhatjuk, erre a járulékos reflexiókkal foglalkozó fejezetben mutatunk be példát./ A kristályt az A-A tengely körül forgatva a kiválasztott (llī) pólust az r reflexiós körre visszük. Reflexiót az A-A tengely körüli forgatással csak azok az (Īll) pólusok eredményeznek, melyek a reflexiós ( $\underline{r}$ ) és a határkör ( $\underline{h}$ ) által meghatározott vonalkázott területen <u>belül</u> helyezkednek el.



### 7. ábra

{111} orientált Si kristálylapka (Ī11) "ferde" reflexiónak beállitása sztereografikus projekció segitségével [49].



- 38 -

## 8. ábra

Általános helyzetü "ferde" reflexió sztereográfikus projekciója [50]. Ha más pólusokat kivánunk reflexiós helyzetbe hozni, a kristályt előbb [111] tengelye körül elforditjuk és kivánt pólust a vonalkázott területre visszük és majd a fent leirt módon végezzük tovább a beállitást.

A reflektált nyaláb a 2 $\Theta$  sugaru <u>S</u> jelzésű köriven halad át, de a pontos irányról a szerkesztés nem ad felvilágositást. A reflexiós helyzet ellenőrzését igy sugárdetektorral nem oldhatjuk meg és emiatt a fenti módszerrel csak a fluoreszcens ernyőn is látható intenziv reflexiókat állithatjuk be.

## d <u>A ferde reflexiós helyzet pontos szögkoordinátáinak meg-</u> határozása

A ferde reflexió beállitását igen megkönnyiti, ha ismerjük a kristálynak és a sugárdetektornak az adott reflexióihoz tartozó pontos szögkoordinátáit.

Ezt a feladatot a következőkben matematikai uton oldjuk meg [51].

Ábrázoljunk egy általános helyzetű ferde reflexiót sztereográfikus projekcióban /8. ábra/. <u>A</u>-val jelöltük a kristálylemez felületének pólusát, <u>B</u>-vel a reflektáló sik pólusát, <u>C</u>-vel a diffraktált nyaláb irányát, / $\beta$ + $\delta$ / a beeső és a reflektált nyaláb közötti szög vetülete a pólusábra sikjában az  $\langle IIO \rangle$  iránytól mérve,  $\varphi$  a beeső nyaláb és a kristályfelület közötti szög,  $\phi_c = 90^{\circ} - \varphi$ ;  $\varepsilon$  a minta felületének normálisa és a diffraktált nyaláb közötti szög és  $\theta_c = 90^{\circ} - \Theta$ .

Egy adott reflexióhoz tartozó szögkoordinátákat az /l/ egyenlet és a gömbi trigonometria összefüggéseinek alapján a következő-képpen határozhatjuk meg:

 $\beta = \operatorname{arc} \cdot \cos\left(\frac{\sin \theta - \sin \theta \cdot \cos \alpha}{\cos \theta \cdot \sin \alpha}\right)$ 

$$\delta = \operatorname{arc} \cdot \cos\left(\frac{\sin\theta - \cos \alpha \cdot \cos \varepsilon}{\sin \alpha \cdot \sin \varepsilon}\right)$$

- 40 -

# $\mathcal{E} = \operatorname{arc} \cdot \cos\left(2\cos\alpha \cdot \sin\theta + \sin\varphi\right)$

Az  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  és  $\{111\}$  orientációju Si kristályokhoz tartozó ferde reflexiók koordinátáit Cu, Co, Fe és Cr K<sub>d</sub>, sugárzások esetében és különböző beesési szögekre PINK és BERKSTRESSER elektronikus számitógéppel határozták meg. Az általuk közölt adatokat a III. táblázatban foglaljuk össze [52].

A  $\beta$ ,  $\delta$ ,  $\xi$  koordináták a kristály és a sugárdetektor helyzetét rögzitik, vagyis a kivánt reflexiós feltételeket a mérőkészüléken előzetesen beállithatjuk, és a reflexiót sugárdetektorral ellenőrizhetjük.

|     | 4 7 |   |
|-----|-----|---|
| and | 41  | - |
|     |     |   |
|     |     |   |

III. Táblázat

| Reflexió<br>/hkl/   | ß   | 3   | B + S  |
|---|---|---|--|
|   | 73,21<br>56,60<br>60,77<br>50,83<br>33,23<br>41,06<br>41,55<br>26,99<br>15,37<br>31,88<br>19,84         | 74,55<br>56,61<br>74,555<br>73,46<br>56,62<br>74,54<br>33,47<br>33,446<br>74,55<br>56,62  | 156,50<br>145,41<br>125,63<br>104,36<br>116,83<br>92,91<br>85,03<br>82,34<br>44,10<br>65,10<br>43,82           |
| $\varphi = 2^{\circ}$ 111<br>220<br>311<br>331<br>422<br>511<br>333<br>531<br>620 | 73,94<br>57,78<br>61,12<br>34,89<br>51,11<br>41,70<br>41,82<br>28,46<br>17,37<br>32,16<br>20,73         | 75,58<br>57,80<br>75,58<br>35,24<br>75,58<br>57,81<br>75,58<br>35,24<br>35,24<br>35,24<br>35,24<br>35,24<br>35,24<br>35,24<br>35,24 | 156,52<br>145,41<br>125,74<br>117,12<br>104,54<br>93,48<br>85,29<br>84,07<br>48,51<br>65,47<br>45,44           |
| $\varphi = 3^{\circ}$ 111<br>220<br>311<br>331<br>422<br>511<br>333<br>531<br>620 | 74,66<br>58,92<br>6,05<br>61,45<br>36,46<br>51,38<br>42,32<br>42,06<br>29,83<br>19,12<br>32,41<br>21,54 | 76,61<br>58,97<br>36,93<br>76,61<br>36,93<br>76,61<br>58,98<br>76,60<br>36,94<br>36,93<br>76,61<br>58,98                            | 156,54<br>145,42<br>175,96<br>125,84<br>117,40<br>104,69<br>94,01<br>85,52<br>85,58<br>52,09<br>65,79<br>46,88 |

1./ {100} orientációju Si kristály ferde reflexióinak szögkoordinátái /CuK<sub>d</sub> sugárzás, φ = 1, 2, 3/.

| Krist.felület<br>orientációja | Reflexió<br>/hkl/   | ß   | 3   | B+ð   |
|-------------------------------|---|---|---|---|
| 110                           | 111<br>220<br>311<br>400<br>331<br>422<br>511<br>440<br>531<br>620<br>533 | 67,87<br>63,66<br>32,32<br>59,71<br>39,78<br>38,38<br>50,02<br>34,16<br>44,25<br>31,00<br>40,79<br>24,82<br>20,33<br>9,27<br>23,99<br>18,89           | 68,49<br>68,49<br>39,82<br>68,49<br>39,82<br>39,81<br>68,50<br>39,83<br>68,50<br>39,82<br>68,50<br>39,82<br>39,82<br>39,82<br>39,82<br>68,50<br>68,50<br>68,50  | 163,58<br>137,976<br>155,76<br>127,77<br>126,65<br>114,08<br>105,41<br>95,34<br>92,81<br>84,50<br>85,36<br>65,76<br>23,85<br>49,88<br>39,25 |
| 111                           | 111<br>220<br>311<br>400<br>331<br>422<br>511<br>333<br>531<br>620<br>533 | 73,61<br>49,72<br>57,93<br>61,82<br>47,85<br>37,31<br>51,69<br>39,61<br>30,20<br>39,60<br>39,60<br>39,60<br>39,60<br>39,76<br>32,76<br>17,96<br>21,26 | 82,59<br>51,63<br>62,82<br>82,59<br>51,64<br>38,32<br>82,59<br>51,64<br>38,31<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>62,82<br>82,59<br>51,63<br>62,82<br>82,59<br>51,63<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,31<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,31<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32<br>8,32 | 153,07153,19153,19130,10124,49118,75114,98103,9493,9984,3885,3585,3563,6665,8241,1142,70  |

- 42 -

2./ {110} és {111} orientációju Si kristály ferde reflexiónak szögkoordinátái. /CuK $_{\alpha}$  sugárzás, beesési szög =, 2°./

| Krist.felület<br>orientációja | Reflexió<br>/hkl/                                    | в   | З   | β+δ   |
|-------------------------------|--|---|---|---|
| 100                           | 111<br>220<br>311<br>331<br>422<br>511               | 69,27<br>47,24<br>52,43<br>37,72<br>19,59<br>20,25                            | 71,23<br>47,27<br>71,22<br>71,23<br>47,28<br>71,22                            | 150,11<br>134,51<br>109,21<br>77,94<br>46,72<br>41,68                             |
| 110                           | 111<br>220<br>311<br>400<br>331<br>422<br>511        | 60,92<br>55,76<br>50,36<br>12,92<br>6,94<br>35,86<br>25,49<br>17,47           | 61,99<br>61,99<br>61,99<br>13,08<br>13,06<br>62,00<br>61,99<br>62,00          | 159,32<br>125,10<br>111,02<br>94,05<br>39,25<br>77,40<br>54,64<br>37,34           |
| 111                           | 111<br>220<br>311<br>400<br>331<br>422<br>511<br>533 | 71,61<br>34,41<br>47,72<br>53,49<br>31,83<br>38,72<br>13,40<br>13,77<br>13,77 | 80,15<br>37,91<br>54,34<br>80,16<br>37,92<br>80,15<br>37,90<br>54,34<br>54,34 | 145,87<br>147,61<br>113,24<br>108,11<br>90,89<br>78,11<br>35,55<br>30,79<br>30,79 |

- 43 -

3./ {100} {110} {111} orientációju Si kristály ferde reflexióinak szögkoordinátái. /Fe Ka sugárzás, beesési szög = 2°./

| Krist.felület<br>orientációja | Reflexió<br>/hkl/                      | β   | З   | B+8  |
|-------------------------------|--|---|---|--|
| 100                           | 111<br>220<br>311<br>331<br>422<br>511 | 71,03<br>51,33<br>55,76<br>16,71<br>43,08<br>29,61<br>29,95 | 72,86<br>51,36<br>72,86<br>17,44<br>72,86<br>51,37<br>72,85 | 152,52<br>138,77<br>115,60<br>90,10<br>88,68<br>68,81<br>61,43 |
|                               | 531                                    | 10,28   | 72,86   | 21,04  |
| 110                           | 111<br>220<br>311                      | 63,55<br>50,77<br>7,93                                      | 64,45<br>64,45<br>26,17                                     | 160,91<br>71,30<br>169,71                                      |
|                               | 400<br>331                             | 26,10<br>23,79<br>41,58                                     | 26,17<br>26,17<br>26,17<br>64,45                            | 111,56<br>89,87<br>88,90                                       |
|                               | 422<br>511                             | 15,25<br>33,55<br>2,66                                      | 26,18<br>64,45<br>26,17                                     | 51,81<br>71,31<br>8,70   |
| 1 招帮 1                        | 531                                    | 4,98  | 64,45   | 10,49  |
| 111                           | 111<br>220<br>311                      | 73,10<br>40,65<br>51,68                                     | 81,06<br>43,41<br>57,59                                     | 148,57<br>149,32<br>119,94                                     |
| abust statute                 | 400<br>331                             | 38,44<br>21,79  | 43,42 23,56   | 103,13<br>89,95  |
| augitees,                     | 422<br>511<br>333<br>531               | 26,17<br>26,29<br>26,29<br>12,32                            | 43,41<br>57,59<br>57,59<br>81,06                            | 66,06<br>57,90<br>57,90<br>24,80                               |

4./ {100} {110} és {111} orientációju Si kristályok ferde reflexióinak szögkoordinátái. /Co Ka sugárzás, beesési szög = 2°/

- 44 -

| Krist.felületi<br>orientációja | Reflexió<br>/hkl/ | β                                | ٤                                | β+δ                               |
|--------------------------------|-------------------|----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|
| 100                            | 111               | 64,98                            | 67,24                            | 144,11                            |
|                                | 220               | 35,97                            | 36,02                            | 122,57                            |
|                                | 311               | 43,69                            | 67,23                            | 92,16                             |
|                                | 331               | 20,47                            | 67,24                            | 42,72                             |
|                                | 111               | 54,28                            | 55,83                            | 155,55                            |
| 110                            | 220               | 48,00                            | 55,83                            | 111,85                            |
|                                | 311               | 40,76                            | 55,83                            | 92,83                             |
|                                | 331               | 16,14                            | 55,83                            | 35,77                             |
|                                | 111               | 67,95                            | 77,96                            | 139,24                            |
| . 111                          | 220<br>311<br>331 | 10,05<br>36,93<br>45,20<br>22,56 | 20,06<br>45,92<br>77,96<br>77,96 | 158,48<br>93,64<br>91,67<br>45,65 |

5./ {100} {110} és {111} orientációju Si kristályok ferde reflexióinak szögkoordinátái. /Cr Ka sugárzás, beesési szög = 2°/

A ferde reflexiókkal készitett topogramok előnyeit egy példán mutatjuk be [50].

A 9. ábrán {111} orientált kristálylapka projekciója látható. A kristálylemez felülete esetünkben merőleges a projekció sikjára.

Hozzunk létre olyan feltételeket, hogy a (311) sikok reflektáljanak. A beeső nyalábnak ilyenkor a (311) pólus körül elhelyezkedő  $\theta_{\rm C} = 90^{\circ} - \theta$  sugaru reflexiós körön kell áthaladnia.





Ha a beeső nyaláb a <u>P</u> ponton keresztül érkezik /egyenes reflexió/ a beesési szög negativ, a kristály pereme eltakarja a primer nyalábot, és reflexió nem jöhet létre.

Ha a sugárnyaláb az  $F_1$  és  $F_2$  pontokon halad át, ferde reflexiót állitottunk elő, és a primer nyaláb surolja a kristályfelületet.

Ha a  $\theta_{\rm C}$  köriven tovább haladunk, a reflexiós feltételek továbbra is érvényesülnek, de a beesési szög eközben folyamatosan növekedik. Mivel a beesési szög arányos a behatolási mélységgel, a behatolási mélységet/elméletileg/nullától kiindulva, a kivánt feladatnak megfelelően <u>folyamatosan</u> szabályozhatjuk. A ferde reflexiók segitségével 0,1 µm-es felületi hártyákról is készithetünk reflexiós topogramot, jelentősen képtorzulás nélkül, és anélkül, hogy a hordozókristály hibaszerkezete megjelenne a topogramon.

### e./ Járulékos "fantom" reflexiók

A nagyobb kristályfelületekről készitett topogramokon gyakran megjelennek idegen, "fantom" reflexiók. Ezeket az hozza létre, hogy divergencia növelésével a kivánt sikokon kivül más sikseregek is reflexiós helyzetbe kerülnek. A kivánt és a járulékos reflexiós átlapolják egymást és zavarják a topogram kiértékelését.

A járulékos reflexió keletkezését megelőzhetjük, ha a reflexió geometriai viszonyait sztereografikus projekcióban ábrázoljuk és ennek alapján módositjuk a reflexiós helyzetet [47].

A módositást a következő szerkesztés segitségével végezhetjük el: A kristályt a sztereografikus projekcióba helyezzük el, és itt bejelöljük a kivánt /hkl/ reflexiós sik pólusát /10. ábra/. Első lépésben Wulff hálót a középpontja körül elforgatva az egyenlitőre visszük a projekcióban ábrázolt /hkl/ pólust. Az egyenlitőn a /hkl/ pólustól kiindulva a középpont felé 90° -  $\Theta$  szöget mérünk le és akkor megkapjuk az <u>A</u> pont, majd a /hkl/ póluson áthaladó nagy körön ugyanazon szöget lemérve a <u>B</u> pont helyét. Az A és B-t összekötő egyenesre állitott felező merőleges kimetszi az egyenlitőn fekvő <u>C</u> pontot. A <u>C</u> pont a középpontja annak a <u>K</u> reflexiós körnek, melynek minden egyes pontja a pólustól 90° -  $\Theta$ szögtávolságra fekszik [47]. <u>Reflexió akkor jön létre, ha a</u> beeső sugárnyaláb áthalad a <u>K</u> reflexiós köriven.

<u>A szerkesztést ezután minden egyes számbajöhető inten-</u> ziv reflexióra elvégezzük. /A szerkesztés hosszadalmas munkáját TURNER és munkatársai számitógépekkel végezték el és az általuk kapott diagramok közül a ll. ábrán réz egykristály (11) felületéhez tartozó reflexiós köröket mutatjuk be, Co Ka sugárzást feltételezve [47].

Miután ezzel elkészültünk, a beeső sugárnyaláb divergenciáját a projekcióban egy meghatározott méretű "divergencia ablak" formájában ábrázoljuk. Az ablak iv-méreteit / $\beta_i$ / a fókuszméret / $a_i$ /, a minta felületének a beeső sugárra állitott merőleges sikra eső vetülete / $d_i$ / és a fókusz-kristály távolság /D/ határozzák meg, a következő egyenlet szerint:

$$tg\frac{\beta_i}{2} = \frac{d_i + a_i}{2D}$$

ahol i = x, y, a minta felületének koordinátái.



<sup>10.</sup> ábra Reflexiós körök szerkesztése



ll. ábra {lll} orientált réz egykristály reflexiós körei, Co K<sub>d</sub> sugárzást feltételezve [47].

Tekintettel arra, hogy a<sub>i</sub> ≪d<sub>i</sub> ≪D, az egyenlet egyszerübb formában is irható:

 $\beta \cong \frac{d}{D}$ 

A divergencia "ablakkal" körülvesszük a beeső sugárnyalábot a sztereografikus vetületen. Ha az ablak területén több reflexiós köriv egyidejüleg áthalad, ugy a hozzájuk tartozó reflexiók is mind megjelennek a topogramon. Pl. a 16. ábrán bemutatott körülmények között egyidejüleg létrejön a (220), (200), (311) és (020) reflexió, A kiválasztott reflexióhoz tartozó köriven továbbhaladva találhatunk olyan beesési irányokat, ahol más köriv nem metszi a divergencia ablakot, vagyis zavaró reflexiók nem keletkeznek.

Hasonló a helyzet, ha a reflexió nem a topogramon ad többlet feketedést, hanem a járulékos reflexió energiát von el a hasznos reflexióból. Ez a világos vonalrendszer a topogramokon kevésbé zavaró, és az előbbiek szerint kissé elorientálva a kristályt, helyzete eltolható vagy megszüntethető.

### 6. <u>Példák a "ferde" felületi reflexiós felvételek alkalma-</u> zására a félvezetőkutatás területén

A félvezető technológiai kutatások területén elsőként JULEFF, LAPIERRE és WOLFSON alkalmazták az általuk kialakitott ferde "skew" reflexiós topográfiát [50, 51]. A kutatásokat Westinghouse Space and Defense Center-ben, majd a Sylvania Electronics Products Inc.-ban végezték. Vizsgálataik tárgya: katonai megrendelésekre készült érzékeny integrált erősitő áramkörök. Ezért elsősorban az észlelt rácshibák <u>szerkezeti</u> sajátosságairól számoltak be, a hibák <u>elektromos hatásáról</u> nem közöltek információkat.

- 51 -

A topográfiás vizsgálataik egy részét bórral diffundáltatott planár eszközökön végezték. Az alapanyag As-el adalékolt  $3.10^{-3}$  ohmom-es Si kristálylapka volt, melyre 7 µm vastagságban 2,1-ohmom-es As-el adalékolt epitaxiás réteget növesztettek. A hátoldal osiszolt, az aktiv felületet kémiai-mechanikai eljárással polirozták. A diffuzió közben a bórt BBr<sub>3</sub> forrásból, 1250 C<sup>0</sup>-on vitték a kristály felületére, a szilárd oldhatóság határát elérő koncentrációban. A végső diffuziós profilt 15 percig 1250 C<sup>0</sup>-on végzett hőkezeléssel alakitották ki, 7 µm mélységben.

A felületen termikus oxidációval és fotoreziszteljárással 50 µm átmérőjü diffundált átmeneteket készitettek.

A felületi reflexiós topográfiás képek alapján a következő megállapitásokat tették: a bórral diffundáltatott területeken belül és a környező kristálytartományokban (110) irányokban huzódó Lomer-Cottrell tipusu un. "misfit" diszlokációk jelentek meg. A diszlokációk keletkezését a bórdiffuzió keltette <u>rácskontrakcióval</u> indokolták, mivel a kontrahált /diffundált/ és a környező tartományok között <u>mechanikai feszültségek</u> ébredtek. Mivel a diffuzió hőmérsékletén a Si plasztikusan deformálódik, nem volt annak akadálya, hogy a mechanikai feszültségek hatására diszlokációk keletkezzenek. A felületi reflexiós felvételek a hüvelyk-átmérőjü szeleteknek kb. 30 %-át ábrázolták.

A szerzők összehasonlitják a felületi reflexiós technikát az ugyanazon részekről transzmissziós Lang-metodikával készült topogramokkal. Megállapítják, hogy az utóbbinál a felvétel kiértékelését megnehezitette a hátoldalon található mechanikai sérülések kontrasztja, és a finom felületi diszlokációhálózat nem volt látható. A felvételi idők aránya kedvezőbb, a reflexiós technikánál: az expoziciós idő 8 perc /!/, A Lang-felvételnél pedig 10 órára volt szükség.

- 52 -

Hasonló szerkezetű rácshibákat találtak foszforral diffundált felületi strukturák vizsgálatainál. A foszfort 1000 C<sup>0</sup>-on vitték rá a lemezekre, az 1250 C<sup>0</sup>-on 30 perc alatt kialakitott átmenet mélysége 6 µm. Az alapanyag 13 ohmom-es As-el adalókolt, kémiai-mechanikai technikával polirozott kristály volt.

A topogramok alapján megállapitották, hogy a misfit diszlokációk a diffundált részeken és a környező területeken egyaránt megjelentek. A diffundált területek diszlokációsürüsége néhányszor 10<sup>4</sup> diszlokáció/om<sup>2</sup> volt; ez a sürüség megfelel a rácskontrakció alapján számitott hibasürüségnek. Mivel a diszlokációk az átmenet <u>aktiv rétegeiben keletkeztek</u>, a szerzők szerint érezhető hatással voltak az átmenet elektromos jellemzőire.

Planár tranzisztorokon kivül kész integrált elemeket tartalmazó kristályokat is tanulmányoztak. A hordozóra As-el adalékolt 0,3 ohmom-es 7 µm vastagságu epitaxiá<sup>s</sup> réteget növesztettek, a szigetelő diffuziót ezen a felületen készitették.A bór diffuziós szigetelő sávokat 1250 C<sup>0</sup>-on termikus oxidrétegen nyitott ablakokon keresztül alakitották ki.

A diffuziós sávokban és a <u>környezetükben</u> /!/ <Ĩlo> irányu sürü diszlokációhálózatokat figyeltek meg.

Topográfiával tanulmányozták az "eltemetett" diffuziós struktura okozta feszültségek hatását. A hordozó 10 chmomes bórral adalékolt kristály, a bórdiffuziót 1250 C<sup>0</sup>-on végezték el, majd a szeletre 6 µm vastagságban 0,15 chmom-es As-al adalékolt epitaxiás réteget növesztettek.

A (220) -tipusu ferde reflexiós felvételek esetében Cu Kg sugárzás behatolási mélysége mindössze 0,1 /um /a reflektált uyaláb 50 %-a ennél <u>kisebb</u> mélységből érkezik/, tehát a topográfiás képet közvetlenül a felületről reflektálódó sugárnyaláb hozza létre. A csekély behatolási mélység ellenére a 6 µm vastagságu epitaxiás réteggel fedett bórral diffundáltatott részek megjelentek a topogramon!

Ferde csiszolatok segitségével megállapitották: ennek nem lehetett az az oka, hogy az epitoxiás rétegbe tovább diffundált bór adalék, amivel a bór az epitaxiás növesztés közben az epitaxiás réteg vastagságának csak 20 %-át érte el.

A megfigyelt jelenséget ugy magyarázták, hogy a bórral diffundáltatott sávok környezetében fellépő feszültségek az <u>epitaxiás rétegen keresztül</u> is éreztetik hatásukat, mintegy "áthatolnak" az epitoxiás rétegen. A feszültség rugalmas jellegű; epitaxiás rétegben diszlokációk nem keletkeztek.

A fentieket összefoglalva megállapithatjuk, hogy a felületi planárstrukturák vizsgálatánál a "ferde" felületi reflexiós technika a Lang-topográfiához viszonyitva jelentős előnyökkel rendelkezik. /IV. Táblázat./ A felületi rétegek <u>elkülönitett</u> topográfiás vizsgálata feltétlenül indokolt, mivel az <u>eszközök müködését ezek a tartományok határozzák meg.</u> A ferde reflexiós módszerrel, a behatolási mélység ismeretében más és más beesési szög alatt rétegenként, fokozatosan befelé hatolva készithetünk ronosolásmentes "réteg" felvételeket.

Az a tény, hogy a ferde felületi reflexiós felvételek készitése még nem olyan elterjedt, mint a Lang-topográfia, azzal magyarázható, hogy az eljárás még viszonylag uj és a kereskedelemben még nem kaphatók az ilyen célokra alkalmas topográfiás kamrák [2].

- 54 -

## IV. Táblázat

- 55 -

Röntgendiffrakciós topográfiás technikák /transzmissziós, illetve reflexiós/ összehasonlitása.

| <u>Megnevezés</u>                             | <u>Transzmissziós</u><br><u>topogr</u>   | <u>Reflexiós</u><br>áfia  |  |
|---|--|---|--|
| Detektálás tarto-<br>mánya                    | A kristálysze-<br>let teljes vas-<br>tagsága   | 0,1-tól néhány µm-<br>es felületi réteg   |  |
| Röntgendiffrak-<br>ciós elrendezés            | Szalagalaku kép<br>szimultán pász-<br>tázással   | Vonalforrás felü-<br>leti képet produká<br>nincs pásztázás                              |  |
| Kép minősége                                  | Egyenletes, a<br>hajlitott kris-<br>tályokhoz osz-<br>oilláció szüksé-<br>ges [4]      | Nem egyenletes,az<br>elrendezés geomet-<br>riájától függ                                |  |
| Felvételi idő                                 | Hosszu expozici-<br>ós idő, 1-24 óra   | Expoziciós idő ál-<br>talában 5-15 perc   |  |
| Alkalmazás Si esz-<br>közök gyártásakor       | Kiinduló alapa-<br>nyag és epitaxiá-<br>lis réteg számára<br>ideális                   | Legjobban bevált <u>s</u><br>felületi rétegek<br>hibáinak regiszt-<br>rálására          |  |
| A speciális müsze-<br>rezettség költsé-<br>ge | Mérsékelten magas<br>/6000-től 10.000<br>dollárig/                                     | Alacsonytól mérsé-<br>keltig terjedhet,<br>/2000-4000 dollár/                           |  |
| Módszerek fel-<br>használhatósága             | Hasznos a labora-<br>tóriumok és az<br>ipar számára,több-<br>féle beszerzési<br>forrás | Előrehaladott fej-<br>lesztési állapot-<br>ban kereskedelmi<br>forgalomban nin-<br>csen |  |
| Próbatest és<br>előkészités                   | Mindkét felület-<br>nek simának és<br>finomnak kell<br>lennie                          | Csak a vizsgálan-<br>dó felületet kell<br>simává tenni                                  |  |

### 7. <u>A fokozott hibaérzékenységű többkristályos diffraktomet-</u> ria-topográfia alkalmazása a félvezető kutatásban.

A két, illetve többkristályos diffraktometriát és topográfiát elsősorban a rendkivüli <u>hibaérzékenység</u> jellemzi. A "hibaérzékenység" alatt azt értjük, hogy egy adott módszer milyen mértékü rácstorzulásokat képes még kimutatni /a diffraktometriánál/ vagy láthatóvá tenni /a topográfiánál/. A fokozott hibaérzékenységre jellemző, hogy a többkristályos felvételi technikákkal a kristályrács 1:10<sup>9</sup> nagyságrendű relativ változásait érzékelhetjük!

A félvezető egykristályok vizsgálatánál általában akkor fordulnak az emlitett módszerekhez, ha:

- 1./ A rácsparaméterek igen kismértékü eltolódásait kivánjuk indikálni. A rácsparaméterekben bekövetkezett változások alapján következtethetünk a kristályban található adalékok mennyiségére, eloszlására, illetve azoknak a kristályrácsra gyakorolt hatására.
- 2./ A kristályrács szerkezeti tökéletlenségeire jellemző <u>számszerü</u>, matematikailag is értékelhető <u>adatok</u> birtokába kivánunk jutni. Ilyen jellemzőket a többkristályos diffraktométerek által felvett <u>vonalprofilok</u> értékelésekor nyerhetünk, mivel a reflexiós vonalak alakja és szélessége jellemző a kristályrács szerkezeti tökéletességeire [17].

A kétkristályos módszerek előnyeik mellett bizonyos fogyatékosságokkal is rendelkeznek, melyek elsősorban a különleges hibaérzékenységből fakadnak.

A kétkristályos topogramok készitésénél pl. nehézségeket jelent, hogy a fokozódó hibaérzékenységgel <u>csökken a</u> <u>rendszer geometriai felbontása.<sup>\*</sup> A nagyobb hibaérzékenységü</u> eljárás ugyanis a diszlokációk vagy más rácshibákat övező feszültségterek gyengébb összetevőit is érzékeli, ezáltal a rácshibák a felvételen kiterjedt kontrasztot okoznak. A Lang-tipusu egykristályos módszerrel készült topogramokon a diszlokációs vonalak szélessége 50-30 µm, a kétkristályos technikával készült felvételen a diszlokációknak 100-300 µm szélességü tartományai megjelennek, tehát csökkent a felbontható diszlokációsürüség. A kétkristályos topográfia felbontóképessége ~ 10<sup>3</sup> diszl/cm<sup>2</sup>, mig a Leng-topográfiáé max. 10<sup>5</sup> diszl/cm<sup>2</sup>./

Mivel a kétkristályos módszerek a rácsparaméterek igen kis megváltozásait érzékelik, fokozódnak <u>a követelmények</u> a mérés /ill. felvételkészités/ <u>hőmérséklet-stabilitásával</u> <u>kapcsolatban.</u> Ha a minta wagy a referencia kristály hőmérséklete csak néhány tized, vagy század fokkal megváltozik, a rácsparaméterek is megváltoznak és a reflexiós feltételek többé már nem teljesülnek, vagyis a mérés meghiusul.

A müszerek felépitését a nagyfoku <u>mechanikai stabili-</u> <u>tás jellemzi,</u> és különleges /pl. folyadékon uszó/ <u>rezgésmen-</u> <u>tes</u> alapozással készülnek. /Kereskedelmi forgalomban ilyen berendezés nem kapható./

A fentieket összegezve megállapithatjuk, hogy a két, illetve a többkristályos diffraktometria és a topográfia elsősorban preciziós laboratóriumi mérési feladatok megoldására alkalmasak, segitségével a Lang-módszer kvalitativ eredményeit jól kiegészitő, kvantitativ adatokhoz juthatunk.

A következőkben a félvezető kutatás szempontjából érdekesebb vizsgálatokat tárgyaljuk.

A geometriai felbontóképességen a kristályon található azon rácshibák legkisebb távolságát értjük, melyeket a topográfiás képen még elkülönitve láthatunk. HART az általa kidolgozott speciális <u>kétkristályos</u> <u>diffraktrometriával</u> Si egykristályokban preciziós rácsparaméterméréseket végzett [3].

A mérési elrendezés vázlata a 2. ábrán látható.

A referencia /A/ a mérendő /B/ kristályt szimmetrikus, transzmissziós elrendezésben erősitette a diffraktométer tengelyeire. A reflektáló sik merőleges volt a kristálylapkák felületére. A mérési elrendezés lehetővé teszi, hogy két kristályról <u>egyidejüleg</u> vehessük fel a B-kristály forgatásával a /h, $\overline{h}$ / és a / $\overline{h}$ ,h/ reflexiós görbét. /A h és  $\overline{h}$  elnevezés arna utal, hogy a sugárnyaláb a két kristály megfelelő rácssikjainak azonos /h,h/ vagy ellentétes oldaláról (/ $\overline{h}$ ,h/ vagy /h, $\overline{h}$ /) reflektálódik. Esetünkben a nyaláb ellentétes oldalról, <u>egyidejüleg</u> indul ki./

Ha a két kristály rácsparaméterei pontosan azonosak, a reflexiós helyzetben a reflexiós sikok párhuzamosak, vagyis a B kristály forgatásánál az l és 2 detektor <u>egyidejüleg</u> észleli a reflexiós maximumot. Ha a rácsállandók között eltérés van, a két detektor a B kristály  $\Delta \beta$  elforgatásakor két különalló maximumot jelez.





HART által kidolgozott kétkristályos diffraktométer elvi vázlata [3]. Ez a szögelfordulás független a hullámhossztól, tehát az elrendezés akromatikus mérésekre nyujt lehetőséget és a karakterisztikus nyalábok spektrális szélessége nem rontja a pontosságot.

Ha az A és B kristály rácsparaméterei  $/d_A$  és  $d_B / kl-$ lönbözőek, a detektorok a reflexiós helyzetet  $\Delta \beta$  szögeltolódással érzékelik. A két csucs közötti szögkülönbség:

$$\Delta \beta = 2 \left( \Theta_{A} - \Theta_{B} \right) = 2 \Delta \Theta$$

ahol  $\boldsymbol{\theta}_A$  és  $\boldsymbol{\theta}_B$  az A és a B kristályokhoz tartozó reflexiós szög.

A Bragg-egyenlet szerint:  $2d_A \cdot \sin \theta_A = \lambda = 2d_B \sin \theta_B$ . Ha  $d_B - d_A = \Delta d$  kicsiny,

 $\Delta \beta \cong 2 \ tg \theta \ \cdot \ \Delta d \ d$ 

Mivel a kétkristályos diffrakciós görbék félértékszélessége kb. 10<sup>-6</sup> rad., továbbá a szimmetrikus csucsok helyzete 0,1 %-os pontossággal határozható meg, a Bragg-szögek egyezése, illetve a rácssikok azonossága elméletileg 10<sup>-9</sup> pontossággal mérhető.

Ha ilyen nagy pontosságu mérésre törekszünk a két kristályt 0,001 C<sup>0</sup>-on belül azonos hőmérsékleten kell tartani. HART szerint, mivel a <u>két kristály azonos anyagból készült</u>, a hőmérsékletazonosság a mérés időtartamán belül minden különösebb nehézség nélkül biztositható.

A tényleges mérést gyakorlati okokból más elrendezésben hozták létre /13. ábra/.

A referencia kristályt U-alakura képezték ki, és a két diffrakciós görbét mozgatható zár segitségével különitették el.

Azonos Si kristályokat helyezve a mérőkészülékbe, megállapitották, hogy a mérés szisztematikus hibája 0,6.10<sup>-7</sup>. A további méréseknél referencia kristály 100 ohmcm-es zónázott Si kristály, a minta foszforral adalékolt 0,001 ohmcm-es diszlokációmentes Si kristály volt.

Megállapították, hogy a relativ rácsparaméter eltérés a két kristály között  $\frac{\Delta d}{d} = 1,1.10^{-4} \pm 0,02.10^{-4}$ . A szubsztituciós foszfor hatására keletkezett rácskontrakció mértéke megegyezett a foszfornak az irodalomból ismert kontrakciós hatásával [53].

Előzőleg Lang-topográfiával megállapitották, hogy a mintául szolgáló kristályban a növesztési tengely (ll) körül "évgyürü"-szerü, változó adalékeloszlásra utaló csikok alakulnak ki. A röntgensugárral megvilágitott felület a kétkristályos spektrométeren 500  $\mu$ m<sup>2</sup>, tehát lehetséges volt meghatározni a minta átmérője mentén az adalékeloszlás ingadozás mértékét. Megállapitották, hogy a relativ rácsparaméter-ingadozás 0,4.10<sup>-4</sup>.

A kétkristályos <u>topográfia</u> fokozott <u>hibaérzékenységü</u> változatát CHIKAWA és AUSTERMAN dolgozta ki [54].

A rendkivüli hibaérzékenységet az alábbi elv alkalmazásával érték el: A hibátlan szerkezetü kristályban a röntgensugárzás, ha a Bragg-feltételeket pontosan kielégitjük, a ráossikokkal & szöget bezáró "sugárlegyenő" alakjában áramlik át. Az energia áramlás <u>iránya</u> fokozott mértékben függ a beesési szög /0/ legkisebb változásaitól, azaz a kristályt "szögelfordulás erősitőnek" is ten'nthetjük [55]. Az erősitési tényező a következő:

$$A = \frac{\delta \alpha}{\delta \Theta}$$

ahol « az energia áramlás iránya és a reflektáló sikok által bezárt szög, 0 a reflexiós szög. A hullámtérben az energia áramlás merőleges a diszperziós felületekre, tehát az erősités a diszperziós felületek görbületének a függvénye. A maximális





erősitést, illetve a legnagyobb görbületet a  $\theta = \theta$  Braggszögnél érjük el.

Szimmetrikus Laue-helyzetben 2 sin<sup>2</sup> 0 Bragg

Amax = Clah

ahol C a polarizációs tényező is  $\phi_h$  az  $F_h$  szerkezeti tényező függvénye a következő egyenlet szerint [56]:

$$\phi_{\rm h} = \frac{\lambda^2}{\pi V} \left( \frac{\sigma^2}{m\sigma^2} \right) |F_{\rm h}|$$

ahol V az elemi cella térfogatát,  $\lambda$  a hullámhossz e,m,c. ismert állandókat jelölik.

BeO kristály /amely CHIKAWA vizsgálatainak tárgyát képezte/ 2110 reflexiójának MoKa sugárzást alkalmazva <u>A</u> = = 0,9.10<sup>5</sup>,  $\theta = \theta_{\rm Bragg}$  szögnél. Ha a kristályból kilépő reflektált nyalábot egy második réssel kollimáljuk, a résből kilépő sugárnyaláb divergenciája /d $\theta$ / a belépő nyaláb divergenciájának ( $\delta \alpha$ ) <u>A</u>-ad részét tartalmazza.

Az első /hibátlan szerkezetü/ analizátor kristályból kiinduló párhuzamos monokromatikus nyalábot a második, mintául szolgáló kristályra ejtve, annak szerkezetét fokozott érzékenységgel tanulmányozhatjuk. /l4. ábra./ Mivel azonban a második rés Frauenhofer-diffrakoióját is figyelembe kell vennünk, megkötést kapunk a második rés szélességére, amely nem lehet 100 µm-nél keskenyebb. Ezért viszonylag vastag, kis abszorboióju analizátor kristalyt kell választanunk, hogy a kivánt mértékben párhuzamos nyalábot a széles második réssel is kialakithassuk. A szerzők szerint a 2 mm vastag BeO kristály alkalmas erre a célra, u.i. a BeO abszorpciós tényezője rendkivül kiosiny /u\_=23,9 om<sup>-1</sup> CuKa sugárzásnál/.



14. ábra CHIKAWA féle kétkristályos topográfiás elrendezés [54].
Az ismertetett kétkristályos elrendezéssel készitett diffrakciós görbék szélessége megközelitette az ideális körülményekre számitott szélességet [56]. A diffrakció görbe mért félértékszélessége, 1,5 szögmásodperc, az ideális pedig 1,4 szögmásodperc! Az eredmények alapján nyilvánvaló, hogy az ismertetett kétkristályos berendezés a sugárnyaláb divergenciájától <u>független</u> mérésekre ad lehetőséget, azaz a <u>diffrakciós görbék gyakorlatilag csak a minta szerkezetére jel-</u> lemző információkat cartalmazzák.

CHIKAWA célkitüzése az volt, hogy a BeO kristályban található inkoherensen ikresedett részeket övező mechanikai feszültségek előjelét meghatározza.

A feszültségtér előjelét több lépcsőben vizsgálta.

Először a szokásos Lang-topográfiával felvételt készitettek az egész kristályról. A topogramon kijelölték a vizsgálandó hibás tartományokat. A deformált részekről ezután un. szekciós topogramot készitettek. /A szekciós topogram keskeny, nehányszor 10 µm-es réssel, állóhelyzetben készül. A sugárnyaláb viszonylag kis divergenciája miatt un. 'Pendellősung" vonalak jelennek meg[57, 58]. A szekciós topogramon a "pendellősung" vonalak sürüsödésének és ritkulásának alapján meghatározható a feszültség jelenléte, illetve a rácstorzulás mértéke./

Ezután u.a. vonalról az előbb ismertetett kétkristályos topográfiával készitettek felvéteit.

A topogramon egymást metsző ferde vonalak jelentek meg, ezek keletkezése és értelmezése bővebb magyarázatot igényel.

A két kristály reflektáló sikjai, melyek merőlegesek voltak a kristálylemezek felületére, az elkerülhetetlen beállitási pontatlanságok miatt nem tökéletesen párhuzamosak. Emiatt a <u>pontos</u> Bragg-feltételek csak a kristály középvonalában teljesülnek /15. ábra/. A szerzők kisérleti körülményei között a topogram felső részén Bragg-szögnél nagyobb, alatta a kisebb szöggel rendelkező tartományok láthatók.

A vonalak alakja diszperziós felületek görbületével magyarázható [56, 59] . A Bragg-helyzethez viszonyitva nagyobb beesési szöggel rendelkező tartományok a diszperziós felületek jobb oldalát, a kisebb szögüek a bal oldalát gerjesztik.

A kristályok közötti elkerülhetetlen orientációeltérés folyamatos és ennek függvényében a gerjesztési pontok végigvándorolnak a diszperziós felületeken. A görbült vonalakat a két diszperziós felület <u>ellentétes</u> irányu görbülete alakitja ki.

A vonalak görbületének <u>meredeksége</u> függ a rácsban lévő feszültségek, vagyis a <u>rácssikok</u> görbületének irányától.

Ha a sikok görbülete <u>azonos</u> irányu a vonal hajlásával, a görbület meredekebb lefutásu, ellenkező esetben lankásabb. A vonalak alakja szerint tehát egyértelmüleg megállapitható a kristálytérben fellépő feszültség, illetve a rácssikok deformálójának iránya.

Az eredmények szerint a BeO kristályokban deformált /ikresedett/ részek környezetében <u>nyomó</u> feszültség alakult ki.

A módszer értékes információkkal szolgálhat, pl. a félvezető eszközök környezetében kialakult belső feszültsé-





- 67 -

gekről. Segitségével egyértelmüleg megállapitható lenne, hogy pl. a planár szerkezetü emitter vagy bázistartományokat <u>milyen</u> <u>irányu feszültségek</u> övezik, ezek milyen kölcsönhatásban vannak egymással és mekkora távolságban érezhető hatásuk.

#### 8. Szimultán reflexiók

Ha a szerkezeti változások csekélyek, illetve csak a felület néhány mikronos tartományaira terjednek ki, a röntgensugár egyszeri reflexiójánál fellépő extinkció kevésnek bizonyul a rácstorzulások kimutatására. Ha a röntgennyaláb a mintául szolgáló kristályban két /megfelelő helyzetben lévő/sikseregen kétszer is törést szenved – ezt az esetet nevezzük "kétszeres reflexiónak" – az extinkciós hatás megsokszorozódik, a csekély kristályszerkezeti változásokat is biztosan érzékelhetjük. A kétszeres reflexió végeredményben megfelel a kétkristályos módszereknek, de a reflexió azonos kristályban ismétlődik meg.

## a./ A röntgensugárzás kétszeres reflexiójának feltételei.

A gyémánt (222) reflexiójának kétszeres visszaverődéséről már 1937-ben beszámolt RENNINGER [60], azóta már többen foglalkoztak a kérdéssel. [61, 62]. Ha a /hkl/ sik egyszeres visszaverődésének megfelelő kétszeres visszaverődésben résztvevő két kristálylapot /h<sub>1</sub>k<sub>1</sub>l<sub>1</sub>/ és /h<sub>2</sub>k<sub>2</sub>l<sub>2</sub>/-nak jelöljük, akkor a kétszeres visszaverődés feltétele:

$$F/h_1k_1l_1 \neq 0$$
  
 $F/h_2k_2l_2 \neq 0$   
 $F/h,k,l = 0$ 

továbbá:

$$h_{1}+h_{2} = h$$

$$k_{1}+k_{2} = k$$

$$l_{1}+l_{2} = 1$$

ahol F/hkl/ a rács szerkezeti tényezője.

A kétszeres reflexió létrejöttének feltételeit a reciprok térben a l6. ábrán tüntetjük fel. /l. jel a <u>beeső nyaláb</u> <u>iránya,</u> 2. illetve 2' az első reflexió iránya; 3. illetve 3'. a második reflexió vagyis a <u>kilépő sugárnyaláb</u> irányát jelzi./

A (222) kétszeres reflexió létrejöttéhez szükséges  $\varphi$ , szöget az {111} orientációju kristályszelet saját sikjában való forgatásával állithatjuk be. A szögelfordulást az  $\langle \overline{110} \rangle$ irány, illetve a beeső nyalábnak a kristályfelületére eső vetülete között mérjük. /A (222) egyszeres reflexiónak megfelelő kétszeres reflexió <u>iránya</u>, továbbá a <u>beeső nyaláb</u> és a kristályfelület <u>normálisa</u> azonos sikban fekszik, tehát a kétszeres reflexiót "egyenes" reflexiónak tekinthetjük./

A szakirodalomban a kettős reflexiók "Umweg" elnevezése a kristálynak a saját sikjában való elforgatására utal, ti. az adott egyszeres reflexiós helyzethez tartozó kettős reflexiók a kristály forgatásával állithatók be /17. ábra/.

A körülfordulás bizonyos helyzeteiben ujabb és ujabb sik-kettősök kerülnek reflexiós helyzetbe, a szerkezeti tényezők függvényében változó intenzitással. A reflexiók sorozata /az Umweg pattern/ /18. ábra/ az (111) sikok szimmetriájának megfelelően, a körülfordulás közben 30<sup>0</sup>-onként ismétlődik.

#### b./ A kétszeres reflexió mérése és alkalmazása

A röntgensugár kétszeres reflexiójának intenzitása az egyszeres reflexiókhoz viszonyitva igen gyenge, emiatt az egyszeres reflexióhoz tartozó helyzetben mérése csaknem lehetetlen. A kétszeres reflexiót ezért azoknál a reflexiós szögeknél mérik, ahol az egyszeres reflexió a kristályszimmetriának megfelelően kioltást szenved. /A kettős reflexiót más rácssikok hozzák létre, mint az egyszeres reflexiót, tehát ezekre az egyszeres reflexió kioltása nem érvényes./







## 17. ábra

Kétszeres reflexiók vizsgálatára alkalmas diffraktométer vázlatos elrendezése





Si (222) "Umweg" reflexiói a  $\varphi$ ' elfordulás függvényében [63].

- 72 -

A gyémánt tip. rácsszerkezetben azok a reflexiók szenvednek kioltást, melyeknél a hkl indexek páros, illetve páratlan számok <u>keverékei</u> vagy hkl <u>csak</u> páros, vagy páratlan, de h+k+l = 4m+2, ahol m tetszőleges egészszám.

Mivel a (222) sikokról egyszeres reflexió nem keletkezik, /feltéve, hogy a kristály elemi cellája nem torzult/ igy a (222) reflexió kedvező helyzetet biztosit "Umweg" reflexiók vizsgálatára. A sugárdetektort a  $2\Theta_{222}$  szöghelyzetbe állitva, a  $\varphi$ ' szög változtatásával regisztrálhatjuk a Umwegcsucsokat.A Cu K a sugárzásnál a legintenzivebb csucs a (111) - (113) kettős reflexióhoz tartozik, és  $\varphi' = 5,44^{\circ}$ -nál jelenik meg [62] . 18. ábra

Az (111) - (113) kettős reflexiókat félvezető-technológiai vizsgálatokra elsőként KATO és munkatársai alkalmazták. Céljuk az 111 orientált Ge és Si lapkák felületén <u>szeletelés, csiszolás és polirozás után keletkező roncsolt réteg</u> mélységének meghatározása volt.

Első lépésként a kétszeres és az egyszeres reflexiók hibaérzékenységét vizsgálták.

Lemérték az 1000 meshel polirozott Si felületről reflektálódó /I<sub>p</sub>/ sugárzás integrált intenzitását, majd a kémiailag polirozott felületről reflektálódó nyaláb I<sub>k</sub>-intenzitását. Az I<sub>k</sub>/I<sub>p</sub> arány a módszer hiba-érzékenységere jellemző.

Cu K<sub>d</sub> sugárzással végzett vizsgálataiknál ez az  $J_k/I_p$ arány egyszeres reflexiónál 1,97 mig a kétszeres reflexiónál 3,67, <u>tehát a kétszeres reflexiós módszer közel kétszeres</u> <u>hibaérzékenységgel rendelkezik.</u> A felületi sérült réteg vastagságát egymást követő intenzitásmérések és maratások segitségével követték nyomon. Az integrált intenzitást az eltávolitott felületi réteg vastagság függvényében ábrázolták /19/a és /b. ábra/. A felületi roncsolás behatolási mélységének azt a pontot tekintették, amikor a reflektált intenzitás maratás függvényében tovább már nem változott, és a kristály már osak a <u>növesztés közben</u> keletkezett rácstorzulásokat tartalmazza /V. Táblázat/.

A kettős visszaverődés segitségével megvizsgálták epitaxiásan növesztett Si rétegek tökéletességét a rétegvastagság függvényében. Azt tapasztalták, hogy az átmenet környezetében és az epitaxiás rétegben erősen megnövekedett a reflektált intenzitás. Ez a megállapitás csak a bórral dopolt rétegekre vonatkozik, As-al adalékolt rétegeknél ez a jelenség nem volt észlelhető. KATO és munkatársai a kérdéssel kapcsolatban nem nyilvánitottak véleményt. Az ujabb vizsgálati eredmények birtokában [64, 65] megkiséreljük a jelenség értelmezését: a bór atomok kisebb kovalens atomsugárral épülnek be a Si rácsba és kontrakciót okoznak. A kontrahált epitaxiás réteg és a hordozókristály határfeliletén az eltérő rácsállandók miatt feszültségek, illetve rácstorzulások keletkezhetnek. A reflexióképesség növekedését az átmenet környezetében valószinüleg ez okozta. Az As atomok atomsugara közel azonos a Si-al, tehát feszültségek nem keletkezhettek.

KATO és munkatársai mérték a kettős reflexió intenzitását a kristályok diszlokációsürüségének függvényében. Azt észlelték, hogy kb. 10<sup>3</sup> diszl./cm<sup>2</sup> sürüség felett a reflexió képesség a diszlokációsärüség növekedésével közel azonos arányosan növekszik.

Čsszesitve a fentieket, megállapithatjuk, hogy a kettős visszaverődés mérése viszonylag egyszerü, és a kristály felületéről kétszeresen reflektálódó sugárzás <u>intenzitása</u> jellemző a felület átlagos hibaszerkezetére.

- 74 -



## 19/a. ábra

A mechanikailag megmunkált Si-felület kettős reflexióinak integrált intenzitása az eltávolitott réteg(x) függvényében [63].

- 75 -



# 19/b. ábra

A mechanikailag megmunkált Ge kettős reflexióinak integrált intenzitása az eltávolitott réteg (x) függvényében [63].

#### V. Táblázat

Roncsolt réteg vastagsága felületi mechanikai megmunkálás függyényében /lll-orientált kristály [63].

| megmunkálás | minősége át                  | tlagos roncsolt<br>agvastagság /µm/ |
|-------------|------------------------------|-------------------------------------|
|             | Si kristály                  | of herotan a tel be                 |
| szeletelés  | gyémánt vágókés              | 80-40                               |
| csiszolás   | 1000 mes                     | 15-10                               |
| polirozás   | mechanikai polirozás         | 1                                   |
|             | elektromos "                 |                                     |
| homokfuvás  | mart felületen végezve       | ə 7                                 |
|             | szeletelt "                  | 40                                  |
|             | Chambly and han beginned and |                                     |
|             | <u>Ge kristály</u>           |                                     |
| szeletelt   | gyémántkés                   | 15-20                               |
| csiszolt    | 1000 mes                     | 15-20                               |
| polirozott  | mechanikai polirozás         | 2-2,5                               |

## 9. <u>A diffuziós folyamatok vizsgálata kétkristályos diffrak-</u> tométerrel.

Ismeretes, hogy a diffundáltatott bór jelenléte szilicium kristályokban a rács kontrakcióját okozza [66]. Emiatt módosulnak a diffrakciós vonalak, megváltozik a kristály reflexiós képessége, illetve uj vonalak jelennek meg. A röntgendiffrakcióval észlelhető változás a foszfornak sziliciumba történő diffuziójánál is megtalálható [53].

A vonalprofilok tanulmányozásával megállapitották, hogy a diffundáltatott bór és foszforadalékok a kristályrács izotrop és az adalékkoncentrációval arányos összehuzódását idézi elő. Mivel az adalék a felület közelében koncentrálódik, ennél fogva az eredetileg sikfelületű minták a diffundáltatott oldal felől tekintve konkáv formájuak. Gyakorlatilag az

#### - 77 -

egész képződmény olyan merevségü, hogy a diffuzió hőmérsékletén a felülettel párhuzamos diszlokációk alakulnak ki.

BURGEAT és munkatársai a diffundáltatott Si kristályok röntgendiffrakciós vizsgálataival [67, 68] foglalkoztak.

A vonalprofilokat /n;-n/ elrendezésü kétkristályos diffraktométerrel vették fel, a Si (400) reflexiójával. Az első "monokromátor" kristályra érkező primer nyalábot oly mértékben kollimálták, hogy a Ka<sub>1</sub> és Ka<sub>2</sub> komponensek egymástól különváljanak. Ezáltal sikerült a második "minta" kristály reflexiós szélességét kb. 5 szögmásodpercre leszoritani.

Kezdetben az adalékkoncentráció és a diffundáltatott réteg vastagságának függvényében vizsgálták a vonalprofilok, valamint a bórkoncentráció és a diffundáltatott réteg vastagsága közötti összefüggéseket.

A minták 70 ohmcm-es Dash-féle eljárással növesztett n-tipusu szeletek voltak. Kétlépcsős diffuzióval változó mélységü, illetve koncentrációju átmeneteket állitottak elő. Az elődiffuzió után a felületi kontrakció 4.10<sup>-2</sup> % volt.

A <u>26. ábrán</u> a minták sorozatáról készült diffrakciós görbéket mutatjuk be. Az  $A_0$  jelzésü vonal a kiinduló alapanyagról készült. A  $B_1-B_5$  mintákon a behajtási idő függvényében csökkent a felületi koncentráció, illetve növekedett a diffundáltatott réteg vastagsága.

Mivel a felületi réteg a bór diffuzió hatására kontrahál, a mintát olyan kettőskristálynak is tekinthetjük, mely két különböző rácsparaméterrel rendelkező rétegből épül fel.

A reflexiós szög jellemző a rácsparaméterekre, tehát a diffundáltatott mintákon két, egymástól ∆ 0 szögkülönbséggel eltolt maximumot észlelhetünk. A relativ rácsparaméterkülönbség hányadosa arányos a Bragg-szög megváltozásával:

$$\frac{\Delta a_0}{a_0} = - \operatorname{ctg} \vartheta \cdot \Delta \vartheta$$



# 20. ábra

Si kristály {400} reflexiói bórdiffuzió mélységének és az adalék koncentrációjának függvényében. [68]. A B<sub>1</sub> mintáról készült felvétel közvetlenül az elődiffuzió utáni állapotot mutatja be. Az alapkristályra jellemző intenziv csucson kivül 54 szögmásodperccel eltolódott gyenge, széles "járulékos" csucs jelent meg. Az uj csucs intenzitásának csekély volta attól ered, hogy a diffundáltatott réteg vastagsága mindössze 1,9 μm. A behatolási mélység ennél kb. egy nagyságrenddel nagyobb, tehát az alapkristályról lényegesen több sugárzás reflektálódhat. A vonal kiszélesedését pedig feltehetőleg a nagy bórkoncentráció keltette rácstorzulások és az átmenet határfelületén ébredő feszültségek okozták.

Ha a behajtással csökkentjük a koncentrációt, illetve növeljük a rétegvastagságot, a diffrakciós csucsok közelebb kerülnek egymáshoz és a járulékos csucs intenzitása fokozatosan növekszik  $/B_2-B_4/.$ 

A B<sub>5</sub> jelzésü mintában a koncentrációszint olyan alacsony volt, hogy a csucsok már nem bonthatók fel, tehát elértük a mérési módszer lehetőségeinek a határát.

A vonalprofilok részletesebb analizálásával már bővebb információkhoz is juthatunk.

A röntgensugarak szempontjából a szimmetrikus Braggreflexió (400) esetét véve a reflexió ugy játszódik le, mintha egy olyan kristályunk lenne, amelynek (400) sikjai párhuzamosak és valóban sikok, de amelyek d<sub>H</sub> rácssik-távolsága a felülettől számitott <u>z</u> mélység függvényében változik.

A röntgensugarak terjedését a Bragg-helyzet közelében ilyen kristályokban már tanulmányozták [69] és a következő differenciál-egyenletrendszerrel irták le:

 $/1/ \qquad i \frac{\lambda}{\pi} \,\mathcal{J}_{H} \,\frac{dD_{H}}{d_{z}} = \psi_{0} \,D_{H} + H \cdot D_{0} - \alpha D_{H}$   $/2/ \qquad i \frac{\lambda}{\pi} \,\mathcal{J}_{0} \,\frac{dD_{0}}{d_{z}} = \psi_{0} \cdot D_{0} + \psi_{H} \cdot D_{H}$ 

$$\gamma_H = n \cdot s_H = -sin\theta_z$$

ahol

- S<sub>o</sub> = beeső sugárnyaláb középvonalának irányában vett egységvektor
- $\overline{S}_{H}$  = reflektált sugárnyaláb középvonalának irányában vett egységvektor
- n = belépősugár-kristályfelület normálisának irányába vett egységvektor
- $\Theta_{z} = Bragg-szög$

 $\lambda$  = röntgensugárzás hullámhossza  $D_0$  = beeső hullám komplex amplitudója <u>z</u> mélységben  $D_H$  = visszavert " " " "

 $/3/ \qquad \forall_0 = - \frac{\lambda^2}{\pi \cdot V} \cdot Re \cdot F(o)$ 

$$/4/\qquad \forall_{H}=-\frac{\lambda^{2}}{\pi\cdot V}\cdot Re\cdot F(H)$$

Re = klasszikus elektronsugár: 2,817.10<sup>-13</sup> cm

V = elemi rácstérfogat

F/o/ = beesés irányában vett komplex struktura-faktor, /a gyenge koncentrációra való tekintettel elhanyagoljuk a szennyeződéseknek a struktura-faktorokra gyakorolt hatását/

F/H/ = komplex struktura-faktor a visszaverődés irányában.

$$\frac{1}{\sqrt{2}} \alpha_{\rm H} = \lambda^2 \frac{1}{d_{\rm H}^2} - \frac{2\sin\theta_{\rm Z}}{\lambda d_{\rm H}}$$

d<sub>H</sub> = rácssikok közötti távolság, amely a <u>z</u> mélység függvénye

 $X = \frac{D_{H}}{D_{O}}$  által a reflexiók /komplex amplitudók/ viszonyszámát bevezetve

$$\frac{d\mathbf{X}}{d_{\mathbf{Z}}} = \frac{i\mathbf{\pi}}{\lambda^{\text{sin}\Theta_{\mathbf{Z}}}} \left[ \Psi_{\mathrm{H}} \cdot \mathbf{X}^{2} + \left\{ 2\Psi_{\mathrm{o}} - \alpha_{\mathrm{H}}(\mathbf{Z}) \right\} \mathbf{X} + \Psi_{\mathrm{H}} \right]$$

Ebben a d<sub>H</sub> /z/ kifejezésben van egy függvény, amely a kristály szennyeződésének és általános dezorientációjának megoszlásától függ, a szigoru Bragg-feltételhez képest:

$$d_{H}(Z) = d_{H}(0) + \Delta d_{H}(Z)$$

ahol & <sub>H</sub>(O) a minta általános dezorientációja, amely a szögszórásnak tulajdonitható,

Δα<sub>H</sub> (z) járulékos dezorientáció, amely a szennyeződések okozta rácsparaméter változásoknak tulajdonitható.

Rendszeresen változtatva  $\alpha_{\rm H}(0)$ -t és minden esetben kiszámitva X értékét a minta felületén, a /6/ egyenlet numerikus megoldása által /Runge-Kutta módszer, ötödrendü, változó lépésben/ meg tudták határozni a reflexiós görbét a szennyeződések által kiadódó eloszláshoz.

Ahhoz, hogy a kisérleti eredményekkel /amelyeket kettős reflexió által nyertek, ahol az első kristály tökéletes volt/ összehasonlitható eredményeket kaphassanak, meghatározták ennek a görbének konvoluciós alakját az elméletileg tökéletes kristály eloszlási görbéje által, az abszorpció figyelembevételével. Mindezen számitásokban az abszorpciót és az anomális diszpenziót ugy vették számitásba, hogy alkalmazták a komplex szerkezeti faktorokat /és ennél fogva a¥-ket/.

Az ideális megoldás abból állna, hogy meghatározzuk a szennyeződések eloszlását a vonalprofil alapján, levezetve belőle a bór és foszfor diffuzió karakterisztikáit. Az alkalmazott módon csak az ellenkező irányban tudták a számitást végrehajtani, azaz a szennyeződések által kiadódó eloszlásnak megfelelő profil kiszámitását.

A kisérleti feltételek bonyolultsága miatt bizonyos számu feltevést tettek a szennyeződések plauzibilis eloszlásainak kiszámitására, kielégitő, de nem tul nagy hatásfokkal. Ez lehetővé teszi, hogy előnyösen változtassák az eloszlást a röntgendiffrakció elméleti és kisérleti profiljainak egymáshoz illesztése céljára.

- 82 -

A minták általában  $t_{\rm p}$ időtartamu elődiffuzióval készül-nek, amely idő alatt T\_p hőmérsékletre hevitik a gózfázisban lévő szennyezővel, azután a mintát  $t_{\rm d}~(t_{\rm d}>t_{\rm p})$ időtartam alatt diffundálják /behajtás/ szennyező adalékolás nélkül T\_d hőmérsékleten, semleges vagy oxidált atmoszférában.

Elfogadták, hogy a diffuzió követi a Fick-egyenletet, a diffuziós együtthatót állandónak feltételezve:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 C}{\partial z^2}$$

ahol c/t,z/ a szennyező atomok koncentrációja és D a diffuziós együttható. A határérték helyzetek:

a./ c/0,z/=0 b./ A  $\varphi$ /t,C<sub>0</sub>/ szennyezők áramlás /fluxus/ a felszinen keresztül a <u>t</u> időnek és a felületi C<sub>0</sub> koncentrációnak adott függvénye, hogy minden kisérleti helyzetét számba vehessük. Feltételezve, hogy a felületi reakció reverzibilis és elsőrendü [70], akkor az elődiffuzióra ezt kapjuk:

 $\varphi(t,C_o) = Kp(C_e - C_o)h_a t < t_r$ 

ahol C az egyensulyi határkoncentráció, és a diffuzióra:

$$\varphi(t_1C_0) = - Kd.C_0 t > t_p$$
 esetére

Ha szem előtt tartjuk, hogy K és D együtthatónak érezhetően azonos aktivációs hőjük van [71] a következőket kapjuk:

$$/7/$$
  $\frac{K_p}{D_p} = \frac{Kd}{Dd} = K$ 

Egy ilyen rendszer megoldását már GARSLAW és JAGER [72] megadta a hőmérséklet-egyenérték problémájához:

$$C(t,z) = C_{\theta} \left[ G(D_{p} t_{p} + D_{d} t_{d}, z) - G(D_{d} t_{d}z) \right]$$

$$/8/$$

$$G(u,Z) = \operatorname{erfc} \left[ \frac{Z}{2\sqrt{u}} \right] = \exp(kz + k^{2}u) \operatorname{erfc} \left[ \frac{z}{2\sqrt{u}} + k\sqrt{u} \right]$$

A C<sub>e</sub> együtthatót kiküszöbölhetjük, ha ismerjük a koncentrációt egy adott mélységben, a felületen /z=0/ vagy az átmenet mélységében z=Kj/.

Létrehoztak egy programot, amely lehetővé teszi, hogy kiszámithassák egy ordináta segitségével az elméleti diffrakciós profilt, ismertnek tételezve fel a  $D_p$  és  $D_d$  diffuziós együtthatókat, a /7/ egyenletben meghatározott <u>k</u> együtthatót, és /tetszés szerint/ a felületi koncentrációt vagy az átmenet …elységét /Xj/.

Először különböző, az irodalomban található D értékeket véve fel és a metallográfiai módszerrel kisérletileg mért átmenet-mélységek értékeit felhasználva próbálták ki a módszert. Megállapitották, hogy egyáltalán nincs egyezés a kisérleti uton kapott eredményekkel.

Valójában ilyen értékek jelentősen kisebb felületi koncentrációhoz vezetnek, mint azok, amelyek közvetlenül levezethetők a görbe második csucspontjának helyzetéből és a Végard-együtthatóból.

Mivel egyrészt az irodalomból adott a kérdéses diffuziós együtthatók értékeinek szórása, másrészt a szennyeződések eloszlását ábrázoló függvény alakja /8 egyenlet/, amely olyan gyorsan változik, hogy az átmenet-mélység mértékszámának néhány századnyi relativ hibája 100 %-os eltérést okoz a felületi koncentrációban, ezért ezeket a mennyiségeket illeszthető paramétereknek tekintették a további kisérletek során.

Egy automatikus kisérleti program segitségével, amely abból áll, hogy minimalizálják az eltérést a számított és a kisérleti profil között,elég nagy biztonsággal meg lehet határozni a diffuziós együttható és az átmenet mélységének értékeit; a <u>k</u> ismeretlen együttható elvileg szintén megha-



# 21/b. ábra

Az l. jelzésű minta {400} diffrakciós görbéi. <u>a</u> jel. Cuka<sub>l</sub> sugárzás, <u>b</u>.jel. Mokd<sub>l</sub> sugárzás összefüggő vonal: számitott profil, szaggatott vonal: mért profil [68]. tározható ezzel a módszerrel, de a profilra gyakorolt hatása tul kicsi ahhoz, hogy az igy talált értékeket megbizhatónak tekintsük. Fenti körülmények között a két profil közötti egyezés nagyon kielégitő. /21/a. és 21/b. ábra/

Hasonló módon kezeltek bizonyos számi mintát, tanulmányozva a Mo K<sub>dl</sub> és Cu K<sub>dl</sub> sugárzásokkal nyert profilokat megállapitották, hogy

- 1./ elég jó az egyezés ugyanarra a mintára a két sugárfajtának megfelelő profilokkal végzett értékmeghatározások között /IV. Táblázat/. Mégis az igy nyert eredmények elég érezhetően különböznek aszerint, hogy a reflexiós görbe különböző részei közül melyikre helyezünk sulyt a legjobb egyezés keresése folyamán
- 2./ a mért diffuziós együtthatók jó összhangban vannak KURTZ és YEE [73] illetve FULLER és DITZEWEERGER [74] méréseivel.
- 3./ a számitott átmenet mélységek határozottan felette vannak a metallográfia által meghatározott mélységeknek; ezt az eltérést annak a ténynek tulajdonitották, hogy a /8/ egyenlet csak azoknak a viszonylag nagy koncentrációknak esetében érvényes, amelyek egyedül képesek arra, hogy gyakorlatilag meghatározzák a profilt. Akár azért, mert a diffuziós együttható a koncentrációtól függ, akár pedig, mert elektromos jelenségek zavarják meg a diffuziót az átmenet szintjén.
- 4./ az elméleti görbe fő-csucspontja mindig magasabb és keskenyebb, mint a kisérleti görbéé. Ez könnyen magyarázható, az előző meggondolásokon tulmenően, a diffuzió folyamán keletkezett számos diszlokáció jelenlétével, amelyek a kristályban nagyon távolra is elterjednek. Egy másik hibaforrás származhat az elődiffuzió folyamán a felületen

# VI. Táblázat

- 87 -

A diffuziós koefficiens, koncentráció és a diffundáltatott réteg vastagsága bór diffuziójánál.

| Megnevezés  | Minták                                  |   |   |   |
|---|---|---|---|---|
|   | 1                                       | 2                                       | 3                                       | 4                                       |
| elődiff. ideje<br>behajtás ideje<br>hőmérséklete                            | 5 perc<br>420 perc<br>94 C <sup>0</sup> |
| Diffuziós koeffi-<br><u>ciens</u> [10 <sup>-22</sup> ]<br>Kurtz és Yee sze- |   |   |   |   |
| szerint [73]<br>Fuller és Ditzen-   | 0,2                                     | 0,2                                     | 0,2                                     | 0,2                                     |
| berger [74]<br>CuKa sugárzással   | 0,34                                    | 0,34                                    | 0,34                                    | 0,34                                    |
| mérve   | 0,360                                   | 0,370                                   | 0,388                                   | 0,288                                   |
| Átmenet mélysége µm<br>metallográfiai                                       | Lugardu                                 | ensoin a                                |   | 2122 2020                               |
| módszerrel  | 4                                       | 3,8                                     | 3,5                                     | 3,8                                     |
| CuKa sugárzással<br>MoKa sugárzással  | 6,4                                     | 6,08                                    | 6,72                                    | 5,76                                    |
| mérve   | 5,12                                    | 5,21                                    | 4,82                                    | 5,8                                     |
| Koncentráció  |   |   |   |   |
| CuK <sub>d</sub> sugárzással<br>MoKa sugárzással                            | 0,513                                   | 0,515                                   | 0,66                                    | 0,595                                   |
| mérve   | 0,524                                   | 0,492                                   | 0,80                                    | 0,37                                    |

keletkezett diszlokációkból /ami helyileg igen nagy szenynyező koncentrációt tételez fel/, amelyek később eltorzitják az eloszlást, a szennyezők egy részét a felület közelében csapdába fogva. Ennek kellemetlen következménye a profilok egybeesése miatt keletkező zavar, amiért a kiszámitott értékeknek nagyobb lehet a bizonytalansága, különösen a MoKal sugárzásnál a behatolás és a diszlokációra való érzékenység a legnagyobb [69]. Következésképpen a  $D_d$  meghatározása annál jobb, minél inkább olyan sugárfajtákat alkalmazunk, mint a CuKal vagy FeKal, amelyek által kiküszöbölhetők a tulságosan nagy szennyező-koncentrációk és a második görbe-csucshoz tartozó profilra is maximális figyelmet fordithatunk az optimális illeszkedés kutatása során.

5./ a meghatározásra vonatkozó nagy bizonytalanság ellenére ugy tünik, hogy <u>k</u> nagyon kicsi: 10<sup>-3</sup> nagyságrendü.

Hasonló kisérletet végeztek foszforral diffundált mintákkal, az eredmények összehasonlithatóak, de a Végard-együtthatót illetően nagyobb bizonytalansággal terheltek.

Összefoglalva: az ismertetett módszer lehetővé teszi bizonyos elővigyázatosság megtartásával, a diffuziós együttható és a diffuzió által bejuttatott szennyezők eloszlási profiljának meghatározását /20-50 % között/ tökéletes kristályokban.

#### FÜGGELÉK

## I. A topográfia módszerei

1./ <u>SCHULZ:</u> Pontszerü fényforrásból kiinduló divergens "fehér" röntgennyaláb diffraktálódik a kristályról és ezt fotóemulzión rögzitjük. A fehér sugárzás használata biztositja, hogy a nyalábon belül a különböző beesési szögek ekozta diffraktált intenzitásban nincs jelentős változás. A kristályban előforduló elorientáltság hézagokat, vagy átfedett tartományokat okoz a képen, igy tipikusan kb. 20 ivmásodperc nagyságrendű elfordulások érzékelhetők [76].

GUINIER és TENNEVIN [75] hasonló technikát használt átvilágitásos elrendezésben. Polikristályos, vagy nagymértékben torzult egykristályban a különböző szemcséktől és/vagy különböző reflexióktól egyidejüleg sok kép keletkezhet. WEISSMANN kristállyal monokromatizált sugárzást használva osökkentette a reflexiós foltok számát. [77] Továbbá abból a célból, hogy azonositsa az előforduló egyes reflexiókat, a diffraktált nyaláb irányát a prótatesttől különböző távolságokra elhelyezett filmmel határozta meg.

2./ Berg-Barrett /BERG [79] BARRETT [80] HONEYCOMBE [81] /: A vonalfókuszból származó karakterisztikus sugárzás Bragg-szög alatt esik a kristályra. A lemezt a kristályhoz közel elhelyezve kb. egy um-es geometriai felbontás valósitható meg. A kristályban lévő tökéletlenségek következtében az integrált reflexió intenzitása változik a diffraktált nyaláb mentén. NEWKIRK kimutatta, hogy ezzel a technikával egyetlen diszlokáció is felbontható és hogy ennek Burgers-vektorz isérletileg meghatározható [10].

Az előbbinek megfelelő elrendezést Laue-esetben BARTH és HOSEMANN fejlesztette ki [82]. 3./ Kétkristályos módszer /BONSE és KAPPLER 83 BONSE 84 , [85] /. A vonalfókusztól származó röntgensugarak Bragg--reflexiója következik be egy tökéletes referencia kristályról, majd azután a vizsgálandó próbatestről, végül ez keril a filmen regisztrálásra. A referencia kristály és próbatest azonos anyagból vannak, ugy hogy pontosan ugyanazt a reflektáló siktávolságot használhatjuk mindkét kristályban. A reflexiós görbe alakja ez esetben a használt sugárzás Δλ spektrális eloszlástól elvileg független /a diszperzió igy kiküszöbölhető/ és 10-100-szor keskenyebbé válik, /ti. a reflexiós görbe/ mint bármely spektrális vonal. Ez a módszert nagyon alkalmassá teszi kicsiny elhajlási szögek mérésére. Ha a próbatest egy kissé el van orientálva a pontos párhuzamos helyzettől, vagyis a reflexiós görbe oldalán 0,1 ivmásodperc körüli és ennek megfelelően  $\frac{\Delta d_0}{d_0} \lesssim 10^{\frac{5}{2}} \cdot 10^{\frac{5}{2}}$ értékü rácsnyulás van, ez már mérhető változást eredményez a detektálható reflektált intenzitásban. Ilyen nagyságu deformációk az egyes diszlokációk magjától 50-től 100 µm távolságra fordulnak elő a vizsgált anyag fajtájától függően. A kétkristályos elrendezést alkalmazni lehet a próbatestek transzmiszsziós átsugárzásra is. Ha nagyobb hajlást akarunk leképezni. pl. 10 ivmásodpercnél nagyobbat, amilyen egy deformált kristály torzult tartományai, vagy szubszemcséi között fordul elő, akkor a szögdiszperziónak csak részleges kiküszöbölése valósitható meg a reflektáló sikok különböző távolságait tartalmazó "monokromatizáló" kristály alkalmazásával vagy egyszerűen a Berg-Barrett-technika karakterisztikus sugárzása kielégitően használható a különböző orientációju tartományok közötti jó kontraszt előállitására.

4./ Lang-módszer /LANG 78 /

E módszer keretében szalagalaku röntgennyalábot kollimálunk kielégitően kicsiny szög-divergenciával ugy, hogy csak egyetlen karakterisztikus hullámhossz diffraktálódik a kristályról. A rögzitett "átlátszatlan" ernyő lehetővé teszi, hogy csak a diffraktált nyaláb érje el az emulziós lemezt. A kristálynak egy viszonylag nagy térfogata tekinthető át a kristály és a fotólemez szinkronban történő elmozgatásával a beeső nyaláb előtt. A vonal alaku röntgensugár-forrás Barth és Hosemann módszerénél, illetve a keresztirányu mozgással Lang-metodikában ugyanarra az eredményre vezet, nevezetesen, egy horizontálisan, elnyuló területről kapunk képet. Az eléggé bonyolult keresztirányu mozgást megvalósitó berendezés hátrányait a Lang-technikának a következő előnyei kompenzálják: alacsony háttérszint, a szimultán reflexiók kevésbbé zavarnak, mivel erősen kollimált nyalábot használunk és nagyobb felbontást kaphatunk, mivel a fotolemezt a próbatesthez egészen közel tudjuk helyezni.

Ezzel a technikával a rácshibák legtöbbjét észlelni lehetett.

## 5./ Anomális transzmisszió /BORMANN [86]/

Egy tökéletes kristályban a beeső és a diffraktált hullámok alkotják a röntgensugár hullámmező lényegét, amely igy egy álló hullámképet ad, illesztve a reflektáló sikok sorára. Ezen alakzat maximális amplitudó helyeitől függően a hullámtér energiatranszportja rendhagyóan nagy /a sikokkal egybeeső maximumok esetén/ vagy rendhagyóan kiosiny abszorpcióju, ha a maximális pontok a sikok között vannak, /Borrmann-effektus/. Ezért egy tökéletes rendezettségü kristály a pontos Bragg-szögnél képes az interferáló röntgensugarak átvitelére olyan kristályvastagságok esetében, amelyek egyébként egy nem-interferáló röntgensugár nyaláb energiáját osaknem teljes egészében abszorbeálnák. Ha  $\mu_0$ .t > 20 /ahol  $\mu_0$  normál abszopciós együttható, t a próbatest vastagsága/, akkor mind R<sub>h</sub> transzmittált és diffraktált nyaláb, mind R<sub>o</sub> transzmittált direkt nyaláb hasonló intenzitásu és mindkettő alkalmas arra, hogy diffrakciós topogramot nyerjünk általa. A rácshibák az anomális transzmisszióban helyi csökkenést okoznak és ezért mint "árnyékok" láthatók.

#### II. A kontraszt okai

A rácshibák által okozott torzulás helyi mértékére való tekintettel a kristályokat fel lehet osztani dinamikus zónákra, ahol a K, primér és a K, diffraktált hullám a hullámmezőben koherensen egymáshoz kapcsolódik, és kinematikai zónákra, ahol a K<sub>o</sub> a K<sub>b</sub> kapcsolódása már torzitott a tulságosan nagy rácszavarok miatt /BONSE [87] /. A dinamikus zónák helyileg ugy viselkednek, mintha tökéletes kristályok volnának, bár hosszabb tartományon át figyelve őket, az orientációt a reflektáló rácssikok paraméterei folyamatosan változnak. A hullámmező az energia-folyam irányának folyamatos változásával e változásokhoz igyekszik alkalmazkodni, és ennek megfelelően a I<sub>h</sub>/I<sub>o</sub> arány és a K<sub>h</sub> és K<sub>o</sub> komponensek intenzitása is /PENNING és POLDER 88 /. A dinamikus zónáknak helyileg ugyanolyan keskeny reflexiós görbéje van, mint a tökéletes kristálynak / < 10 ivmásodperc/ és különösen hasonló az integrált reflexiós képesség, azaz a reflexiós görbék alatti terület.

### 1./ Homogén tágulás és elhajlasi kontraszt.

Reflexiós technikákban, vagyis ahol a kép a felületen feltöredező nyaláb által alakul ki, a diffrakciós tartományok kontrasztjának legközvetlenebb oka, hogy ezek a zónák a Braggfeltétel által adott diffrakciós csucstól többé-kevésbé eltérülnek. Az eltérülés oka lehet vagy a 0 orientációban, vagy a d rácsparaméterben bekövetkező változás, vagy mind a kettő egyidejüleg. Hogy milyen nagynak kell lenni ennek az eltérülésnek, mielőtt még észlelhető intenzitás-változást okozna, ez függ a diffrakciós feltételek preciz beállitásától, azaz a "rocking-curve" szélességétől /két-kristályos elrendezés/, vagy a  $\lambda$  - hullámhossz eloszlás kiterjedtségétől /szélességétől/. Minden esetre a kontrasztnak arányosnak kelb lenhie.

$$\frac{1}{W} \left( \frac{\Delta d_0}{d_0} \cdot tg\theta + \theta \right)$$

összefüggéssel /ahol W = a reflexiós görbe, vagy a $\lambda$ -eloszlás szélessége/. Mivel a kettős kristály reflexiós görbéje különlegesen keskeny, ez az eltérülés a kontraszt fő oka a kétkristályos technikában. Megjegyzésre méltó, hogy a kontraszt előjele függ a deformáció előjelétől.

#### 2./ Extinkciós kontraszt vagy direkt kép.

A kinematikai tartományokban a helyi reflexiós görbe általában kisebb és szélesebb az integrált reflexiós képesség növekedésével kapcsolatosan, mint a perfekt kristályoké. Diszlokációs magok egészen kb. két µm átmérőig jellegzetesen kinematikai tartományok. Amit közönségesen extinkciós kontrasztnak neveznek, az pontosan a kinematikai tartományok integrált reflexió-képességének az a megnövekedése. Mindazonáltal a diffraktált intenzitás ilyen növekedését csak akkor észlelhetjük, ha a reflexiós görbe is a maga teljes szélességében ki van használva, ugy is mondhatjuk, csakis akkor, ha a beeső nyaláb divergenciája elegendően széles. Ez az eset általában Berg-Barrett, Barth és Hosemann és Lang módszereire áll fent, de nem érvényes a kétkristályos technika esetén. Ezért az előbbi módszerek a kinematikai zónáktól megnövekedett intenzitást adnak, az utóbbi csökkentett intenzitásu lesz, /ha a kinematikai tartomány képe itt egyáltalában szerepet játszik/. A kinematikai kép kontrasztját tehát gyakran ugy emlegetik, mint direkt képet. A kontraszt előjele független a deformáció előjelétől.

#### 3./ Dinemikus kép.

Az a változás, amely a belépő hullámmezőt éri a torzult dinamikus tartományokon való áthaladás közben, illetve után, szintén hozzájárul a kép kontrasztjához, különösen a transzmissziós módszerek esetében. Ezek az effektusok fontosak a h-rendü Fourier együtthatók nagy értékeinél, amely fordítottan arányos az elektromos szuszceptibilitással, amely viszont a F<sub>b</sub> szerkezeti tényezővel arányos.

A reflexiós technikáknál a hullámmező nyalábjai kigörbülhetnek a belépő felület felé, ahol hozzáadódnak ahhoz a nyalábhoz, amely magáról a felületről verődik vissza /BONSE [89]/.

A transzmissziós módszereknél a nyaláb utjának elgörbülése mellett jelentős kontraszt hatást vált ki  $K_0$  és  $K_h$  hullámokban a  $K_0$  és  $K_h$  közötti energia eltolódás, amikor azok elhagyják a kristályt a beeséssel ellentétes felületen /HART [90]/. A Borrmann kontraszt is ebbe a kategóriába számitható, mivel okául szolgál annak, hogy a hullámmező nyalábjai feltöredeznek, vagy folyamatosan módosulnak a nagyob alacsony abszorpciótól kiindulva, a nagymértékben abszorbeált hullámmezők felé.

#### 4./ Következtetés

A Berg-Barrett és a transzmissziós technikában  $\mu_0 \cdot t \leq 1$ esetben tulnyomóan az extinkciós kontraszt érvényesül. Az  $1 \leq \mu_0 \cdot t \leq 10$  tartományban, mind a direkt, mind a dinamikus kép látható. A  $\mu_0 \cdot t \geq 10$  esetben gyakorlatilag csak a Borrmann kontraszt észlelhető. A kétkristályos elrendezésnél keletkező kontraszt főleg a homogén tágulásokból és kifordulásokból adódik, néha olyan hullámmező nyalábokból is, amelyek a felület felé visszagörbültek.

- 94 -

Általános esetben egy hiba láthatóságának feltétele az, hogy a reflektáló siksor zavarai elegendően nagyok-e a kontraszt produkálásához. Ebből következik izotróp esetben, hogy a diszlokációk elvben eltünnek, ha  $\overline{g}.\overline{b} = 0$  és  $\overline{g}.\overline{n} = 0$  / $\overline{g} =$ = diffrakciós vektor,  $\overline{b} =$  Burgers vektor,  $\overline{n} =$  a csuszó sikokra merőleges vektor/. Mivel kevert diszlokációk esetére mindkét egyenlet egyidejüleg nem elégithető ki, a vegyes diszlokációk teljesen sohasem tünhetnek el. Anizotróp esetben a diszlokációk csak akkor tünnek el, ha irányaik merőlegesek az elasztikus szimmetria egyik tükörsikjára.

A kontraszt képződés eddig nem emlitett különleges oka lehet két hullámmező egymásra hatása /Pendellösung gyürük/ élben végződő alaku kristályrészekben. Mivel réteghibák és diszlokációk valójában a kristályok ilyen ék-alaku tartományaiban képződnek, ezek gyakran megfigyelhetők az emlitett gyürük által.

### - 95 -

## III. <u>Különböző technikák összehasonlitása és alkalmazási terü-</u> letei.

Szem előtt kell tartanunk, hogy a különböző csoportok között határ eléggé elmosódott azoktól a speciális kisérleti körülményektől függően, amelyek között egy bizonyos módszert alkalmaztunk. Megfigyelhetők voltak diszlokációk, réteghibák, kis és nagyszögü szemcsehatárok, ikerhatárok, mágneses domének, precipitációk és kivált szennyeződések.

A felsorolt módszerek ugyanazon kristályvastagságra a rácszavarok okozta érzékenység csökkenésének sorrendjében a következők; kétkristályos; anomális transzmisszió; Lang; Berg-Barrett; Barth-Mosemann; Guinier-Tennevin; Schulz.

Bizonyos esetekben a transzmissziós technikák meghaladhatják érzékenységben a kétkristályos reflexiós módszert a kristály nagyobb térfogata miatt. Vannak azonban alkalmazások, ahol a nagy érzékenység nem kivánatos, ilyenek a szubszemcsék, csuszási sikok ellenőrzése és minden olyan kutatás, ami erősen torzitott tartományokat térképez fel. Ezen alkalmazásokra a kevésbé érzékeny módszerek megfelelőek. Réteghibákra, diszlokációkra, ikresedésre és a transzmissziós technikák általában több tájékoztatást nyujtanak, mint a reflexiós technikák.

- 96 -

IRODALOMJEGYZÉK

| [1] X-ray can find wafer imperfections. Electronics, <u>41</u><br>/1968/ 165.   |
|---|
| [2.] Wang P.: Solid State Technology 12 /1969/ 25.  |
| [3.] Hart M.: Proc. Roy. Soc. A-309 /1969/ 281.   |
| [4.] Sohwuttke G.H.: Final Rept. Basyde, H.Y. /1964/  |
| [5.] Schwuttke G.H.: Sci. Rept. No.1, Hopewell Junction /1966/  |
| [6.] Schwuttke, G.H.: Sci. Rept. No. 2, Hopewell Junction /1967/  |
| [7.] Jungbluth E.DWang P.: J. Appl. Phys. <u>36</u> 1967.   |
| [8.] Alexander HHaasen P.: Festkörperprobleme VIII. ed.<br>Madelung O.: Pergamon Oxford, /1968/   |
| [9.] Dash W.C.: J.Appl. Phys. 27 /1965/ 1193.   |
| [10.] Newkirk, J.B. Wernick J.H.: Direct observation of defects<br>in crystals, Interscience, N.Y. /1959/   |
| [11.] Taylor, W.EDash, W.CMiller, L.EMuller C.: Proper-<br>ties of elemental and compound semiconductors. ed. Gatos,<br>H. Interscience, N.Y. /1960/  |
| [12.] Gottrell A.H.: Dislocations and plastic flow in crystals<br>Glarendon Press, Owford, /1953/   |
| [13.] Queisser H.JHubner KShookley W.: Phys. Rev. <u>123</u><br>/1960/ 1245.  |
| [14.] Goetsberger A. Shockley W.: J. Appl. Phys. 31 /1960/ 1891.  |
| [15.] Queisser H.J.: J. Electrochem Soc. <u>110</u> /1963/ 52.  |
| [16.] Szántó I.: <sup>S</sup> zilárdtestek rácshibáinak láthatóvá tétele<br>röntgen-topográfiai módszerekkel. MTA Müszaki <sup>F</sup> izikai<br>Kutató Intézetének Közleményei. R-1, <sup>B</sup> udapest /1968/ |
| [17] Auleytner J.: X-reys methods in the study of defects in<br>single crystals, Pergamon Press, Warsawa /1964/.  |
| [18.] Segmüller A.: IBM J. Res. Dev. <u>12</u> /1969/ 448.  |
|   |

- [19.] Fairfield J.M. Schwuttke G.Z.: J. Electrochem Soc. 113 /1966/ 1229.
- 20. Jungbluth E.-Wang P.: GTE Techn. Rept. TR-65-151, Basyde, N.Y. 1965.
- 21. Goetzberger A.-Mc.Donald B.-Haito R.-Scarlett R.: J. Appl. Phys. <u>34</u> /1963/ 1591.
- 22. Queisser H.J.-Goetzberger A.: Phil. Mag. 8 /1963/ 1063.
- 23. Queisser H.J-v.Loon, P.G.: J.Appl. Phys. 35 /1964/ 3066.
- 24. Queisser H.J.: J.Appl.Phys. 32 /1961/ 1776,

25. Prussin S.: J.Appl.Phys. 32 /1961/1876.

- 26. Schwuttke, G.H.-Queisser H.J.: J.Appl.Phys. 33 /1962/ 1540.
- 27. Sukhodreva J.M.: Fiz, Tverd. Tela 6 /1964/ 311.
- 28. Sato Y .- Arata H .: Jap.J. App. Phys. 3 /1964/ 511.
- [29.] Blech I.A.-Meieran E.S.-Sello H.: Appl. Phys. Letters 7 /1965/ 176.
- 30. Schwuttke G.H.: Proc. Internat. Symp. on Test Methodes and Meassurement Budapest /1967/.
- 31. Queisser H.J.: Semicond. Silicon Internat. Symposium, New York, /1969/
- 32. Morvay Gy.-Szimán O.: Fotozsebkönyv. Müszaki Kiadó, Budapest /1965/
- 33. Ilford Tech. Information Y-44.1, Essex /1968/
- 34. Agfa-Geavert Techn. Information. Mortsel /1968/.
- 35. Lang, A.R.: Final Rept. Univ. Bristol /1965/
- 36. Dionne G.: J. Appl. Phys. 38 /1967/ 4094.
- [37.] Lyutzau U.G.-Fishman Yu. M.: Krisztallografia <u>14</u> /1969/ 835.
- [38.] Shimura Y.-Yoshimatsu M.: VIII. Internat. Congress of Crystallography. Abstr. p. 69, New York, /1969/

| [39.] Chikawa JFujimoto I.: Appl. Phys. Letters 13 /1968/ 387.   |  |
|--|--|
| [40.] Gadó P.: /EIVRT/ személyes közl. /1969/  |  |
| [41.] Teves M.: Philips Techn. Rundschau, 17 /1955/ 80.  |  |
| [42.] Meieran, E.SLandre JO'Hara S.: Appl. Phys. Letters<br>14 /1969/ 368.                               |  |
| <pre>[43.] Lang, A.RReifsnieder K.: Appl. Phys. Letters <u>15</u><br/>/1970/1969./</pre>                 |  |
| [44.] Chikawa JFujumoto I.: VIII. Internat. Congress of<br>Crystallography. Abstr.p.69, New-York, /1969/ |  |
| [45.] Chester A.NLoomis T.C.: Bell System Techn. J. <u>40</u> /1969/<br>345.                             |  |
| [46.] Rozgonyi G.A.: Bell Techn. Rept. No. 146. Murray Hill,<br>/1970/                                   |  |
| <pre>[47.] Turner A. Vreeland T. Pope, D.P.: Acta Cryst. A24<br/>/1968/ 425.</pre>                       |  |
| [48.] Meier F.: Z. für Phys. <u>168</u> /1967/ 429.  |  |
| [49.] Newkirk J.B.: Trans. Met. Soc. AIME, 215 /1959/ 483.   |  |
| <pre>[50.] Juleff E.MLapierre A.GWolfson R.G.: Adv. X-ray Anal.<br/>10 /1967/ 173.</pre>                 |  |
| [51.] Juleff E.M.Lapierre A.G.: Int.J. Electronics 20 /1966/<br>273.                                     |  |
| <pre>[52.] Pingk FBerkstresser R.: Int. J. Electronics, 23<br/>/1967/ 443.</pre>                         |  |
| [53] Cohen B.G.: Solid State Electronics 10 /1967/ 33.   |  |
| [54] Chikawa JAusterman S.B.: Adv. X-ray Anal. <u>11</u> /1968/<br>394.                                  |  |
| [55.] Kato N.: Acta Cryst. <u>11</u> /1958/ 885.   |  |
| [56] James, R.W.: The Cynamical Theory of X-ray Diffractions.  |  |

| [57.] K                    | ato N.: J. Phys. Soc. Jap. 19 /1964/ 971.  |
|----------------------------|--|
| [58.] H                    | art. M.: Z. für Phys. 189 /1966/ 269.  |
| [59.] Z                    | soldos L.: Fizikai Szemle 20 /1970/ 1.   |
| [60.] R                    | enninger M.: Z. für. Phys. <u>106</u> /1937/ 141.  |
| [61.] C                    | olle HChambers D.: Acta Cryst 15 /1962/ 138.   |
| [62.] R                    | enninger M.: Z. für Krist. <u>113</u> /1960/ 99.   |
| [63.] Ka<br>[64.] Si<br>/: | ato IShinozaki T.: Thosiba Rev. <u>19</u> /1964/ 1272.<br>ugita YTamura M <sub>*</sub> -Sugawara K.: Vac. Sci. Techn. <u>6</u><br>1969/ 585. |
| [65.] S                    | tefániay VKürthy J.: Phys. Stat.Sol <u>36</u> /1969/ K5.   |
| [66.] H                    | orn, H.: Phys.Rev. 97 /1955/ 1521.   |
| [67.] Bi                   | urgest, J.: C.r.Acad.Sci, Paris <u>257</u> /1963/ 1070. u.o.<br>60 /1955/ 1917.  |
| [68.] BI                   | urgeat JTaupin D.: Acta Cryst. <u>A24</u> /1968/ 99.   |
| [69.] Ta                   | aupin D.: <sup>B</sup> ull. Soc. Franc. Minér. Crist. <u>87</u> /1964/ 469.  |
| [70.] Sn                   | nits FMiller R.: Phys. Rev. 104 /1956/ 1242.   |
| [71.] Mi                   | iller RSmits F.: Phys. Rev. 107 /1957/ 65.   |
| [72.] Ca                   | arslaw HJäger J.C.: Conduction of Heat in Solids.<br>Larendon Press, Oxford /1959/   |
| [73.] Ku                   | rtz AYee R.: J. Appl. Phys. <u>31</u> /1960/ 303.  |
| [74.] Fu<br>54             | ller C.SDitzenberger A.A.: J. Appl. Phys. <u>27</u> /1956/<br>17.  |
| [75.] Gu                   | inier ATennevin J.: Acta Cryst. 2 /1949/ 133.  |
| [76.] So                   | hulz L.: J. Metalls 200 /1954/ 1082.   |
| [77.] We                   | ismann S.:J. Appl. Phys. <u>27</u> /1956/ 389.   |
| [78.] La                   | ng A.R.: J. Appl, Phys. 29 /1958; u.o. 30 /1959/ 1748.   |
| [79.] Be                   | rg W.: Naturw. <u>19</u> /1931/ 391.   |
| [80.] Ba                   | rrett C.S.: Trans. Met. Soc. AIME, <u>161</u> /1945/ 15.   |
|                            |  |

MAGYAR MBOMÁNYOS AKABÉMA KÖNYVTÁRA

- 100 -
[81.] Honeycombe R.W.: J. Inst. Metals <u>80</u> /1951/ 39.
[82.] Barth H.-Hosemann R.Z.: Z. für Naturfor <u>13/a</u> /1958/ 792.
[83.] Bonse U.-Kappler E.: Z. für Naturf. <u>13/a</u> /1958/ 348.
[84.] Bonse U.: Z. für Phys. <u>153</u>/1958/ 287.
[85.] Bonse U.: Direct Observation of Imperfections in. Crystals. Interscience, New York, /1962/
[86.] Bormann G.: Z. für Naturf <u>13/a</u> /1958/ 423.
[87.] Bonse U.: Z. für Phys. <u>177</u> /1964/ 543.
[88.] Penning P. Holder D.: Philips Res. Repts. <u>16</u> /1961/ 419.
[89.] Bonse U.: Z. für Phys. <u>117</u> /1963/ 529.

90. Hart M.: Ph. D. Thesis, Bristol, /1963/

|   | Tartalomjegyzék  |     |    |
|---|--|-----|----|
|   | Összefoglalás  |     |    |
|   | 1. <u>Áttekintés</u>   |     |    |
|   | A félvezető kristályoknak milyen tulajdonságait tanulm<br>nyozhatjuk röntgendiffrakcióval?                     | ná- | 1  |
|   | A röntgendiffrakciós módszerek közül melyeket alakal-<br>mazhatjuk a félvezető kutatásban, melyeket a gyártás- |     |    |
|   | ban?   | • • | 2  |
|   | Beváltak-e a röntgendiffrakciós módszerek a félveze-<br>tő kutatásban, gyártásban?                             |     | 5  |
|   | 2. Félvezető eszközök szerkezeti hibái   |     | 5  |
|   | A rácshibák és a félvezető kristályok előállitása  |     | 6  |
|   | 3. A félvezető-gyártás ellenőrzése topogramok segit-   |     |    |
|   | ségével  | • • | 10 |
|   | A./ A kiinduló alapanyag vizsgálata  |     | 10 |
|   | B./ Epitaxiás réteg vizsgálata   |     | 11 |
|   | C./ Termikus oxidáció  |     | 12 |
|   | D./ Diffuzió   |     | 12 |
|   | 4. A topográfiás módszerek fejlődése   |     | 16 |
|   | A./ A topogramok felvételi idejének csökkentése,<br>"kinetopográfia"   |     | 17 |
|   | a., A fotoemulzió érzékenységének növelése   |     | 18 |
|   | b., Az emulzió rétegvastagságának növelése   |     | 19 |
|   | c., A sugárnyaláb divergenciájának növelése  |     | 19 |
|   | d., A sugárforrás teljesitményének növelése  |     | 20 |
| 1 | B. Elektronikus sugárdetektorok a topográfiában  |     | 21 |
| - | a., A fluoreszcens ernyő-vidikon kombinációja  |     | 22 |

- 102 -

| b.,  | Röntgensugárzásra érzékeny vidikon  | 24 |
|------|---|----|
| 5.   | Kristálylemezek felületi rétegeinek röntgendiff-  |    |
| 8.,  | A behatolási mélység  | 28 |
| b.,  | A felületi reflexiós topogram geometriai torzulásai.  | 30 |
| 0.,  | Egyenes és ferde reflexiók  | 32 |
| d.,  | A ferde reflexiós helyzet pontos szögkoordinátáinak<br>meghatározása  | 39 |
| e.,  | Járulékos "fantom" reflexiók  | 47 |
| 6.   | Példák a "ferde" felületi reflexiós felvételek al-<br>kalmazására a félvezetőkutatás területén                    | 51 |
| 7.   | A fokozott hibaérzékenységű többkristályos diff-<br>raktometira-topográfia alkalmazása a félvezető<br>kutatásban. | 56 |
| 8.   | Szimultán reflexiók   | 68 |
| a.,  | A röntgensugárzás kétszeres reflexiójának feltételei (  | 58 |
| b.,  | A kétszeres reflexió mérése és alkalmazása  | 59 |
| 9.   | A diffuziós folyamatok vizsgálata kétkristályos<br>diffraktométerrel  | 77 |
| Fugg | elék  | 39 |
| I. A | topográfia módszerei  |    |
| II.  | A kontraszt okai  | 2  |
| III. | Különböző technikák összehasonlitása és alkalma-  |    |
|      | zási területei  | 16 |
| Irod | alomjegyzék   | 17 |
| Tart | alomjegyzék   | 15 |
|      |   |    |
|      |   |    |

- 103 -

MAGYAR -UPOMÁNYOS AKADÉMA KÖNYVTÁRA

.



