

GaN 外延结构中微区应变场的测量和评价

王俊忠¹, 吉 元¹, 田彦宝¹, 牛南辉², 徐 晨², 韩 军², 郭 霞², 沈光地²

(1. 北京工业大学固体微结构与性能研究所, 北京 100124; 2. 北京工业大学光电子技术研究所, 北京 100124)

摘 要: 采用电子背散射衍射 (EBSD) 技术, 测量 GaN/蓝宝石结构中的弹性应变场. 将 EBSD 菊池衍射花样的图像质量 IQ 值及小角度错配作为应力敏感参数, 表征 GaN-Buffer 层-蓝宝石结构中的晶格畸变和转动, 显示微区弹性应变场. 在 GaN/蓝宝石系统中, 弹性应变的影响范围大约 200 × 700 nm. 采用快速傅立叶变换 (FFT) 提取菊池花样的衍射强度, 识别 GaN 外延结构中的应变/无应变区域.

关键词: 电子背散射衍射 (EBSD); 微区应力; GaN 外延层

中图分类号: TN454 **文献标识码:** A **文章编号:** 0372-2112 (2008) 11-2139-05

Measurement and Evaluation of Micro-Sized Strain Fields in GaN Epitaxial Structure

WANG Jun-zhong¹, JI Yuan¹, TIAN Yan-bao¹, NIU Nan-hui², XU Chen², HAN Jun², GUO Xia², SHEN Guang-di²

(1. Institute of Microstructure and Property of Advanced Materials, Beijing 100124, China;

2. Optoelectronic Technology Laboratory, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: The elastic strain field in a GaN/sapphire structure was measured via electron backscatter diffraction (EBSD). Image quality and small misorientation of EBSD Kikuchi patterns as strain sensitive parameters were applied to evaluate the distortion and the rotation of crystal lattices in GaN-buffer-sapphire structure, as well as to display micro-sized elastic strain field. The influence region of the elastic strain in GaN/sapphire structure is about 200 × 700 nm. The diffraction intensities of Kikuchi patterns were extracted and the strained/unstrained regions in GaN epitaxial structure were recognized by using the fast Fourier transform (FFT).

Key words: electron backscatter diffraction (EBSD); micro-sized stress; GaN epitaxial layer

1 引言

半导体结构和半导体器件在制造和使用过程中会引入应力. 在微电子器件中, 电热应力会使金属化系统等多层膜产生分层和断裂, 诱发晶体产生小丘、空洞、晶须等缺陷, 使器件可靠性下降^[1]. 在单晶外延结构中, 热应力和晶格错配应力会诱发缺陷形核或改变能隙^[2], 在有源区产生极化电场, 使光电子器件的发光效率和灵敏度降低. 由于微电子和光电子器件的特征尺寸多为几微米~纳米数量级, 如甚大规模集成电路 (ULSI) 和超大规模集成电路 (VLSI) 的金属互连线的宽度为几微米~几十纳米; 激光器和发光二极管的外延层、激活区、应力缓冲层 (Buffer) 的厚度为几纳米~几十纳米. 采用传统的 X 射线衍射 (XRD) 和同步辐射等测量技术, 均难以测量微米至纳米尺度的应力/应变. 如不能直接测量和表征

GaN/蓝宝石等外延结构中, 几十纳米范围的 Buffer 层内的应力状态和分布.

20 世纪 80 年代后期发展起来电子背散射衍射 (EBSD) 技术, 配置在扫描电镜 (SEM) 中, 在材料晶体学取向和结构鉴定方面得到广泛应用^[3-4]. EBSD 在测量微小特征尺寸, 如多晶薄膜及金属互连线^[4]中的晶粒结构及晶粒取向差方面发挥了独特作用^[5]. EBSD 测试原理和测试系统如图 1. 当高能电子束辐照到大角度倾斜 (70°) 的样品表面, 从晶体表面激发出的弹性散射电子若满足布拉格衍射条件时, 就会产生衍射线, 形成衍射圆锥. 由于布拉格角 () 很小, 在 SEM 工作条件下约 0.5°, 一组晶面产生的衍射圆锥与 EBSD 的荧光屏相截, 得到一对近似平行的衍射线对, 即菊池 (Kikuchi) 带. 不同晶面的菊池带构成一副菊池花样, 菊池带宽反比于晶面间距, 带间的交叉点代表一个结晶学方向.

采用 EBSD 还可以分析晶体的应力和应变. 因为菊池花样对样品表面的应力状态十分敏感, 应变使晶体衍射角 改变, 使菊池线带宽度变化、花样质量减低, 并使菊池线产生位移^[6]. 由于 的变化很小, 仅约 20mrad ^[7], 菊池带宽的变化量极其微小, 且应变花样的边缘与背底衬度十分接近, 难以通过测量线宽的改变量来表征应力和应变的程度. 与透射电镜中的会聚束技术不同, EBSD 花样中缺少对应应力较敏感的高阶菊池带, 难以通过测量 Bragg 角的微小变化量来表征微小应变 ($\sim \pm 5 \times 10^{-3}$)^[8]. 在 EBSD 技术中可利用菊池花样质量及晶格转动等参数评价晶体的应变. 与 XRD、会聚束衍射 (CBED)、同步辐射 XRD 等技术相比, EBSD 具有较高的空间分辨率 (几十纳米) 和较高的应变敏感性 (0.01%)^[9,10].

EBSD 在评价晶体的微区应力和应变方面已取得一些进展. Troost 等采用菊池带宽变化, 评价 $\text{Si-Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 系统中的弹性应变^[11]. MacKenzie 等通过快速 Fourier 变换, 评价菊池花样质量^[12]. 此方法由 Wilkinson 和 Dingley 进一步提高, 获得了 $\pm 1\%$ 的应变敏感度^[13]. Wilkinson 等通过计算相干函数方法, 评价 $\text{Si-Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 中晶带轴的微小移动量, 得到 $\pm 2 \times 10^{-4}$ 的应变敏感度^[7]. Keller 等利用菊池花样质量, 评价 GaAs-AlGaAs 中的弹性应变场, 获得优于 30nm 的空间分辨率^[6]. Tao 等测量了 Si 图像空间中的晶带轴位移, 得到 $\pm 0.1\text{mrad}$ 的精度^[14]. 目前采用 EBSD 技术分析微区应力的研究仍处于探索阶段, 发表相关的论文也仅有 15 篇左右.

本文采用 SEM-EBSD 分析系统, 测试了 GaN-应力缓冲层 (Buffer)-蓝宝石衬底系统中的应变状态和应力分布特征.

2 实验

GaN-蓝宝石样品由低压金属有机物气相外延生长技术制备. 三甲基镓和高纯氨分别为 Ga 源和 N 源, 衬底为 (0001) 蓝宝石. 首先将蓝宝石退火并清洁表面, 然后在 550°C 、 500mbar 气压下沉积 $20\sim 30\text{nm}$ 的 GaN 应力缓冲层 (Buffer), 再升温至 1080°C , 在 200mbar 下外延生长约 $3\mu\text{m}$ 的 r-GaN 层. 图 2 为 GaN-Buffer-蓝宝石衬底截面示意图. 采用 JEOL 公司 JSM 6500F 热场发射 SEM 和 EDAX 公司的 EBSD 系统. SEM 加速电压 30kV 、入射电流 5.4nA 、工作距离 15mm . EBSD 采集菊池花样的扫描步进 $30\sim 50\text{nm}$ 、采点数据点 $1500\sim 3000$ 个、允错角 0.5° , CCD 相机与样品距离 25mm , CCD 相机采集速率 $1\sim 5$ 帧/秒.

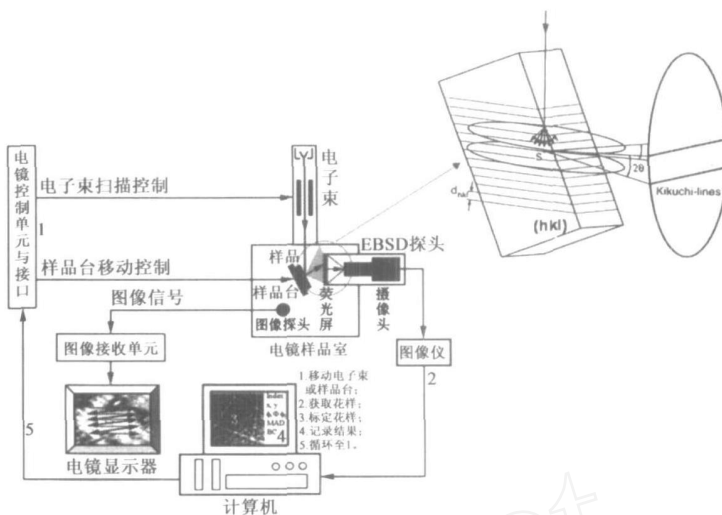


图1 EBSD系统构成及工作原理

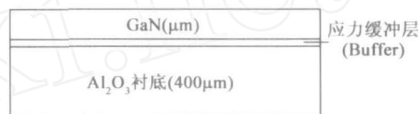


图2 GaN/蓝宝石结构的截面示意图

3 测量原理和测量方法

蓝宝石异质外延结构在生长过程中产生的晶格错配和热应力, 使晶格畸变, 晶面衍射强度降低, 从而使菊池花样质量 (IQ 值) 降低. 图 3 为实测的 GaN-蓝宝石中, Buffer 层 (a) 中和 GaN 外延层 (b) 中的 EBSD 菊池花样. 对比可知: Buffer 层中的花样的锐化程度明显低于 GaN 外延层中的锐化程度, IQ 值明显降低.

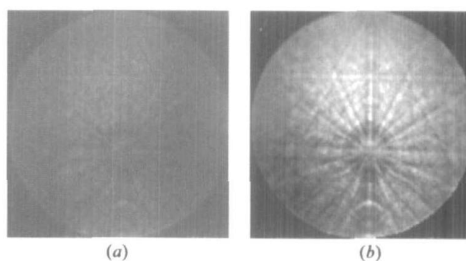


图3 应力缓冲层中(a)和外延层中(b)的GaN外延晶体的EBSD菊池花样

在 EBSD 分析软件中, 商家提供了一个菊池花样图像质量 (Image Quality, IQ) 的评定参数. IQ 值由 Hough 空间变换而得到, 见公式 (1).

$$= X\cos + Y\sin \quad (1)$$

式中, , 分别表示坐标原点到 X 和 Y 坐标确定的直线向量长度和方向. 经过坐标变换, 图像空间中的一条线 (一条菊池带) 转变为 Hough 空间中的一个点. Hough 空间每点强度值, 反映出一组晶面的衍射强度. IQ 值为几个最强衍射面的 Hough 峰值之和, 即 Kikuchi 带的强度之和, 见公式 (2).

$$IQ = \frac{I_{max}}{I_{pix}} \quad (2)$$

式中, I_{max} 表示 (hkl) 晶面的一个 Hough 峰的最大值, 它正比于 EBSD 花样中几个主要菊池 (Kikuchi) 带的强度之和, 见公式 (3). 式中 I_{pix} (Kikuchi) 表示一个菊池带的像素强度和.

$$I_{max} (hough) = I_{pix} (Kikuchi) \quad (3)$$

IQ 值与晶体学取向、晶粒尺寸, 样品表面形貌及表面应力相关. 在单晶系统中, IQ 主要受到晶体表面应力/应变的影响. 此外, 应变使晶格转动, 位错含量增加. 因此我们把 IQ 值和晶格转动量作为应力敏感参数, 测量外延系统中的应变特征和应力分布.

4 结果与讨论

蓝宝石 (Al_2O_3) 为三斜 $R\bar{3}C$ 空间群六方晶系, 晶格常数 $a = b = 0.4758\text{nm}$, $c = 1.2991\text{nm}$. GaN 为六方纤锌矿结构, 空间群 $P63mc$, 晶格常数 $a = b = 0.3186\text{nm}$, $c = 0.5178\text{nm}$. 在蓝宝石 (0001) 面上外延生长的 GaN 与其错配角 30° , 使蓝宝石的 $[1120]$ 和 $[1100]$ 分别平行于 GaN 的 $[1010]$ 和 $[1210]$, 使 GaN 外延层中的应变能最小, 如图 4 (a) 所示. 图 4 (b) 为 GaN 与蓝宝石取向差的 EBSD 测量结果, 证明二者的 c 轴互相平行, GaN 相对蓝宝石在 ab 平面内旋转约 30° . XRD 测量 GaN-蓝宝石样品的结果表明, GaN (0002) 的衍射角增加, 峰位右移, 晶面间距测试值 d_m 比标准值 d_s 减小了 $1.9 \times 10^{-4}\text{nm}$, 说明 GaN 外延层受压应力, 蓝宝石的主要衍射峰均左移, d_m 比 d_s 增加了约 $8.2 \times 10^{-5}\text{nm}$, 说明蓝宝石衬底受到拉应力.

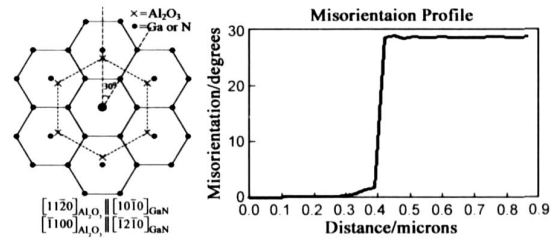


图4 GaN与蓝宝石的错配度(a)示意图, 及EBSD测量出的GaN与蓝宝石的错配角(b)

图 5 是 Buffer 层厚度为 20 nm 的 GaN-蓝宝石 (sapphire) 截面样品的一组 EBSD 测量数据. 图 5 (a) 为包含蓝宝石-Buffer-GaN 外延层三个区域的二次电子像, 图中的矩形小图为 EBSD 的 IQ 图. 图 5 (b) 为图 5 (a) IQ 图的放大, 图中间的虚线是 EBSD 菊池花样自动识别出来的 Buffer 层与蓝宝石衬底的界面. IQ 图清楚地显示出, IQ 值沿衬底、Buffer 层和 GaN 外延层外延生长方向的变化: 衬底的 IQ 值最高, GaN 外延层的次之, Buffer 层的 IQ 值最低, Buffer-蓝宝石界面处的 IQ 值仅为衬底的 $\sim 50\%$. IQ 值直接反映出 Buffer 层附近沿外延生长方向的应力分布. IQ 值的分布规律与 Keller 对 GaAs 系统的 EBSD 测量及有限元模拟相似^[6]. 图 5 (c) 选取了与图 5 (b) 相对应的 5 个区域 A、B、C、D 和 E, 相对于蓝宝石的晶格转动量, 其中 C 区代表的 Buffer 层相对于 A 区代表的蓝宝石衬底转动了约 30° , 这与图 4 (b) 的测试结果相符合. 此外, 从图 5 (b) 看出, Buffer 与蓝宝石界面 (虚线所示), 分布着 $0.5 \sim 10$ 的晶格错配, 由此推算出位错密度约为 $10^{12}/\text{m}^2$, 与报导的数据 $10^{12}/\text{m}^2 \sim 10^{14}/\text{m}^2$ 相似^[15]. Buffer 中的晶格错配使衬底和外延层的错配应力得到释放.

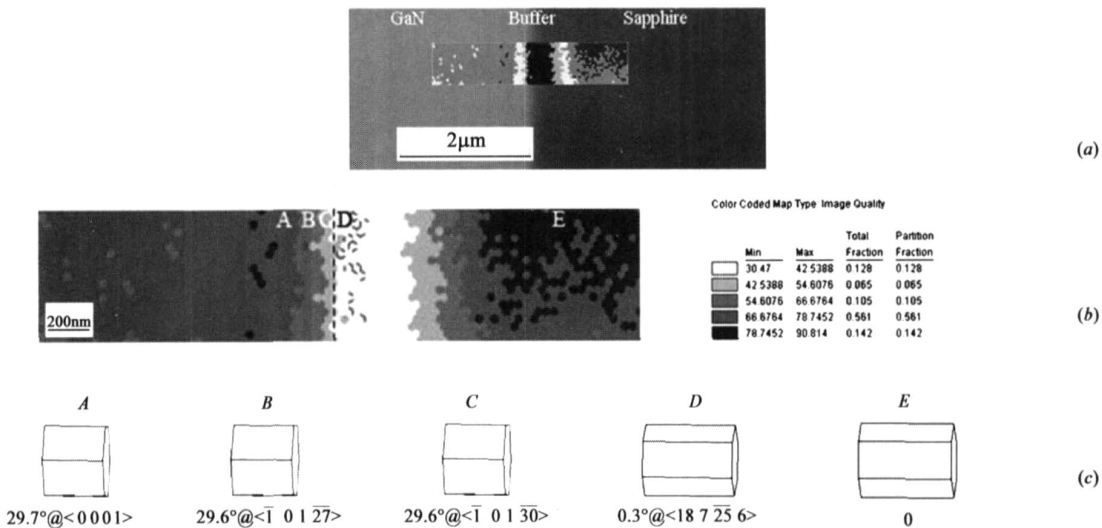


图5 GaN-Buffer-蓝宝石的EBSD扫描区域的IQ图(a)SE像; (b)IQ图; (c)不同区域的晶格转动量

图 6 为从 IQ 图中, 提取沿外延层方向、包含蓝宝石-Buffer-GaN 三层的 IQ 值绘制的 IQ 变化曲线, 虚线为

Buffer-蓝宝石界面. IQ 值以相似的变化速率向衬底和外延方向增加. IQ 值在离界面约 250 nm 之外后变化很

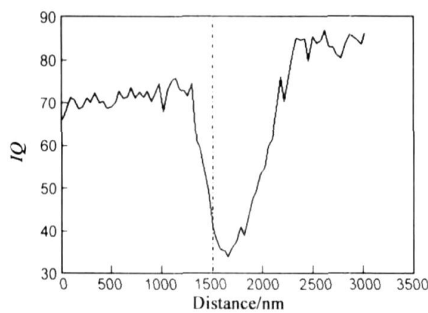


图6 沿GaN外延层—Buffer层— Al_2O_3 衬底域的IQ变化曲线

小,表明晶格畸变已明显减小,应力释放.通过扫描范围推算出大约经过500个晶胞后到达无应变区,表明应力影响范围在200nm~300nm范围.在离界面250nm之内,IQ变化很大,近似呈线性,表明Buffer层有效缓解了外延层和衬底之间的错配应力.蓝宝石的IQ值高于

GaN的IQ值,说明外延生长的GaN存在晶体缺陷.

图7为Buffer层厚度为30nm的GaN-蓝宝石样品的IQ图,以及与GaN外延层A至Buffer层E相对应的菊池花样和快速傅立叶变换(FFT).图7(a)IQ图中右侧虚线为Buffer-蓝宝石界面.由图7(b)可见沿外延层生长方向IQ值由23.2增加到86,花样清晰度也逐渐增加.图7(c)为以 $[1120]$ 晶带轴为中心的菊池花样(图7(b)E图中矩形区)的FFT图.FFT中的一条辐射线方向为一条菊池带的法线方向,其强度代表菊池带的衍射强度.与应变区域(E区)相比,无应变区域(A区)的FFT图所包含的低频分量增多,辐射线条更敏锐,中心亮度更高,面积也增加.这些特征表明,FFT变换后突出了花样衍射强度的变化,即突出了无畸变和畸变晶体的差异.对FFT强度信息的量化处理作尚在进行之中.

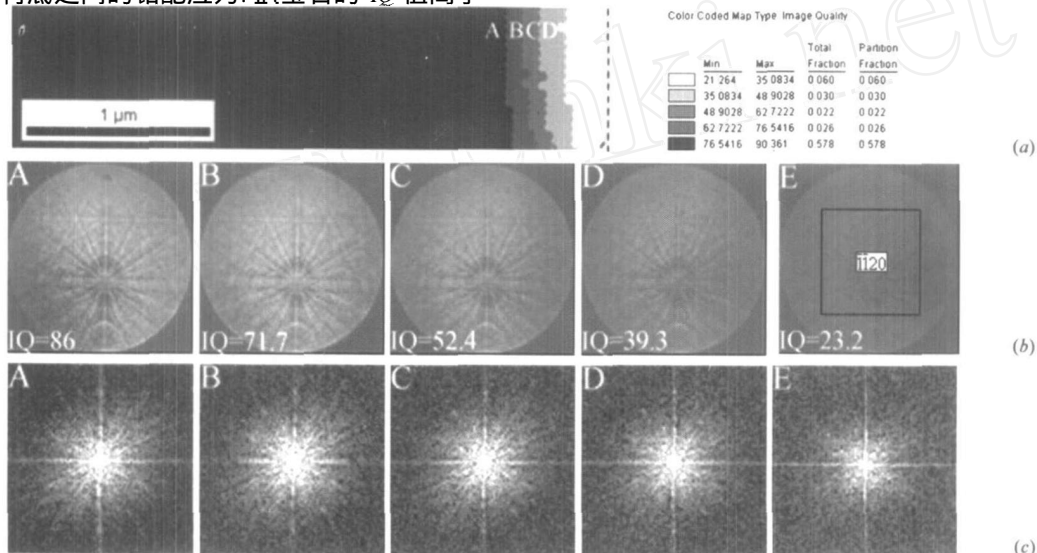


图7 (a)GaN-Buffer-蓝宝石样品的IQ图;(b)IQ图相应区域对应的菊池花样;(c)FFT图

5 结论

利用扫描电镜中EBSD技术,以IQ值和小角度错配作为单晶外延系统的应力敏感参数,测量和评价GaN-Buffer-蓝宝石系统中的弹性应变的分布特征.

- (1)以IQ值的统计分布图,显示Buffer层附近的弹性应力场,求出弹性应变的影响范围约为200~700nm.
- (2)蓝宝石衬底和外延层的最大晶格错配度约为 30° ,Buffer层中的位错密度约为 $10^{12}/\text{m}^2$.
- (3)经过快速傅立叶变换(FFT),突出了应变区与无应变区的差异.
- (4)EBSD是评价外延系统中微米至亚微米区域应力/应变的一种新型方法.

参考文献:

[1] 吉元,刘志民,付厚奎,等.采用同步辐射源X射线衍射技

术原位观测VLSI铝互连线的应力[J].北京工业大学学报,2005,31(5):514-518.

Ji Y,Liu Z M,Fu J Y,et al. In-situ observation of stresses in VLSI Al interconnects by using synchrotron radiation X-Ray diffraction technique[J].Journal of Beijing University of Technology,2005,31(5):514-518. (in Chinese)

[2] William A M,Jacques I P. GaN growth on sapphire[J].Journal of Crystal Growth,1997(1-2):178:168-173.

[3] Wright S I, Adams B L. Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns. Metall[J]. Trans A,1992,23(3):759-767.

[4] 王俊忠,吉元,王晓冬,等. Al互连线和Cu互连线的显微结构[J].物理学报,2007,56(1):371-375.

Wang J Z,Ji Y,Wang X D,et al. Microstructures of Al and Cu interconnects[J].Acta Physica Sinica,2007,56(1):371-375. (in Chinese)

[5] Dingley D J,Randle V. Microtexture:Determination by electron

- back-scatter diffraction [J]. Mater Sci, 1992, 27 (17) : 4545 - 4566.
- [6] Keller R R, Roshko A, Geiss R H, et al. EBSD measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers [J]. Microelectronic Engineering, 2004, 75 (1) : 96 - 102.
- [7] Wilkinson A J. Measurement of elastic strains and small lattice rotations using electron backscatter diffraction [J]. Ultramicroscopy, 1996, 62 (4) : 237 - 247.
- [8] Wilkinson A J, Meaden G, Dingley D J. High-resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity [J]. Ultramicroscopy, 2006, 106 (4-5) : 307 - 313.
- [9] Stanford N, Dunne D, Ferry M. Deformation and annealing of (011) [01 - 1] oriented Al single crystals [J]. Acta Materialia, 2003, 51 (3) : 665 - 676.
- [10] Wilkinson A J, Hirsh P B. Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk material [J]. Micron, 1997, 28 (4) : 279 - 308.
- [11] Troost K Z, Sluis P, Gravesteyn D J. Microscale elastic-strain determination by backscatter kikuchi diffraction in the scanning electron microscope [J]. Appl. Phys. Lett, 1993, 62 (10) : 1110 - 1112.
- [12] MacKenzie R AD. Computer Analysis of Electron Backscatter Diffraction Patterns [D]. Bristol: University of Bristol, 1987.
- [13] Wilkinson A J, Dingley D J. Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns [J]. Acta Met. Mat., 1991, 39 (12) : 3047 - 3055.
- [14] Tao X D. An EBSD study on Mapping of Small Orientation Differences in Lattice Mismatched Heterostructures [D]. USA: Lehigh University, 2003.
- [15] 倪贤峰, 叶志镇. 氮化镓材料中的位错对材料物理性能的影响 [J]. 材料导报, 2003, 17 (11) : 9-12.
- Ni X F, Ye Z Z. Influence of dislocations of GaN epilayers on physical properties [J]. Materials Review, 2003, 17 (11) : 9 - 12. (in Chinese)

作者简介:



王俊忠 男, 1982 年 5 月出生于河南省商水县, 2007 年获北京工业大学材料学硕士学位, 以第一作者在《物理学报》等杂志发表论文 3 篇, 硕士研究方向: 半导体材料和器件的微结构与微区应力的研究. 现为英国牛津仪器公司客户支持工程师.

E-mail: Simon.wang@oichina.cn



吉元 女, 1949 年 6 月出生于海拉尔市, 现为北京工业大学固体所教授, 主要从事电子显微学方法, 及在电子材料、纳米材料、复合材料等方面的应用研究, 在国内外学术杂志上发表论文 90 余篇, 获国家发明专利 3 项, 国家部委科技进步二等奖 4 项. 通讯作者.

E-mail: jiyuan@bjut.edu.cn

(上接第 2138 页)

- [16] Ito M. Cerebellar micro-complexes [M]. Schmahmann JD (ed) The Cerebellum and Cognition, Cambridge: Cambridge University Press, 1997. 475 - 487.
- [17] Massaquoi S G, Topka H. Models of Cerebellar Function [M]. Pandolfo M, Manto M (eds) The Cerebellum and Its Disorders, Cambridge: Cambridge University Press, 2002. 69 - 94.
- [18] Leigh J R, Zee D S. The Neurology of Eye Movements [M]. Plum F et al (eds) Contemporary Neurology Series, Philadelphia: FA Davis Co, 1991. 402 - 460.
- [19] Johnson MTV, Ebner TJ. Processing of multiple kinematic signals in the cerebellum and motor cortices [J]. Brain Res Rev, 2000, 33 (2 - 3) : 155 - 168.
- [20] Eccles J C et al. Patterns of convergence onto interpositus neurons from peripheral afferents [J]. J Neurophysiol, 1974, 37 (6) : 1438 - 1448.
- [21] Park S et al. Postural feedback responses scale with biomechanical constraints in human standing [J]. Exp Brain Res, 2004, 154 (4) : 417 - 427.
- [22] Runge C F et al. Ankle and hip postural strategies defined by joint torques [J]. Gait Posture, 1999, 10 (2) : 161 - 170.
- [23] Horak F B, Nashner L M. Central programming of postural movements: adaptation to altered support-surface configurations [J]. J Neurophysiol, 1986, 55 (6) : 1369 - 1381.
- [24] Li C-SR et al. Neuronal correlates of motor performance and motor learning in primary motor cortex of monkeys adapting to an external force field [J]. Neuron, 2001, 30 (2) : 593 - 607.