

TEM 分析用的半导体横截面样品的制备和分析的结果*

范荣团

(中国科学院电子学研究所, 北京)

摘要 本文介绍了透射式电子显微镜 (TEM) 用的横截面样品的制作技术。利用这一技术制出的样品, 用 TEM 观察到了 GaAs/AlGaAs 超晶格结构中周期性的精细成分调制的新现象。在金属有机化合物汽相沉积 (MOCVD) 生长的 GaAs/Si 材料中还观察到一些新形状的位错、微孪晶等。这一种制样技术也适用于其他半导体材料系统的研究。

关键词 多层三明治横截面样品技术; 电子显微术; 精细低维调制条纹; 微孪晶; 超晶格

1. 引言

表面形貌、结构、界面及化学成分的研究是当代材料科学的一个重要研究方面。要获得大量可靠的有关材料的横截面的信息, 分析样品的制备是一个很关键的问题。本文发展了供透射式电镜 (TEM) 分析用的“多层三明治”半导体样品制样技术, 获得了有关半导体材料横截面的图像、超晶格条纹像、微缺陷像和高分辨率的晶格像等。用 X 射线能量散射谱 (EDS) 技术获得了样品的成分分布信息。

文中以分子束外延 (MBE) 生长的多层异质结构和超晶格结构的 GaAs/AlGaAs 和金属有机化合物汽相沉积 (MOCVD) 技术生长的 GaAs/Si 半导体材料为研究对象, 给出了分析结果。

2. 样品制备

所用的材料由英国 GEC, Plessey 公司和美国伊利诺大学固体电子学实验室提供。样品的整个制备过程如下:

(1) 将 GaAs/AlGaAs 或 GaAs/Si 和 Si 单晶片(陪片)沿 (110) 方向切割成长条形状, 其尺寸视 TEM 样品台的尺寸而定。

(2) 研磨、抛光和清洗以使样品表面光亮清洁。

(3) 做成“多层三明治”结构。将要研究的干净的半导体横截面薄片夹在 Si 陪片中间, 用胶粘成一体。所用胶是一种称为 5 分钟的快干胶(粘合的全过程要短于 5min)。其后加压固化 24h, 以此保证多层样品固化成一体和层间胶层的均匀。不用粘支持环, 而是使“多层三明治”体自支持。需用硅片多少视 TEM 样品台尺寸而定。

* 1988 年 12 月 22 日收到, 1990 年 7 月 19 日修改定稿。

(4) 将粘好的“多层三明治”体切成圆片(见图 1)。用成凹器(Dimpler)把圆片研磨、抛光成凹形,其中心厚度约为 $20\mu\text{m}$ (见图 2)。

(5) 在液氮冷却下,用 Ar^+ 减薄。开初 Ar^+ 束用大角度入射样品。中途用中等角度,要穿孔时用小角度溅射减薄。形成针孔后,用小角度入射和在低电压、小离子流下退火一段时间,以便消除离子对半导体样品的损伤。

3. 分析的结果和讨论

在本工作中使用了 Philips EM-400ST, Philips EM-430ST 和 JEOL EM-4000EX 透射式电子显微镜。图 3 显示了 Si 单晶的菊池线图。菊池线及其对称性清晰可见。

图 4 是 MBE 生长的 $\text{GaAs}/\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 超晶格结构的电子显微像((110)暗场像)。

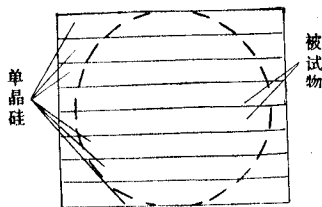


图 1 “多层三明治”组合体的圆片切割示意图。

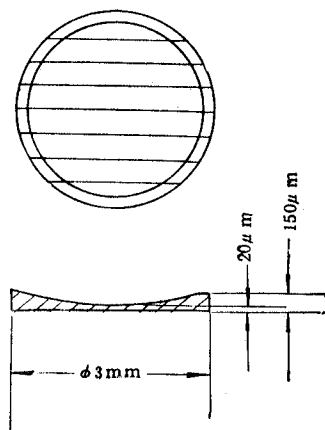


图 2 已经 Dimpler 成形的薄圆片样品

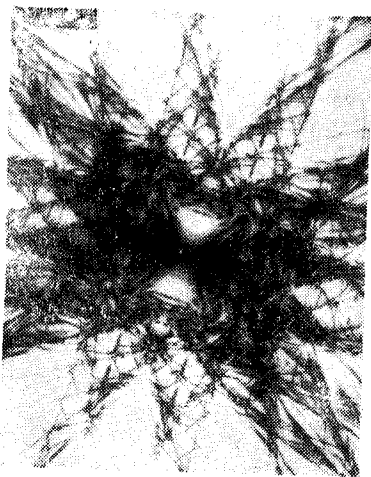


图 3 Si 的菊池线衍射图($\times 1150$)

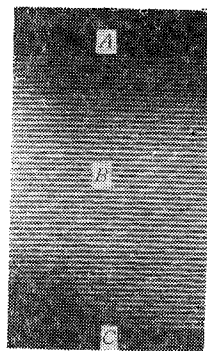


图 4 MBE 生长的 $\text{GaAs}/\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 超晶格图 ($\times 1.6 \times 10^4$)

A:顶层; B:宽度为 $50\text{\AA}$ 亮条纹是 $\text{Al}_{0.2}\text{Ga}_{0.8}\text{As}$ 层; 宽度为 $70\text{\AA}$ 的暗条纹是 GaAs 层。亮暗条纹各 50 周期, C:GaAs 缓冲层。

图 5 是 MBE 生长的 $\text{GaAs}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 超晶格结构(图中的黑白相间的宽条纹)和缓冲层里的“精细低维调制条纹”的电子显微像。超晶格结构的尺寸与图 4 的一样。但在临近超晶格区的缓冲层中观察到了有低维结构的周期性的调制条纹,称为“精细低维调制条纹”(FLDMF)^[1]。

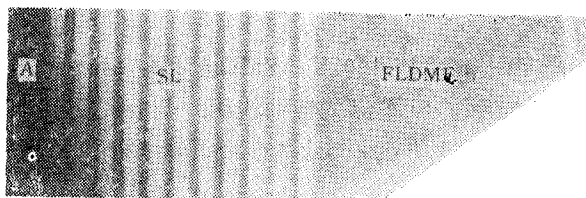


图 5 $\text{GaAs}/\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 多层结构中的 FLDMF ($\times 1.7 \times 10^4$)
A: GaAs 顶层; SL: 超晶格层; FLDMF: 精细低维调制条纹。

用上述的“多层三明治”横截面制样术制出了 MOCVD 和 MBE 生长的 GaAs/Si 样品,用 TEM 研究的结果如下。

图 6 是用 MOCVD 生长的 GaAs/Si 的电子显微像。图 6(a)是(200)暗场像。从此图的多层明暗条纹(它们分别与 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ 和 GaAs 层相对应)标记可看出,它们呈现较大的向上拱曲状。图 6(b)是(200)的弱束像,可见在界面处的 GaAs 层内有多个反射面呈亮条状,这是缺陷造成的,它们多为孪晶。

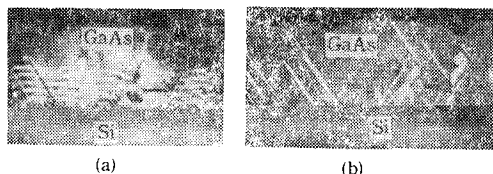


图 6 MOCVD 生长的 GaAs/Si 的电子显微像 ($\times 1.7 \times 10^4$)

图 7 是 GaAs/Si 试样中 GaAs 层中的微孪晶的高分辨电子显微像。由图可见,条状孪晶(图 7(a))和交叉状孪晶(图 7(b)),以及三倍周期条纹。我们认为这种条纹是两个成孪晶关系的区域重叠而成的^[2,3]。从图中还可看出试样中 GaAs 层的晶格像,大块的 GaAs 生长层的晶格像的点阵排列方向与 GaAs 孪晶的晶格像的排列方向不一样。

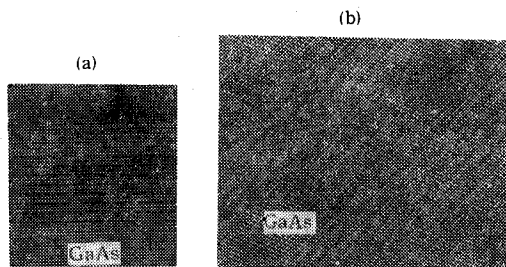


图 7 GaAs/Si 的 GaAs 微孪晶的高分辨电子显微像 ($\times 4 \times 10^5$)

图 8 是用 MBE 生长的 GaAs/Si 试样微孪晶高分辨电子显微像。从图可见,这些孪晶从 GaAs/Si 的界面长出,而后形成多次交迭,交迭处形成高次微孪晶界(见图 8 中的 a、b 处)也可看出有三倍于晶格周期性的条纹存在^[3](见图中 T 处)。

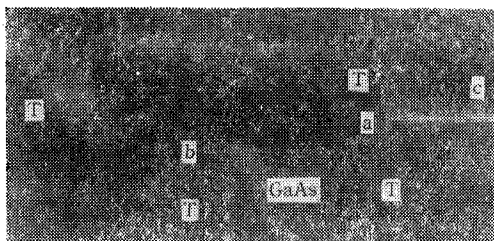


图 8 MBE 生长的 GaAs/Si 中交迭多次的微孪晶的高分辨电子显微像($\times 4 \times 10^6$)

从上述分析结果看,这种制样技术是成功的。这种制样技术的特点是:

(1) 由于样品是采用试样和 Si 片的自支持,而不是用铜环或钼环支持,样品在 Ar^+ 溅射时,不致被其它外来元素玷污。由于自支持,就可用成凹器把样品做成凹形,此凹坑呈倒球冠状,就有利于在 Ar^+ 减薄时恰好穿孔于样品正中心——即试样的两个被观察的横截面处。

(2) 在用 Ar^+ 溅射减薄时,采用了从大角度到小角度的变化措施,并进行了低压小离子流退火。这样使要研究的薄区均匀,薄区也大、离子损伤小或没有离子损伤,有利于获取多个分析观察点,得到更多的可靠信息。并获得清晰的电子显微像,特别是高分辨电子显微像。

参 考 文 献

- [1] 范荣团,电子科学学刊,12(1990)1,93—99.
- [2] 褚一鸣、姜形弼、范荣团,电子显微学报,7(1988)3,178.
- [3] 范荣团,MBE、MOCVD 外延生长的 GaAs/Si 中微孪晶,第三届全国材料科学中电子显微学会议论文集,1989 年,11 月,四川乐山,第 56—58 页.
- [4] D. J. Eaglesham, et al., Defects in MBE and MOCVD Grown GaAs on Si Inst. Phys. Conf. Ser. No. 87, 1987, 105—110.

PREPARATION OF CROSS-SECTIONAL SPECIMEN OF SEMICONDUCTOR FOR TEM AND ANALYTIC RESULTS

Fan Rongtuan

(Institute of Electronics, Academia Sinica, Beijing)

Abstract The technique for preparing cross-sectional specimen of semiconductor for TEM is shown. In such specimens prepared with the technique, an unexpected periodic compositional modulation in the fine low-dimensional structure named "Fine Low Dimensional Modulated Fringes" of GaAs/AlGaAs multilayers grown by MBE are observed. Some new patterns of dislocations, defects and microtwins etc. in GaAs/Si grown by both MBE and MOCVD are remarked. The technology can be adapted to the study of other systems of semiconductor materials also.

Key words Sandwich cross-sectional specimen technology; Electron microscopy; Fine low dimensional modulated fringes; Microtwins; Superlattice (SL)