

半导体单晶激光定向

【引言】

目前，半导体的研究和生产所用的材料仍以硅、锗及化合物半导体为主。它们的结构主要是金刚石，闪锌矿和纤维矿结构。晶体的鲜明的特点是各个方向性质不同。即具有各向异性的特点。在不同的晶轴方向，它们的物理性能，化学性能差别非常大。例如：晶面的法向生长速度，腐蚀速度。杂质的扩散速度，氧化速度，以及晶面的解理特性等等，都由于晶体的取向不同而不同。况且在科研和生产中，由于我们制造的器件使用目的不同。往往也要求我们所用基片的半导体材料的晶向不同。所以我们需首先对晶轴进行定向。

测定晶体取向有解理法，X 射线劳埃法，X 射线衍射法和光学反射图象法等多种方法。其中光学反射图象法是目前生产中广泛使用的方法。这个方法较为简便，能直接进行观测，而且在测定低指数晶面时精确度相当好。

本实验的目的，就是要了解光学反射图象法测定单晶晶面的原理，通过使用激光定向仪掌握测定硅单晶的 (111) ， (100) 晶面的定向技术。

【实验原理】

1. 从晶体外形确定晶向

由于硅、锗的金刚石结构以及 GaAs 的闪锌矿结构的特点，晶体在沿某一晶向生长时，单晶的外表将规律的分布着生长棱线。沿 (111) 方向生长的硅单晶锭有六个或三个对称分布的棱线。沿 (010) 方向生长的硅单晶锭有四个对称分布的棱线。 (110) 方向生长的硅单晶锭则有四个不对称分布的棱线。晶体表面的这些棱线都是由于晶体生长过程中，生长最慢的 $\{111\}$ 晶面族中各晶面在交界处形成的。这是由于 $\{111\}$ 晶面是金刚石晶体的密排面，晶体表面有取原子密排面的趋势。也就是说，在晶体生长过程中不同晶面的生长速率不同。即原子沿晶面横向生长速度快，垂直生长速度慢。

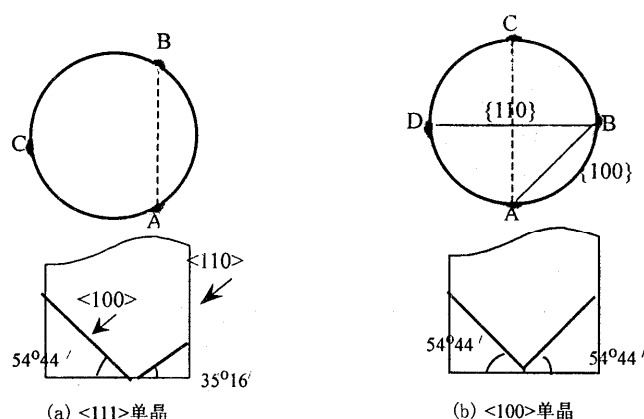


图 1 直拉硅单晶的定向示意图

原子密度比较大的晶面，面上的原子间距较小，在面横切方向上原子间相互联合的键力较强，容易拉取介质中的原子沿横向生长。而晶面与晶面之间的距离较大，相互吸引较弱，因此介质中的原子在这样的面上生长新的晶面相对要困难。所以 $\{111\}$ 晶面是生长速度最

慢的原子密排面；晶体的棱边就是这些 $\{111\}$ 晶面的交线。由上所述，我们很容易由晶体的外形判定它们的晶向；如沿 $\langle 111 \rangle$ 晶向直拉生长的硅单晶体有三条对称分布的棱。单晶的生长方向为：若将籽晶对着自己，眼睛看过去的方向为 $\langle 111 \rangle$ ；反之为 $\langle \bar{1} \bar{1} \bar{1} \rangle$ 晶向。

在 $\langle 111 \rangle$ 硅单晶横截面上任意连接二棱，将连线向另一棱线方向偏 $54^\circ 44'$ 垂直切下，切面即为 $\{100\}$ 。而若向另一棱线相反的方向偏 $36^\circ 16'$ 垂直切下，切面为 $\{110\}$ 。如图 1 (a)，1 (b) 所示。

2. 光学定向

单晶表面经适当的预处理工艺处理，在金相显微镜下会观察到许多腐蚀坑，即所谓晶相腐蚀坑（或称晶相的光像小坑）。这些腐蚀坑是由与晶格主要平面平行的小平面组成。它们是一些有特定晶向的晶面族，构成各具特殊对称性的腐蚀坑，这是晶体各向异性的结果。锗、硅单晶的 $\{111\}$ 晶面是原子密排面，也是解理面（或称劈裂面）。当用金刚砂研磨晶体时，其研磨表面将被破坏，出现许多由低指数晶面围成的小坑。这些小坑对于不同晶面具有不同的形状，可以利用这些小坑进行光学定向。但由于光的散射和吸收较严重，使得反射光象较弱，图象不清晰，分辨率低。为获得满意的效果，可在晶体研磨后进行适当腐蚀，使小坑加大。经过腐蚀处理的晶面，不但形状完整，且具有光泽。当一束细而强的平行光垂直入射到具有这种小坑的表面时，在光屏上就能得到相应的反射光相。因为激光束的直径约一毫米左右，而小坑的大小一般为微米量级，因而激光束可投射到众多小坑上。这个光相就是由众多小坑上相同取向的晶面反射的光线朝相同的方向汇聚在光屏上而成的光瓣。

例如，测定沿 $\langle 111 \rangle$ 轴方向生长的直拉硅单晶时，我们知道还有三个 $\{111\}$ 面，它们与生长面的夹角均为 $70^\circ 22'$ ，组成一个正四面体。又因为 $\{111\}$ 的特点，这三个斜 $\{111\}$ 面在交会处产生三个间隔 120° 的生长棱线。垂直晶轴切片，经研磨腐和腐蚀处理后，在金相显微镜下会看到许多如图 2 (a) 所示的三角坑，它实际上是由三个 $\{111\}$ 晶面作为侧面的三角截顶锥形坑，其截顶面也是 $\{111\}$ 面。当一束平行光束垂直入射至被测的 $\{111\}$ 晶面上时，这三个侧面和截顶面将反射成如图 2 (a) 下所示的光象。除这三条主反射线外，有时也可以看到另外三条次要的反射线，它们与主反射线的图象在光屏上呈 60° 相位差。

对于 $\{100\}$ 晶面，其腐蚀坑形状如图 2 (b) 所示。它由四个 $\{111\}$ 晶面所围成。四角截顶锥形坑，其截顶面是 $\{100\}$ 晶面。其反射光图为对称的四叶光瓣。

对于 $\{110\}$ 晶面，其腐蚀坑形状如图 2 (C) 所示。它有两个 $\{111\}$ 晶面与 $\langle 110 \rangle$ 方向的夹角为 $5^\circ 44'$ ，它们是光象的主要反射面；另有两个 $\{111\}$ 晶面族与 $\langle 110 \rangle$ 方向平行或与 $\{110\}$ 面垂直。当一束平行光束垂直入射到被测的 $\{110\}$ 晶面上时，一般情况形成由主反射面反射的光象，近似为一直线。如果样品做的好，入射光又足够强。则可能得到如图 2 (C) 下所示的光象。

实际上，光相图的对称性反映了晶体的对称性。光向图的中心光斑是由特征蚀坑的底面反射光束形成的，这底面又与相应的低指数晶面一致。因而使光束与相应的低指数晶面垂直，那么样品晶轴与入射光平行。我们立即可以用光相图中的对称性直观的识别出晶向。

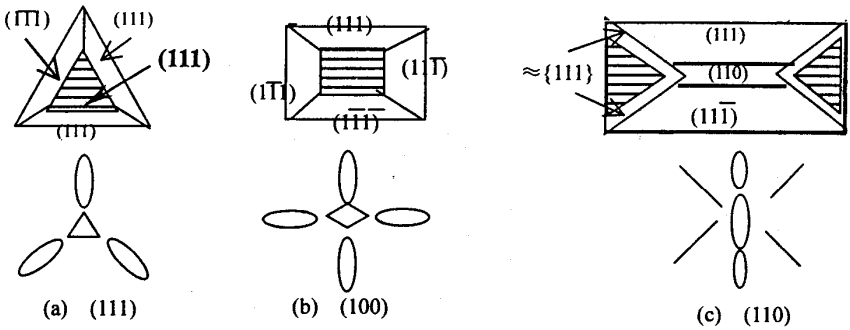


图2 低指数晶面腐蚀坑及其对应光路图

在定向操作中，光图对称性的判别可以在光屏上同时使用同心圆和极坐标来衡量。如图3(a)、3(b)所示。

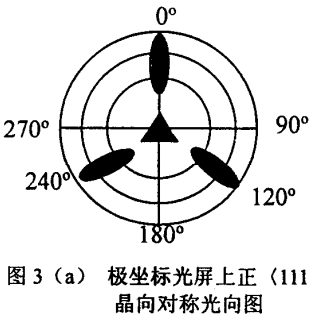


图3(a) 极坐标光屏上正(111)晶向对称光向图

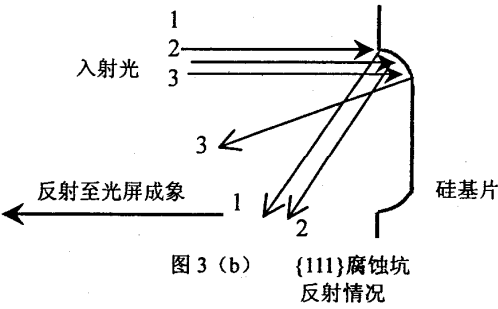


图3(b) {111}腐蚀坑反射情况

当将光象图调整到光瓣高度对称，也就是每一个光瓣都落在极坐标刻度线上，而且处于同心圆上时，这时光轴就给出相应的晶向。如果反射光图中几个光瓣不对称时（光瓣大小不同，光瓣之间的夹角偏离理论值），说明被测晶面与基准晶面（或晶轴）有偏离。适当调整定向仪夹具的各个方位调整机构（如俯仰角，水平角等），直至获得对称分布的反射光图，使得基准晶面垂直于入射光轴，由此可以测出晶面与基准面的偏离。

定向夹具有六个可调方位，它们分为两类：一类是改变激光在晶体端面投射部位的三维可调；它被用来调整被测晶轴与激光光轴之间的偏离角度。另一类是沿X导向、Y导向和Z导向的平移，用来调整光屏与晶体端面的相对距离。

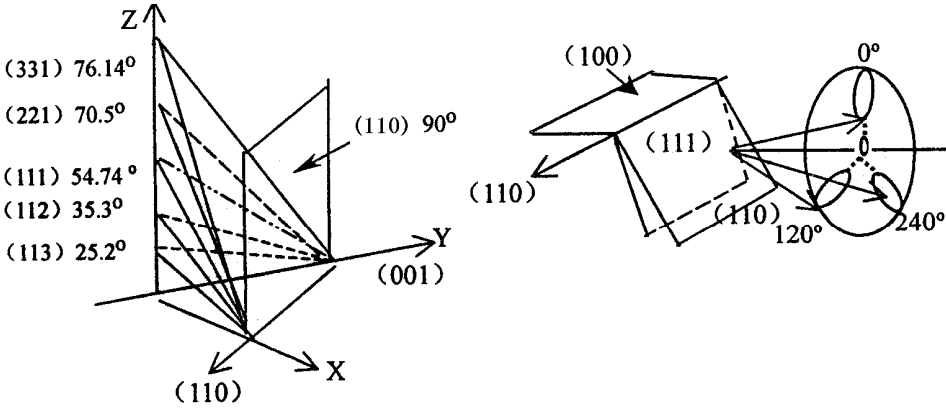
上面介绍的定向方法称为直接定向法，它有一定的局限性。对于偏离度大于 9° 的待测表面和一些指数较高的晶面，如(331)等晶面难以直接定向。间接定向是在直接定向的基础上运用晶带理论来实现的。

在晶体中，如果若干个晶面族同时平行于某一根晶轴时，则前者总称为一个晶带，后者称为一个晶带轴。例如图4中的(001)、(113)、(112)、(111)、(221)、(331)、(110)等晶面都和 $[1\bar{1}0]$ 晶轴平行。因此上述晶面构成一个以 $[1\bar{1}0]$ 为晶带轴的晶带，它们相互间存在简单的几何关系。如果将一个晶面绕晶带轴转动某一角度就可以将一个已直接定好方

向的低指数晶面的空间位置由同一晶带的另一个晶面所取代。确定后一个晶面的方法就是用间接定向法。例如，图 5 中的(111)、(001)、(110) 三个晶面同属于以 $[1\bar{1}0]$ 为晶带轴的一个晶带，(111) 与 (110) 的夹角为 35.26° ，(111) 与 (001) 的夹角为 54.74° 。所以可以先用直接定向法使 (111) 晶面垂直与入射光轴，在光屏上得到三叶光图。然后使晶体绕光轴旋转，使三叶光图中的一个光瓣与极坐标的 0° 度线重合，此时 $[1\bar{1}0]$ 晶带轴处于水平位置，即与晶体夹具上的俯仰轴相平行。转动俯仰轴，前倾 35.26° ，使 (110) 晶面垂直于光轴；若使晶体后仰 54.74° ，即使 (001) 晶面垂直于光轴。这时垂直于光轴分别切割出的晶面即为 (110) 或 (001) 晶面。

图 4 以 $[1\bar{1}0]$ 为晶带轴的不同晶面的相对方位 图 5 (111) 晶面特征光图与 (100) 晶面方位关系

3. 实验样品



把要定向的单晶样品用 208[#]金刚砂在平板玻璃上进行湿磨，使一个端面均匀打毛至用肉眼可见许多微小的解理坑，用水冲洗干净然后进行腐蚀。

腐蚀后的单晶用水冲洗干净（注意在冲洗过程中样品不要暴露在空气中，直到把腐蚀液完全冲洗干净）。冲洗干净的样品经烘干即可固定在激光走向仪夹具上进行测量。使用的化学腐蚀液配方如下：

腐蚀液配方

品种	配方	温度	时间
Ge	HCl(49%):H ₂ O ₂ (30%):H ₂ O=1:1:4	25℃	7'
Si	5% KOH水溶液，或KOH:H ₂ O=10:100	100℃	7-15'

4. 晶体的解理与划片

图 6(a) 形象的说明了解理面划片的道理。ABCD 表示一个与表面倾斜的解理面，AB 是解理面与表面的交线，如果我们沿 AB 交线的方向去划片，那末片子就可以顺利地沿着解理面脆裂。所以，硅(锗)单晶片上的划片方向，就是倾斜的 {111} 晶面和片子表面的相交的方向。我们知道，两个晶面的相交线总是对应于一个确定的晶向。所以，如单晶片表面是一个晶面，它和倾斜的 {111} 晶面相交的晶向也就是划片的方向。下面我们根据这个道理具体分析 $[111]$ 和 $[100]$ 单晶片的划片方向。

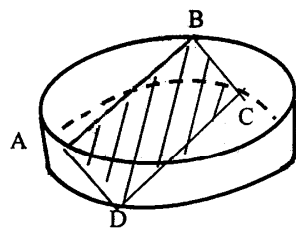


图 6 (a)

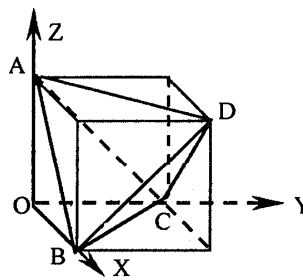


图 6 (b)

[111] 单晶片的表面就是一个 {111} 晶面，它和其他倾斜的 {111} 晶面的相交线方向就是划片方向。这些划片方向是什么晶向呢？参看图 6(a) 的 {111} 面就不难解答这个问题。在立方的晶格内只有四个不同方向的 {111} 晶面。6(b) 中实际上把四个不同方向的 {111} 面都表示了出来，它们就是图中正四面体 ABCD 的四个面。很明显，这些 {111} 面的相交线就是图中四面体的棱线；实际上每一个 {111} 面都和其他三个 {111} 面相交在三条棱线上。从图上看到，所有这些棱线都是四面体的对角线，因此都属 $\langle 110 \rangle$ 晶向。通过这样分析就知道，[111] 单晶片的 (111) 晶面上的划片方向，就是它和其他三个倾斜的 {111} 晶面的相交线方向，它们都属于 $\langle 110 \rangle$ 晶向。对于 {111} 晶片而言，选取 $\langle 110 \rangle$ 为基准方位，{110} 与 {111} 的交线 $\langle 112 \rangle$ 是它的划片基准线，起作用的解理是 {111}；

[100] 单晶片的表面是 (100) 晶面，它和 {111} 晶面的相交线的晶向也都可以图 6(b) 找到。在图上我们看到前面的 (100) 面和两个 {111} 面相交于 BD 线，背后的 (100) 面和另两个 {111} 面相交于 AC 线。这就说明 [100] 单晶片的划片方向就是在它的 (100) 表面上的两个互相垂直的 $\langle 110 \rangle$ 晶向。

【实验内容】

1. 熟悉激光晶轴定向仪的使用方法，并首先对激光晶轴定向仪进行调整。
2. 观察被测单晶的外形特征，初步判别晶体的大致取向。
3. 对单晶样品进行研磨、腐蚀处理，在晶向显微镜下观察不同单晶 $\langle 111 \rangle$ 、(100) 晶向腐蚀坑形状。
4. 把被测样品粘在夹具上，用定向仪测量。测定接近 $\langle 111 \rangle$ 及 $\langle 100 \rangle$ 晶向的硅单晶端面的偏离度。注意考察光图与腐蚀坑形状之间的关系。
5. 确定 $\langle 111 \rangle$ 单晶的 (100) 面切割方向。
6. 直接用实验测量证明 $\langle 111 \rangle$ 晶面的特征光图中光斑对应的反射面是 {221} 面。

【实验步骤】

(一) 硅单晶样品制备

1. 用 208# 金刚砂在平板玻璃上进行样品湿磨，使一个端面均匀打毛到用肉眼可见许多微小的解理坑，用水冲洗干净然后进行腐蚀。
2. 配制 5% KOH 水溶液，将待腐蚀的硅片浸入盛有腐蚀液的烧杯，并使打毛端面向上。在通风橱中进行电炉加热。在沸腾的腐蚀液中腐蚀数分钟。用清水冲洗，滤纸吸干。

3. 进行金相显微镜下腐蚀坑的形貌观察。

(二) 样品端面晶向偏离度的测量

1. 接上 JCD-III 型激光晶轴定向仪 220V, 50Hz 电源。开启激光管。调整光屏, 使激光束对准光屏上的透光小孔射出。

2. 将待测样品未打毛端面与一载波片紧密接触, 用烙铁在样片的边缘融蜡少许, 使样品和载波片粘接在一起 (注意不要使蜡浸入样品和载波片之间)。再将载波片无样品的一面与晶体夹具端面粘在一起。调节晶体夹具底座的轴向水平移动, 使晶体夹具朝向激光光轴来回移动, 并使激光照射在没有样品和蜡的载波片表面部分。这时可以调节夹具的角度 (水平角、俯仰角) 或垂直升降, 使载波片反射光中心点与透光孔重合。记下此时的各方位角 α_1 、 β_1 。

3. 再调节晶体夹具底座的轴向水平移动, 使激光照射在载波片上的样品部分, 调节各方位角旋钮, 使反射光图中腐蚀坑底的反射光中心点与光屏上的透光孔重合, 此时的方位角定为 α_2 、 β_2 则 $\alpha_2 - \alpha_1$; $\beta_2 - \beta_1$ 即为某基准晶面轴向与晶体表面轴向 (法向) 的水平偏离度和垂直偏高度。(关于偏离度的定量关系, 请参阅附录)。根据光图的分布可同时得知测定的晶面。

4. 将生长方向为 (100) 的单晶用同样的方法定向。

【数据处理和分析】

1. 标出反射光图与对应的腐蚀坑形状的关系, 光图调整前后的变化。
2. 分析反射光图中的光瓣所对应的腐蚀坑部位。
3. 记录并标记偏离度。

【思考题】

1. 腐蚀时间过长或腐蚀时间过短时反射光图会出现什么情况?
2. 当调整确定出 (111) 面后, 是否可定出 {111} 或 {112} 晶面?

【参考资料】

- (1) 中国科技大学, 高年级物理实验, 1995
- (2) 九院校编写组, 微电子学实验教程, 东南大学出版社, 1991
- (3) 黄昆、韩汝琦, 半导体物理基础, 1979
- (4) 孙恒慧等, 半导体物理实验, 高等教育出版社, 1985

【附录】如何定量描述偏高度

所谓偏离度是指晶体表面轴向 (法向) 与某一基准晶面轴向偏离的度数。如果基准面是低指数面, 且晶体表面与其偏离不大, 则可用定向仪测出偏离度。因为定向仪夹具有两个可调角度的刻度盘, 一是可水平旋转的刻度盘, 一个是可垂直旋转的刻度盘。这两个刻度的度

数变化就构成了晶向偏角 ϕ 的两个分量（假定为 α 和 β ），如图 7 所示。

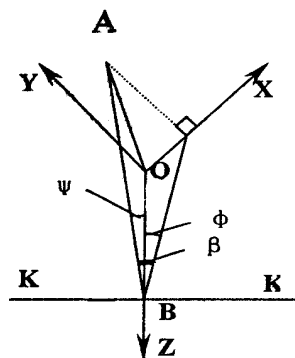


图 7 晶向偏离度

设一束平行光沿 OZ 方向入射到与其垂直的被测样品 kk 面上，如果表面是被抛光的镜面，反射线将沿表面法线反射到 xy 平面上的 O 点。如果表面是经金相腐蚀过的，则表面将产生金相的光象小坑，小坑底的晶面就是与基准晶面接近的晶面。假如基准晶面与晶体表面有一定偏离，这时光象小坑底的反射线不是投射到 O 点，而是沿 BA 方向投射到 xy 平面（光屏）的 A 点，而 $\angle ABO = \psi$ ，即为晶向偏离度， ϕ 在水平和垂直方向上的偏角分别为 α 和 β ，则根据图 7 可导出如下公式： $\cos \psi = \cos \alpha \times \cos \beta$

这里的 α 、 β 即为上面所说的 $\alpha_2 - \alpha_1$ 、 $\beta_2 - \beta_1$

由上式可知，可以调节水平角和垂直角使 α 和 β 为零。则 ψ 也等于零。这时光象中心恰与 O 点（光孔）重合，也就是说，基准晶面法线与人射光束平行了。这时光象应具有高度的对称性。