Röntgendiffractiestudie van polykristallijne LPCVD siliciumlagen.

Erik Huizer
Delft maart 1983

in samenwerking met:

dr.ir.R.Delhez
ir.M.Hendriks
dr.ir.Th.H. de Keijser
ing.N.M. van der Pers

afstudeerdocent:

prof.dr.ir.S.Radelaar

Verslag van het afstudeerwerk, dat verricht werd aan de Tussenafdeling der Metaalkunde, vakgroep Fysische en Chemische Metaalkunde, sectie Fysische Chemie van de Vaste Stof.

Vanaf deze plaats wilde ik graag iedereen bedanken die, op wat voor wijze dan ook, heeft meegeholpen aan het totstand komen van dit verslag. In het bijzonder Menso, Jos en Therese.

Kees Brakman wordt bedankt voor zijn inspirerend colloquium, ik heb er dankbaar gebruik van gemaakt.

Graag had ik ter ondersteuning van de resultaten enige SEM-plaatjes bijgevoegd, maar het bleek niet mogelijk deze binnen een periode van 3 maanden te laten maken.

Opgedragen aan de kwaliteit, die het zo heeft moeten ontzien de afgelopen dagen.

INHOUD

	Samenvatting	1
	Summary	2
	Lijst van symbolen	3
I	Inleiding	5
II	Theorie	6
II.1	Elasticiteitsmodellen	6
II.1.1	inleiding	6
II.1.2	het Reussmodel toegepast op anisotrope en isotrope materialen	7
II.2	Restspanningsmetingen met behulp van röntgendiffractie	9
II.2.1	inleiding	9
II.2.2	informatie uit de lijnposities	10
II.2.2.1	*algemeen*	10
II.2.2.2	*slingers in een $\sin^2\psi$-plot*	12
II.2.3	informatie uit de lijnvorm	14
II.2.3.1	*inleiding*	14
II.2.3.2	*correctie voor instrumentele verbreding*	14
II.2.3.3	*de Warren-Averbach analyse*	16
II.2.3.4	*single line analyse*	18
II.3	Stapelfouten en tweelingen	19
III	Meet- en verwerkingsmethode	22
III.1	De preparaten	22
III.2	De diffractometers	24
III.2.1	algemeen	24
III.2.1.1	*beschrijving*	24
III.2.1.2	*focussering*	24
III.2.1.3	*kanteling t.b.v. spanningsmetingen*	25
III.2.2	de Siemens ω-F-diffractometer	26
III.2.3	de Siemens D500 met positie gevoelige teller	26
III.2.4	de textuurgoniometer	28
III.3	Verwerking van de meetgegevens	29
III.3.1	het verwerkingsprogramma	29
III.3.2	eliminatie van stoorpieken	31
III.4	Doorbuigingsmetingen	32

INHOUD (vervolg)

IV Resultaten 34
IV.1 Metingen aan het gegloeide preparaat 34
IV.2 Metingen aan de preparaten met verschillende gloeitemperaturen 34
IV.2.1 overzichtsmetingen 34
IV.2.2 textuurmetingen 36
IV.2.3 metingen op de ω-F-diffractometer bij $\psi = 0$ 36
IV.2.3.1 *de roosterconstante* 36
IV.2.3.2 *lijnverbreding* 37
IV.2.3.3 *de resultaten van de Warren-Averbach analyse* 37
IV.2.4 metingen op de D500 met OED 38
IV.2.5 resultaten $\sin^2\psi$-metingen 39
IV.2.6 een schatting van de fout 40
IV.3 Spanningen uit de doorbuiging 41
V Warmtebehandelingen 42
V.1 Inleiding 42
V.2 De ovenopstelling 42
V.3 De voorbehandeling 43
V.4 De gloeibehandelingen 43
V.4.1 eerste serie 43
V.4.2 de tweede serie warmtebehandelingen 44
V.4.3 de derde serie warmtebehandelingen 44
V.5 Siliciumnitride vorming 45
VI Discussie
VI.1 Microstructuur en textuur 46
VI.1.1 algemeen 46
VI.1.2 invloed van de laagdikte 46
VI.1.3 invloed van de textuur 46
VI.1.4 stapelfouten 48
VI.1.5 macrospanningen 49
VI.2 Meten en verwerken 51
VI.2.1 röntgendiffractiemetingen met een diffractometer 51
VI.2.2 het röntgendiffractielijnprofielanalyseprogrammapakket 51
VI.2.3 de "hoek"-correctie 52
VI.2.4 stoorpiek eliminatie 52
VI.3 Het vervaardigen van een standaard preparaat d.m.v. warmtebehandelingen 53

INHOUD (vervolg)

VII	Conclusies en aanbevelingen	54
	Appendices	55
	Literatuur	64

SAMENVATTING

Bij dit onderzoek is de microstructuur van polykristallijne LPCVD siliciumlagen met behulp van röntgendiffractie bestudeerd. Hiertoe zijn Bragg-reflecties gemeten van enige preparaten, zowel in gekantelde als in ongekantelde toestand. Op alle resultaten is lijnprofielanalyse toegepast m.b.v. een computerprogramma (Delhez,THD).

Het blijkt dat de microstructuur van de kristallieten sterk varieert met hun oriëntatie. De invloed van laagdikte, groeitemperatuur en textuur van de laag op deze variaties lijkt gering. Stapelfouten vormen geen afdoende verklaring voor de variaties in microstructuur.

De spanningstoestand van de kristalliten blijkt eveneens met hun oriëntatie te variëren, zodat een verband lijkt te bestaan met de microstructuur. In alle gevallen ondervinden de <110> georiënteerde kristallieten de grootste treksanning en zijn deze kristallieten perfecter dan kristallieten met andere oriëntaties.

Een goede verklaring voor de spanningen in de lagen en voor de variaties van spanningen en microstructuur met de oriëntatie van de kristallieten is nog niet gevonden. De schaarse, in de literatuur bekende, theoriën blijken ontoereikend.

De mogelijkheden om via een warmtebehandeling een standaard spanningsvrij silicium-preparaat te maken zijn onderzocht. De verschillende paradoxale eisen die aan het preparaat gesteld worden, blijken het welhaast onmogelijk te maken om van een polykristallijne siliciumlaag een standaard te maken.

Tenslotte zijn verschillende aspecten van de röntgendiffractiemetingen en van de verwerkingsmethode nader onderzocht. Aangetoond wordt dat metingen op een diffractometer met een tijdsbesparende positie gevoelige teller, qua nauwkeurigheid niet onder doen voor metingen op een diffractometer met gewone teller.

SUMMARY

In order to get information about the microstructure of polycrystalline LPCVD silicon films, X-ray diffraction studies were performed. The Bragg-reflections of several specimens were measured in tilted and untilted condition. For all the results line profile analysis has been done with a computer program (Delhez TH).

It has been found that the microstructure of the crystallites varies strongly with their orientation. The filmthickness, growth temperature and texture of the layer seem to have only a slight influence on these variations. These variations cannot be explained by stacking faults. Also the stress condition of the crystallites varies with their orientation. Therefore it seems reasonable to assume that the stress condition is related to the microstructure. In all cases the {110} oriented crystallites appear to have the greatest tension, parallel to the surface and they are more perfect than crystallites with other orientations.
An explanation for these stresses in the layers and for the variations in stress and microstructure with the orientation of the crystallites has not been found. The few theories available in literature turn out to be inadequate.

The possibility to make a standard stress-free silicon specimen by heat-treatments has been investigated. It seems that it is almost impossible to make such a standard, because of the several paradoxal demands.

Finally, several aspects of the X-ray diffraction measurements and subsequent analysis have been investigated. It is shown that a diffractometer with a position sensitive detector saves an appreciable amount of time, with respect to convention detectors, without losing any accuracy.

LIJST VAN SYMBOLEN

a	roosterconstante
A	oppervlakte
A(n)	cosinus Fouriercoëfficiënt
b	aantal componenten van een reflectie, aangetast door stapelfouten.
B(n)	sinus Fouriercoëfficiënten
c	stijfheidstensor van het éénkristal
C	stijfheidstensor van het preparaat
C(n)	complexe Fouriercoëfficiënten
d	vlakkenspatie
D	kristalliegrootte
e	microrek
f	structureel verbreed profiel
F	Fouriercoëfficiënten f-profiel
g	instrumenteel verbreed profiel
G	Fouriercoëfficiënten g-profiel
h	gemeten profiel
H	Fouriercoëfficiënten h-profiel
hkl	Miller indices
h_0	$\sqrt{h^2+k^2+l^2}$
I	intensiteit
L	correlatieafstand
n	rangnummer
N	geheel getal
p	spanwijdte (periode)
r	interactie tensor
R	verhouding $K\alpha_1$ en $K\alpha_2$-intensiteit
s	slapheidstensor van het éénkristal
s'	idem gedefineerd in het laboratorium assenstelsel
S	slapheidstensor van het preparaat
t	interactie tensor
u	aantal componenten van een reflectie datniet aangetast wordt door stapelfouten
2w	halfwaardebreedte
z	doorbuiging

α	stapelfoutwaarschijnlijkheid
β	integrale breedte
γ	richtingscosinus
Γ	oriëntatieparameter zie formule (17)
ε	deformatietensor
ε'	idem gedefineerd in het laboratorium assenstelsel
$\varepsilon(L)$	deformatiecomponent over een afstand L
η	richtingsco-inus
θ	Bragg-hoek
κ	tweeling-waarschijnlijkheid
λ	golflengte
μ	absorptiecoëfficiënt
σ	spanningstensor
σ'	idem gedefineerd op het laboratorium assenstelsel
ϕ	draaiingshoek om een as loodrecht op het preparaatoppervlak
ψ	kantelingshoek tussen de normaal op de diffracterende vlakkenscharen en de normaal op het preparaatoppervlak
ω	richtingscosinus

subscripten:

0	standaard of begin-waarde
n	loodrecht op het oppervlak gemeten
v	Voigt functie
c	Cauchyfunctie
g	Gauss functie
ϕ	gemeten onder een hoek ϕ met de richting van σ_1 in het oppervlak
ψ	gemeten onder een kantelingshoek ψ

i,j,k,l zijn sommatie indices en staan voor de getallen 1,2 of 3

INLEIDING

Polykristallijne siliciumfilms, gegroeid door Chemical Vapour Deposition (CVD) op een substraat van geoxideerd silicium éénkristal is een materiaalconfiguratie die veel toegepast wordt in de electronische industrie. Het dient bijvoorbeeld als basis voor geïntegreerde schakelingen [1] en geheugencellen [2].
In de polykristallijne laag worden grote interne spanningen aangetroffen [3,4], die kunnen leiden tot ongewenste effecten zoals breuk van de polykristallijne laag of kromtrekken van de gehele plak.
Deze interne spanningen kunnen gemeten worden met behulp van röntgendiffractie. Uit de verbreding van de Bragg-reflecties volgt dan de microrek [5] terwijl uit de verschuiving van de Bragg-reflecties een verandering in roosterconstante kan worden berekend waaruit de macrorek volgt [6]. Deze roosterconstanten blijken bij metingen aan siliciumlagen sterk af te hangen van de oriëntatie van de kristallieten [4]. Mogelijke oorzaken hiervan zijn textuur, stapelfouten of macrospanning in combinatie met elastische anisotropie.

Teneinde meer duidelijkheid over de mogelijke oorzaken te verkrijgen zijn röntgendiffractiemetingen verricht aan verschillende preparaten. De invloed van de laagdikte en groeitemperatuur en het effect van stapelfouten, textuur en macrospanningen zijn onderzocht.

THEORIE

II.1 ELASTICITEITSMODELLEN

II.1.1 Inleiding

Het is mogelijk om, bijvoorbeeld met röntgendiffractie, rekken te meten. Om deze rekken om te rekenen naar spanningen is een elasticiteitsmodel nodig. Daarom worden hier enige elasticiteitsmodellen behandeld, alvorens in het tweede deel van deze theorie de restspanningsmetingen ter sprake komen.

Aan de basis van ieder elasticiteitsmodel ligt de wet van Hooke. Deze is voor één kristallietje als volgt op te schrijven:

$$\varepsilon_{ij}=\sum_{kl}\sum s_{ijkl}\sigma_{kl}$$

Dit wordt voortaan verkort weergegeven als:

$$\varepsilon_{ij}=s_{ijkl}\sigma_{kl} \qquad (1)$$

(een herhaling van subscripten betekent sommatie over deze subscripten.)
Hierin is s_{ijkl} de slapheidstensor, σ de spannings- en ε de deformatietensor. De spanningen kunnen ook uit de rekken worden afgeleid volgens:

$$\sigma_{ij}=c_{ijkl}\varepsilon_{kl} \qquad (2)$$

waarin $c_{ijkl}(=s^{-1}_{ijkl})$ de stijfheidstensor is.
Voor een textuurloos polykristallijn materiaal geldt:

$$\langle\varepsilon_{ij}\rangle=S_{ijkl}\langle\sigma_{kl}\rangle \qquad (3)$$

met: $\langle\varepsilon_{ij}\rangle$ = macro-deformatietensor; gemiddelde over alle kristallieten.
$\langle\sigma_{ij}\rangle$ = macro-spanningstensor; gemiddelde over alle kristallieten.
S_{ijkl} = macro-slapheidstensor; C_{ijkl} = macro-stijfheidstensor.
In het algemeen geldt dat $S_{ijkl} \neq \langle s_{ijkl}\rangle$ en $C_{ijkl} \neq \langle c_{ijkl}\rangle$.
Er zijn drie bekende elasticiteitsmodellen [6]:

(i) Het Reuss-model.

Dit is het, tot nog toe, meest gebruikte model. Het gaat uit van een voor alle kristallieten gelijke spanning met per kristalliet wisselende deformaties:

$$\sigma_{ij}=\langle\sigma_{ij}\rangle \qquad (4a)$$

en dus:

$$S_{ijkl} = \langle s_{ijkl} \rangle \tag{4b}$$

(ii) Het Voigt-model.

Hierbij wordt een gelijke deformatie voor alle kristallieten verondersleld, met per kristalliet variërende spanningen:

$$\varepsilon_{ij} = \langle \varepsilon_{ij} \rangle \tag{5a}$$

en dus:

$$Cijkl = \langle c_{ijkl} \rangle \tag{5b}$$

(iii) Het Kröner-model.

Bij dit model wordt uitgegaan van een anisotroop kristallietje in een isotrope matrix [7]. De interactie tussen matrix en kristallietje wordt in rekening gebracht via een zogenaamde elastische polarisatie, waarbij de vorm en de oriëntatie van het kristallietje in de berekening meegenomen worden. Dit leidt tot de volgende algemene formules:

$$\sigma_{ij}(g) = \{C_{ijkl} + r_{ijkl}(g)\} \cdot \langle \varepsilon_{kl} \rangle \tag{6a}$$

én:

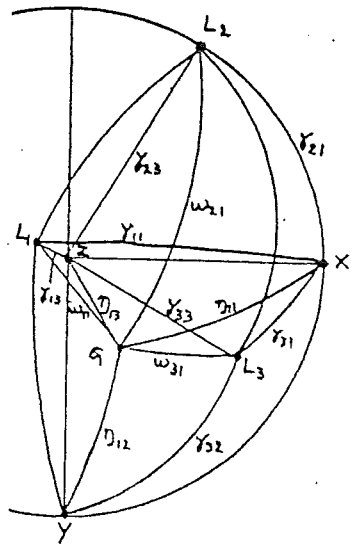
$$\varepsilon_{ij}(g) = \{S_{ijkl} + t_{ijkl}(g)\} \cdot \langle \sigma_{kl} \rangle \tag{6b}$$

Hierin duidt g een oriëntatie-afhankelijkheid aan en zijn t_{ijkl} en r_{ijkl} termen voor de elastische interactie tussen de kristalliet en de omringende matrix.

Het Voigt-model en het Reuss-model zijn uitersten en beide grove benaderingen. Het Krönermodel lijkt de realiteit beter te benaderen, maar is mathematisch moeilijk oplosbaar. Het Reussmodel blijkt in vele gevallen redelijk te voldoen [8], terwijl het Kröner-model inderdaad het best voldoet [9]. Het is ook mogelijk het gemiddelde van het Voigt- en het Reuss-model te nemen, dit komt binnen 5% overeen met de waarden volgens het Kröner-model [6].

II.1.2 Het Reuss-model toegepast op anisotrope en isotrope materialen.

Allereerst zal voor een anisotropisch kubisch éénkristal met kristalassen X,Y,Z de rek, gemeten in een richting L_3 van een laboratorium assenstelsel L_1,L_2,L_3 uitgedrukt worden in de hoofdspanningen $\sigma_1,\sigma_2,\sigma_3$. De betrekkingen tussen de drie orthonormale assenstelsels X,Y,Z; L_1,L_2,L_3 en $\sigma_1,\sigma_2,\sigma_3$ worden gegeven door drie transformatie matrices:



Figuur 1. De ligging van de assenstelsels t.o.v. de kristallografische assen.[10].

	X	Y	Z
L_1	γ_{11}	γ_{12}	γ_{13}
L_2	γ_{21}	γ_{22}	γ_{23}
L_3	γ_{31}	γ_{32}	γ_{33}

	σ_1	σ_2	σ_3
L_1	ω_{11}	ω_{12}	ω_{13}
L_2	ω_{21}	ω_{22}	ω_{23}
L_3	ω_{31}	ω_{32}	ω_{33}

	X	Y	Z
σ_1	η_{11}	η_{12}	η_{13}
σ_2	η_{21}	η_{22}	η_{23}
σ_3	η_{31}	η_{32}	η_{33}

Hierin zijn γ_{ij},ω_{ij} en η_{ij} de richtingscosinussen zoals aangegeven in figuur 1.In deze stereografische projectie is alleen σ_1 aangegeven om de figuur niet nodeloos ingewikkeld te maken. Tevens zijn de hoeken aangeduid met hun, hiervoor reeds genoemde cosinussen. Duiden we de tensorcomponenten in het laboratoriumstelsel aan met een accent dan kunnen we de gemeten rek in de richting L_3 als volgt schrijven:

$$\varepsilon'_{33} = s'_{ijkl}\sigma'_{kl} \tag{7}$$

De spanningscomponenten zijn uit te drukken in de hoofdspanningen door transformeren [10]:

$$\sigma'_{ij} = \omega_{ik}\omega_{jl}\sigma_{kl} \tag{8}$$

Door nu ook de elasticiteitsconstanten s'_{ijkl} naar die van het éénkristal (s_{ijkl}) te transformeren en, met behulp van figuur 1, enige betrekkingen tussen de verschillende richtingscosinussen in te voeren, kan formule (8) als volgt worden herschreven [10]:

$$\begin{aligned}\varepsilon'_{33} = {} & \sigma_1\{s_{1122} + s_0(\gamma_{3i}^2\eta_{1i}^2) + 2s_{1212}(\gamma_{3i}\eta_{3i})^2\} + \\ & \sigma_2\{s_{1122} + s_0(\gamma_{3i}^2\eta_{2i}^2) + 2s_{1212}(\gamma_{3i}\eta_{2i})^2\} + \\ & \sigma_3\{s_{1122} + s_0(\gamma_{3i}^2\eta_{3i}^2) + 2s_{1212}(\gamma_{3i}\eta_{3i})^2\}\end{aligned} \tag{9}$$

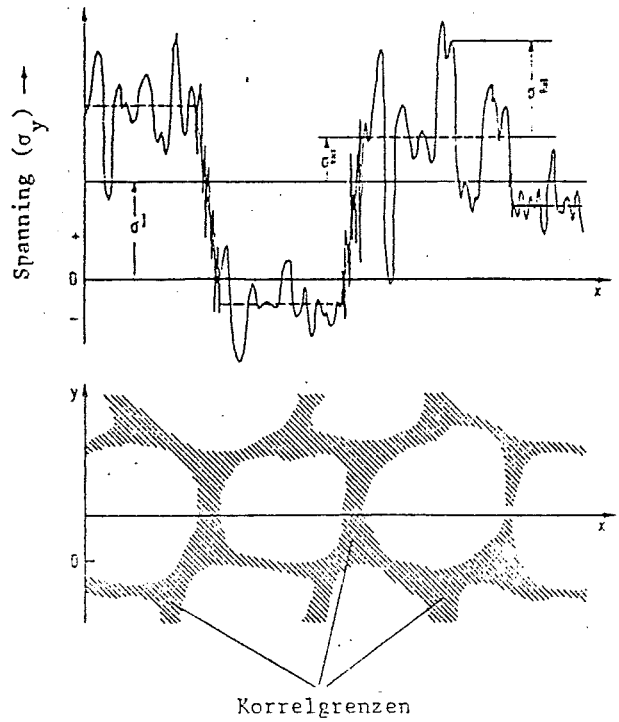
waarin $s_0 = s_{1111} - s_{1122} - 2s_{1212}$ (9a)

waarmee de rek in de richting van L_3 geheel is uitgedrukt in de hoofdspanningen en de éénkristal elastische constanten voor een anisotroop kristalliet.

De gemiddelde rek over alle, tot de meting bijdragende,kristallieten in een preparaat kan uit (9) worden afgeleid. Aangenomen dat het Reuss-model geldt (alle kristallieten dezelfde spanningstoestand) en dat σ_1 en σ_2 in het preparaatoppervlak liggen en σ_3 dus loodrecht op het oppervlak staat, vinden Möller en Martin [10]:

$$\begin{aligned}\langle\varepsilon'_{33}\rangle = {} & \sigma_1\{s_{1122} + \Gamma s_0 + (s_{1111} - s_{1122} - 3\Gamma s_0)\omega_{31}^2\} + \\ & \sigma_2\{s_{1122} + \Gamma s_0 + (s_{1111} - s_{1122} - 3\Gamma s_0)\omega_{32}^2\} + \\ & \sigma_3\{s_{1122} + \Gamma s_0 + (s_{1111} - s_{1122} - 3\Gamma s_0)\omega_{33}^2\}\end{aligned} \tag{10}$$

waarin $\Gamma = \gamma_{31}^2\gamma_{31}^2 + \gamma_{32}^2\gamma_{33}^2 + \gamma_{33}^2\gamma_{31}^2$ (11)



Figuur 2. Mogelijke ligging van restspanningen van de I^e, IIe en IIIe soort in verscheidene kristallen. [11]

Neemt men bovendien aan dat voor het gemeten preparaat een spanningstoestand als aan een vrij oppervlak geldt, dan is $\sigma_3 = 0$ en vervalt de laatste term in formule (10).

II.2 RESTSPANNINGSMETINGEN MET BEHULP VAN RÖNTGENDIFFRACTIE.

II.2.1 Inleiding

Restspanningen of interne spanningen in de meest algemene zin zijn spanningen in een afgesloten systeem, waarop geen uitwendige krachten en momenten werken. De met restspanningen verbonden interne krachten en momenten bevinden zich in mechanisch evenwicht. Dat wil zeggen dat de totale kracht op elk willekeurig doorsnijdingsvlak van het systeem, en het totale moment rond iedere willekeurige as nul zijn. Spanningen ten gevolge van het niet in evenwicht zijn van niet mechanische invloeden (b.v. een temperatuursgradiënt in het preparaat)en spanningen ten gevolge van volumekrachten, d.w.z. krachten waarvan de grootte evenredig is met het volume (b.v. zwaartekracht), worden niet tot de restspanningen gerekend.

In de literatuur wordt onderscheid gemaakt tussen verschillende soorten restspanningen. De "Duitse school" heeft als onderverdeling [11]:

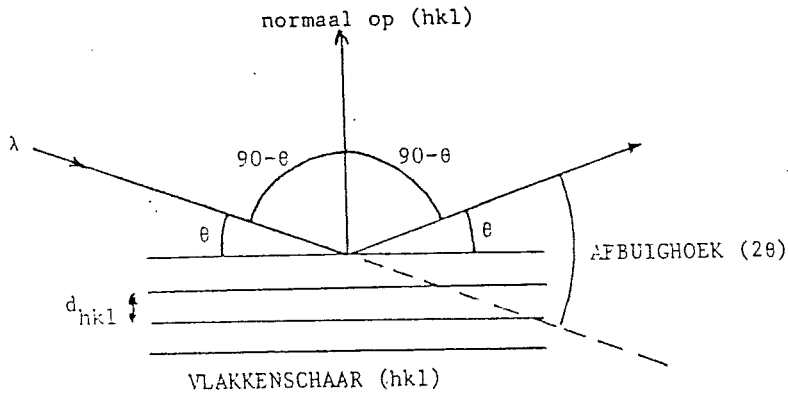
(i) spanningen van de I^e soort.
Dit zijn spanningen die over meerdere korrels nagenoeg homogeen zijn en die t.o.v. elke doorsnede weer in evenwicht zijn. Een verandering in dat evenwicht heeft een macroscopische maatverandering tot gevolg.

(ii) spanningen van de IIe soort.
Deze zijn over een korrel of kristalliet nagenoeg homogeen. Deze spanningen vormen, over voldoende korrels bekeken, weer een evenwicht. Bij ingrijpen in dit evenwicht kunnen macroscopische maatveranderingen optreden.

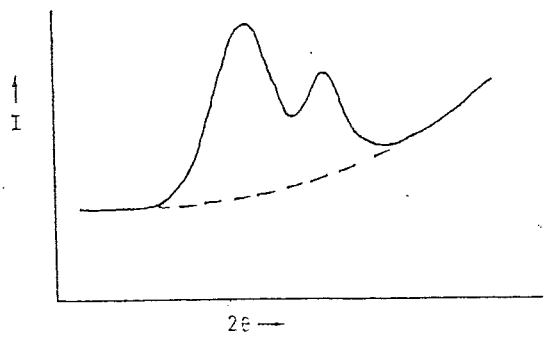
(iii) spanningen van de III^esoort.
Dit zijn over enige atoomafstanden inhomogene spanningen, die, over een klein bereik (vaak is reeds een groot deel van de kristalliet voldoende) bekeken, in evenwicht zijn. Ingrijpen in dit evenwicht heeft geen macroscopische maatveranderingen tot gevolg.

Deze indeling wordt verduidelijkt met figuur 2.

De "Amerikaanse school" maakt onderscheid tussen macro-(rest)spanningen en micro-(rest)spanningen [12]. Deze macrospanning komt overeen met de spanningen van de I^e soort; de microspanningen blijken overeen te komen met de spanningen van de IIe en IIIe soort tezamen.



Figuur 3. Reflectie volgens de wet van Bragg.[5].



Figuur 4. Algemene gedaante van een lijnprofiel.[5] (I=Intensiteit).

Het is in het algemeen niet mogelijk restspanningen direct te meten, maar wel is het mogelijk met röntgendiffractie de deformaties in een materiaal non-destructief te bepalen. Hiertoe worden met een diffractometer of een röntgencamera [13] opnamen gemaakt van de aan de kristallietvlakken optredende reflecties. Hierbij geldt de wet van Bragg [13]:

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \qquad (12)$$

waarin d_{hkl} de netvlakafstand van de reflecterende vlakkenschaar (hkl), θ de Bragg-hoek, d.w.z. de hoek tussen de invallende bundel en de reflecterende vlakken , en λ de gebruikte golflengte van de röntgenstraling is (zie figuur 3).

Onder ideale omstandigheden (ideale röntgenapparatuur met een oneindig smalle bundel zuiver monochromatische röntgenstraling en een groot, perfect éénkristal als preparaat) treedt diffractie alleen op bij de hoeken die door de wet van Bragg worden gegeven (δ-functie). Tengevolge van het niet ideaal zijn van de apparatuur en de niet perfecte structuur van het preparaat vindt uitsmering van de gediffracteerde intensiteit rond deze hoeken plaats. Er ontstaat een zogeheten lijnprofiel.(zie figuur 4)

Zowel uit de lijnposities als uit de lijnvorm is informatie te verkrijgen over de structuur en de deformaties van het materiaal.

II.2.2 Informatie uit de lijnposities.

II.2.2.1 *algemeen*

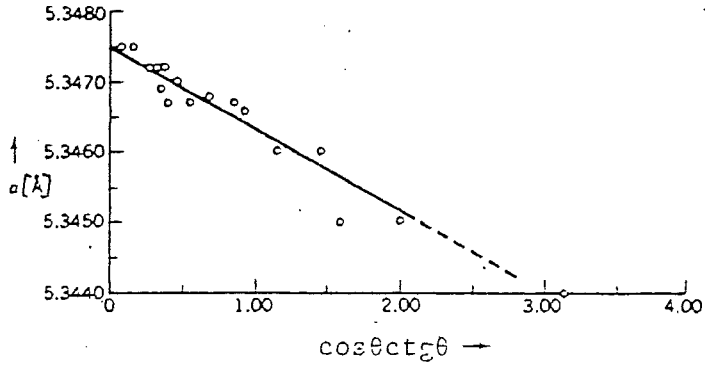
Uit een gemeten reflectie van een homogeen preparaat is met de wet van Bragg (12) de netvlaksafstand (d_{hkl}) te berekenen. Uitgaande van een kubisch materiaal (silicium is, net als de meeste metalen, kubisch), kan de roosterconstante (a) berekend worden volgens [13]:

$$a = d_{hkl}\cdot\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} \qquad (13)$$

Een hogere nauwkeurigheid wordt bereikt door meerdere reflecties te meten en de gevonden roosterconstanten uit te zetten tegen een extrapolatiefunctie ($f(\theta)$) waarin de hoekafhankelijkheid van de instrumentele abberaties is verwerkt. Extrapoleren van de beste rechte lijn naar $f(\theta)=0$, d.w.z. $2\theta=180^{\circ}$, levert de juiste roosterconstante. Voor metingen op de, bij dit onderzoek gebruikte diffractometers, is de extrapolatiefunctie [5]:

$$f(\theta) = \cos\theta\,\mathrm{ct}\theta \qquad (14)$$

zie figuur 5.



Figuur 5. Nauwkeurige roosterconstante bepaling van CaF_2 m.b.v. extrapolatie volgens cosθctθ. [5]

Via de roosterconstante en de netvlaksafstanden is met behulp van lijnposities (piekposities) informatie te verkrijgen over restspanningen (deformaties) in het materiaal. Stel, men meet van een bepaald isotroop, kubisch materiaal de vlakkenspatie (d_{hkl}) van een reflectie (hkl) in een richting L_3. L_3 is ten opzichte van de hoofdspanningen σ_1, σ_2 (in het preparaatoppervlak) en σ_3 (loodrecht op het preparaatoppervlak) vastgelegd door de hoeken ϕ en ψ (zie figuur 6). Voor de rek in de richting L_3 geldt nu:

$$\langle\varepsilon'_{33}\rangle = \left\langle\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0}\right\rangle = \left\langle\frac{a_{\phi\psi} - a_0}{a_0}\right\rangle \tag{15}$$

Waarin $d_{\phi\psi}$ de gemeten spatie in de richting L_3 is en d_0 de spatie in een perfect kristal. Het accent duidt aan dat de rek gemeten is ten opzichte van een orthonormaal assenstelsel L_1, L_2, L_3.

Bij röntgendiffractiemetingen wordt vaak gewerkt met de zogenaamde röntgenelastische constanten (s_1 en s_2) [6]:

$$\begin{aligned} s_1(hkl) &= s_{1122} + s_0\Gamma \\ \tfrac{1}{2}s_2(hkl) &= s_{1111} - s_{1122} - 3s_0\Gamma \end{aligned} \tag{16}$$

met s_0 zoals gedefineerd in (9a). De (hkl) duidt erop dat de röntgenelastische constanten afhankelijk zijn van de gemeten reflectie. Deze afhankelijkheid zit in de factor Γ (zie formule (11)). Aangezien γ_{31}, γ_{32} en γ_{33} de cosinussen van de hoeken tussen de normaal op de diffracterende vlakkenschaar (hkl) en de kristalassen zijn, is Γ ook te schrijven als:

$$\Gamma = \frac{h^2k^2 + k^2l^2 + h^2l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \tag{17}$$

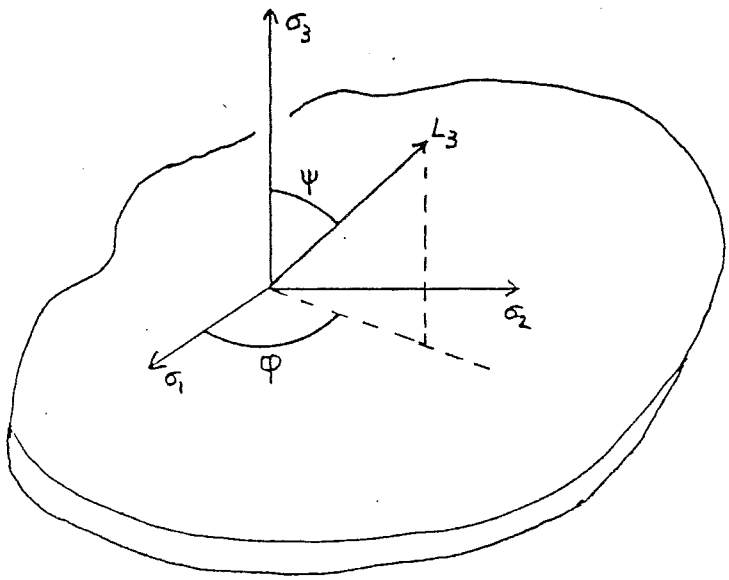
Waarmee de (hkl) afhankelijkheid van s_1 en s_2 duidelijk is.
Uit de figuren 1 en 6 is af te leiden dat:

$$\begin{aligned} \omega_{31} &= \sin\psi\cos\phi \\ \omega_{32} &= \sin\psi\sin\phi \\ \omega_{33} &= \cos\psi \end{aligned} \tag{18}$$

Combineren van (15),(16),(17) en (18) met (10) levert:

$$\langle\varepsilon'_{33}\rangle = \left\langle\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0}\right\rangle = s_1(hkl)(\sigma_1 + \sigma_2) + \tfrac{1}{2}s_2(hkl)(\sigma_1\cos^2\phi + \sigma_2\sin^2\phi)\sin^2\psi \tag{19}$$

Gezien de geringe dikte van de hier beschouwde polykristallijne siliciumlagen lijkt het gerechtvaardigd te veronderstellen dat de spanningstoestand in de laag er een is als aan een vrij oppervlak. Daarom is in formule (19) $\sigma_3 = 0$, terwijl σ_1 en σ_2 gemiddelden zijn over de laag.



Figuur 6. Definitie van de hoeken ϕ en ψ en de oriëntatie van het laboratorium systeem t.o.v. de hoofdspanningen.[6]

Voor de deformatie loodrecht op het preparaatoppervlak $<\varepsilon_{33}>$ geldt ($\psi = 0$):

$$<\varepsilon_{33}> = <\frac{d_n - d_0}{d_0}> = s_1(hkl)[\sigma_1 + \sigma_2] \qquad (20)$$

De vlakkenspatie van de reflecterende vlakkenscharen die evenwijdig aan het oppervlak liggen, is hierin d_n genoemd. Uit formule (8) en (18) is af te leiden dat voor een spanning (σ_ϕ) in het oppervlak ($\psi = 0$), onder een hoek ϕ met σ_1 geschreven kan worden:

$$\sigma_\phi = \sigma_1 \cos^2\phi + \sigma_2 \sin^2\phi \qquad (21)$$

Het is nu mogelijk om σ_ϕ met behulp van $s_1(hkl)$ en $s_2(hkl)$ uit te drukken in de gemeten netvlaksafstanden:

$$\sigma_\phi = \left(\frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} - \frac{d_n - d_0}{d_0}\right) \cdot \frac{1}{\frac{1}{2}s_2(hkl)\sin^2\psi} \quad ==>$$

$$\sigma_\phi \simeq \frac{d_{\phi\psi} - d_n}{d_n} \cdot \frac{1}{\frac{1}{2}s_2(hkl)\sin^2\psi} \qquad (22)$$

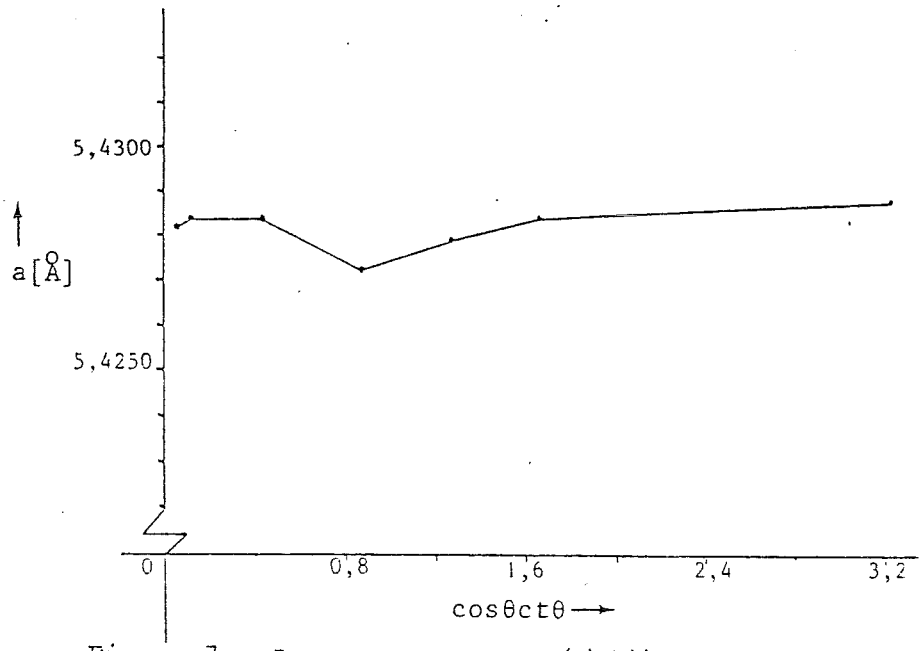
Een grafiek van $d_{\phi\psi}$ versus $\sin^2\psi$ moet dus volgens deze theorie (Reuss-model, kubisch materiaal, geen voorkeursoriëntatie) een rechte lijn opleveren. Uit de helling van de lijn kan σ_ϕ berekend worden. Vandaar de naam $\sin^2\psi$-methode die veel gebruikt wordt voor dit soort metingen.
Bij een gegeven spanning σ_ϕ zal de helling van de $\sin^2\psi$-plot afhankelijk zijn van de gemeten reflectie, daar s_2 afhankelijk is van (hkl). Omdat ook s_1 afhankelijk is van (hkl) zal de roosterconstante bij $\psi = 0$ voor verschillende reflecties een verschillende waarde hebben, zoals te zien is in figuur 7, gebaseerd op formule (20).
De, met de $\sin^2\psi$-methode gemeten, spanningen volgen uit een verschil in vlakkenspatie voor verschillend georiënteerde kristallieten. Volgens figuur 2 worden dus de spanningen van de I^e en de IIe soort gemeten.

II.2.2.2 *slingers in $\sin^2\psi$-plots.*

In praktijk worden nogal eens slingers in een $\sin^2\psi$-plot aangetroffen. Mogelijke oorzaken hiervan zijn:

(i) Gradiënten van spanningen loodrecht op het oppervlak.
Een gradiënt in σ_3, bijvoorbeeld, heeft tot gevolg dat σ_3 ongelijk nul wordt, zodat er in formule (19) nog een term met $\cos^2\psi$ bijkomt.

(ii) Textuur.
Indien er textuur optreedt kan een polykristallijn preparaat niet meer als (quasi-)isotroop beschouwd worden. Bij de middeling die uitgevoerd



Figuur 7. De roosterconstanten (a) bij $\psi=0$, berekend uit formule (20) als functie van de extrapolatiefunctie $\cos\theta ct\theta$. s_1 volgt uit formule (16) met voor silicium: $s_0=0,354.10^{-11}m^2/N$ en $s_{1122}=-0,214.10^{-11}m^2/N$; $a_0=5,4301$ Å.; $(\sigma_1+\sigma_2)=0,25$ GPa. De gebruikte golflengte is die van $CoK\alpha_1$, $\lambda=1,788965$ Å.

is om van formule (9), de deformatie voor een anisotroop éénkristal, naar formule (10), de gemiddelde deformatie over alle reflecterende kristallieten, te komen, moet nu een factor voor de anisotropie bijdrage ten gevolge van textuur worden meegenomen. Dit is gedaan door Dölle [14] die constateert dat voor een {h00} en een {hhh} reflectie, onafhankelijk van de textuur, altijd de quasi- isotrope toestand geldt.

(iii) Tekortkomingen van het Reuss-model.

Reeds eerder is opgemerkt dat het Reuss-model een grove benadering is en voor een theoretisch fijnere benadering moet een ander (Kröner) model gebruikt worden.

(iv) Stapelfouten.

Hierop wordt nog nader teruggekomen.

Naast slingers kan er bij metingen aan geslepen preparaten ook "ψ-splitsing" voorkomen, d.w.z. dat verschillende rekken worden gevonden voor positieve en negatieve ψ [6,15]. Aangeziendit verschijnsel zich niet voordoet bij de CVD siliciumlagen, waar dit onderzoek over ging, zal hier verder niet op in worden gegaan.

Een geheel andere verklaring voor slingers in een $\sin^2\psi$-plot is de theorie van Marion en Cohen voor plastisch gedeformeerde materialen [12]. Allereerst introduceren Marion en Cohen een nieuw begrip, namelijk, de pseudo-macro spanning. Dit zijn spanningen die niet mechanisch waarneembaar zijn (d.w.z. geen vormverandering geven na etsen of boren van het preparaat), maar wel een piekverschuiving tot gevolg hebben. Het bestaan van dit soort spanningen wordt aannemelijk gemaakt door het volgende model:
Een preparaat wordt éénassig belast tot in het plastische gebied en daarna wordt de belasting weer weggenomen. Nu zijn er in het preparaat gebieden met:

(i) hoge dislocatiedichtheid; deze hebben een hoge elastische rek. Na het wegnemen van de belasting zullen deze gebieden dus een drukspanning in het preparaat veroorzaken. Deze gebieden dragen slechts bij tot piekverbreding, niet tot piekverschuiving.

(ii) lage dislocatiedichtheid; deze zorgen voor een piekverschuiving.
De gebiedjes met lage dislocatiedichtheid zijn weer onder te verdelen in gebiedjes (A) met een gunstige positie om de achterblijvende drukspanning, na wegnemen van de uitwendig aangebrachte spanning, te relaxeren en gebiedjes (B) met een ongunstige positie om de achterblijvende drukspanning te relaxeren. d_A is in de richting van de aangebrachte trekspanning dus groter dan d_B. Verder nemen Marion en Cohen aan dat A en B verschillende oriëntaties hebben en de enig voorkomende "fasen" zijn (in werkelijkheid zijn het

uitersten). Het verschil in vlakkenspatie voor de verschillende "fasen" veroorzaakt de afwijking van de rechte lijn in een $\sin^2\psi$-plot.

II.2.3 Informatie uit de lijnvorm.

II.2.3.1 *Inleiding.*

Naast een instrumentele verbreding van het lijnprofiel treedt er ook een verbreding ten gevolge van de niet perfecte structuur op. Oorzaken van deze structurele verbreding zijn [5,16]:

(i) Kristallietkleinheid.
Wanneer de koherent verstrooiende gebiedjes kleiner zijn dan ongeveer 2000 Å, heeft dit invloed op de interferentie en zal daardoor verbreding van het lijnprofiel optreden.

(ii) Roosterdeformaties op atomaire schaal.
Kleine afwijkingen van atomen van hun posities op de netvlakken hebben een variatie in netvlaksafstand tot gevolg, waardoor lijnverbreding optreedt.

(iii) Stapelfouten en tweelingen.
Deze kunnen naast lijnverschuiving ook lijnverbreding en asymmetrie van het profiel tot gevolg hebben.

II.2.3.2 *Correctie voor instrumentele verbreding.*

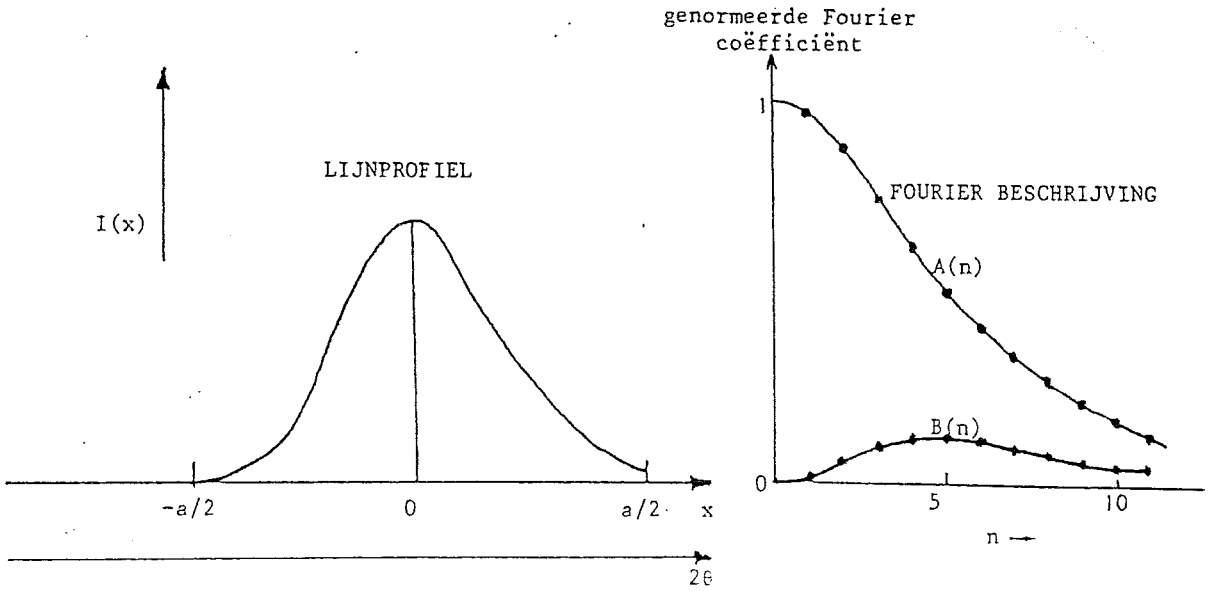
Het gemeten profiel van een reflectie van het preparaat zal er ongeveer zo uit zien als in figuur 4. Dit profiel wordt h-profiel genoemd en het bestaat uit een convolutie van het instrumenteel verbrede g-profiel en het structureel verbrede f-profiel:

$$h(x) = \frac{1}{A}\int_{-\infty}^{\infty} g(y)\cdot f(x-y)\,dy \qquad (23)$$

Met A het oppervlak onder het f-profiel. Het instrumentele (g-) profiel kan ook gemeten worden met behulp van een spanningsvrij referentie preparaat met voldoende grote perfecte kristallieten. Aangezien de instrumentele verbreding hoekafhankelijk is, verdient een standaard preparaat bestaande uit hetzelfde materiaat als het te onderzoeken preparaat, verreweg de voorkeur. Het g- en h-profiel kunnen dan bij hetzelfde hoekgebied gemeten worden. Voor de deconvolutie van het h-profiel met het g-profiel zijn twee methoden:

- de aanname van analytische functies voor f,g en h.
- via fouriercoëfficiënten.

De eerste methode, de Voigt-Langford methode, vereist een aanname van ana-



Figuur 8. Lijnprofiel met Fourierreeks beschrijving.[5].

lytische functies voor de profielen [5,17] en is daarom minder nauwkeurig dan de tweede die mathematisch exact is. De deconvolutie met behulp van Fouriercoëfficiënten, de Stokes deconvolutie [5,16], is zeer bewerkelijk, maar met behulp van een computer zeer eenvoudig te gebruiken en is dan ook bij dit onderzoek gebruikt.

De Fouriercoëfficiënten A(n) en B(n) van een lijnprofiel I(x) (x wordt b.v. gemeten in eenheden 2θ) worden verkregen uit (figuur 8):

$$A(n) = \frac{1}{p}\int_{-p/2}^{p/2} I(x)\cos\frac{2\pi nx}{p}dx \qquad n = 0,1,2,\ldots\ldots\infty \tag{24}$$

$$B(n) = \frac{1}{p}\int_{-p/2}^{p/2} I(x)\sin\frac{2\pi nx}{p}dx \qquad n = 1,2,3,\ldots\ldots\infty \tag{25}$$

Of in complexe notatie:

$$C(n) = \frac{1}{p}\int_{-p/2}^{p/2} I(x)\exp(-2\pi i n\frac{x}{p}) \qquad n = 0,1,2,\ldots\ldots\infty \tag{26}$$

Hierin is n het rangnummer van de coëfficiënten en p de "spanwijdte" die aan het lijnprofiel I(x) wordt toegekend (figuur 8). Voor de synthese van een profiel I(x) uit zijn Fouriercoëfficiënten A(n) en B(n) geldt:

$$I(x) = A(0) + 2\sum_{n=1}^{\infty}\{A(n)\cos\frac{2\pi nx}{p} + B(n)\sin\frac{2\pi nx}{p}\} \tag{27}$$

en voor de complexe vorm:

$$I(x) = \sum_{n=1}^{\infty} C(n)\exp(-2\pi i n\frac{x}{p}) \tag{28}$$

Waarbij het allen zinvol is $-p/2<x\leq p/2$ te beschouwen. De spanwijdte (p) wordt voor het h-profiel zo gekozen dat het g-profiel en dus ook het f-profiel omvat worden.

Het rangnummer n van de Fouriercoëfficiënten is direct te relateren aan de correlatieafstand (L) in het kristal:

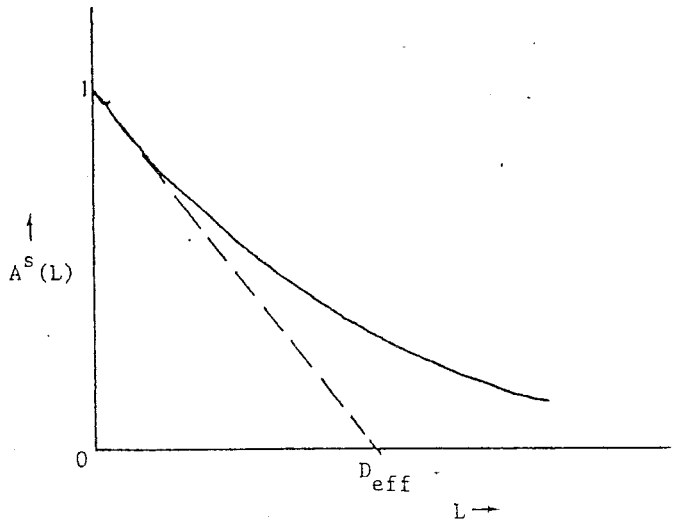
$$L = na_3 \tag{29}$$

waarin a_3 een roosterafmeting is die volgt uit de genomen spanwijdte p. In goede benadering geldt $a_3 = \frac{\lambda}{p\cos\theta}$ met λ de gebruikte golflengte, p in radialen 2θ en θ de Bragg-hoek. a_3 Wordt gemeten loodrecht op de diffracterende vlakkenschaar.

De Fouriercoëfficiënten worden gebruikt in genormaliseerde vorm, zo dat A(0) = 1.

Invullen van formule (28) in formule (23) geeft na enig rekenwerk:

$$\frac{p}{A}G(n)F(n) = H(n) \tag{30}$$



Figuur 9. Size-Fouriercoëfficiënten en effectieve deeltjesgrootte.[5].

Waarin A de oppervlakte van het f-profiel is, en G(n), F(n) en H(n) de complexe Fouriercoëfficiënten van respectievelijk het g-, f- en h-profiel zijn. In het algemeen is allen de vorm van de profielen interessant en kan de factor $\frac{p}{A}$ weggelaten worden, zodat een simpele relatie overblijft:

$$F(n) = \frac{H(n)}{G(n)} \tag{31}$$

Uit de opgemeten profielen kunnen nu via de formules (26) en (31) de Fouriercoëfficiënten F(n) bepaald worden die weer met behulp van (28) zijn om te zetten in een f-profiel.

Twee moeilijkheden doen zich bij deze methode voor:

(i) Het afbreekcriterium [17].

Bij niet al te smalle profielen wordt F(n) klein bij grote n. Statistische fluctuaties bij het meten van de profielen worden dan van grote invloed, waardoor weer grote fluctuaties in F(n) ontstaan. Om de effecten hiervan op het f-profiel te vermijden kan de sommatie (28) bij een zekere n_a worden afgebroken. Deze n_a mag echter niet te klein zijn daar men dan, als het ware, een deel van het profiel weggooit.

(ii) Het hoek-effect.

Het "hoek"-effect ontstaat als door b.v. een verkeerde keuze van de ondergrond of spanwijdte een te kleine F(0) gevonden wordt. F(n) wordt, na normalisatie voor kleine n groter dan 1. Het verdient daarom aanbeveling de curve van F(n) bij grotere n te extrapoleren naar n=0.

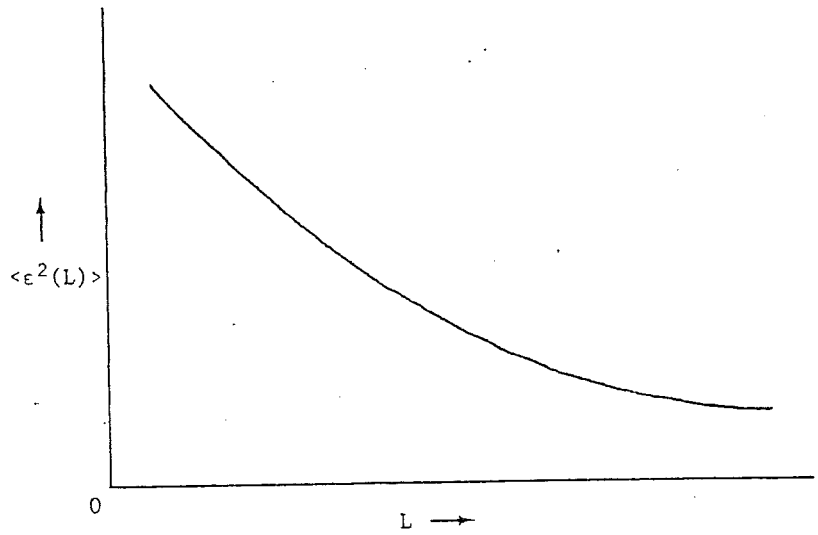
II.2.3.3 *De Warren-Averbach analyse.*

Wordt de verbreding van het f-profiel alleen veroorzaakt door kristallietkleinheid, stapelfouten en/of tweelingen dan kan aangetoond worden dat geldt [5,16]:

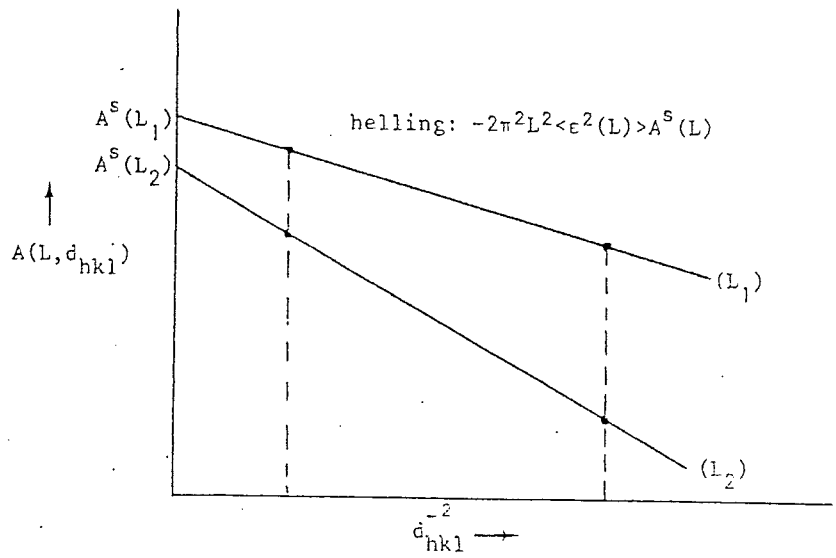
$$\left.\frac{dA^s(L)}{dL}\right|_{L\downarrow 0} = \frac{-1}{D_{eff}} = -\left(\frac{1}{D_A} + \frac{1}{D_F}\right) \tag{32}$$

(zie figuur 9).

Hierin zijn $A^s(L)$ de cosinuscoëfficiënten (s staat voor "size"). D_{eff} is een effectieve kristallietgrootte, die samenhangt met D_A, de oppervlakte gemiddelde kristallietgrootte en met D_F, die veroorzaakt wordt door stapelfouten en tweelingen (F staat voor "faulting"). D_{eff}, D_A en D_F zijn afmetingen in een richting loodrecht op de diffracterende vlakkenschaar (hkl). D_F kan uit de piekverschuiving en asymmetrie van de lijnprofielen bepaald worden.



Figuur 10. De rekparameter $<\varepsilon^2(L)>$ als functie van L.[5]



Figuur 11. Bepaling van $A^s(L)$ en $<\varepsilon^2(L)>$ uit $A(L,d_{hkl})$ voor twee orden van een reflectie.[5].

Zijn onregelmatigheden in de netvlaksafstanden de oorzaak van de verbreding van het f-profiel, dan worden de cosinus Fouriercoëfficiënten aangeduid met $A^D(L)$ (D staat voor "distortion"); bij goede benadering geldt [5,19]:

$$A^D(L,d_{hkl}) = 1-2\pi^2\frac{L^2}{d_{hkl}^2}<\varepsilon^2(L)> \qquad (33)$$

$\varepsilon(L)$ is hierin een component vande rek over een afstand L in de richting loodrecht op de diffracterende vlakkenscharen en de < > duiden aan dat het hier gaat om een middeling over de diffracterende kristallieten. De $<\varepsilon^2(L)>$ (figuur 10) zijn karakteristiek voor de microdeformatietoestand van het materiaal. Dislocatiedichtheden, bijvoorbeeld, kunnen daaruit worden berekend [19].

Indien de breedte van het f-profiel veroorzaakt wordt door een combinatie kristallietgrootte en microdeformatie moeten deze effecten gescheiden worden. Dit kan door twee of meerdere orden$^{\$}$ van een reflectie aan eenzelfde vlakkenschaar te meten. Dezelfde richting in dezelfde kristallieten wordt dan bestudeerd, waarvoor één kristallietgrootte en één deformatietoestand geldt. Duidelijk blijkt uit formule (32) en (33) dat A^s niet en A^D wel afhankelijk is van d_{hkl}. Hierop is de Warren-Averbach analyse gebaseerd. Aangetoond kan worden dat het f-profiel een convolutie is van het kristallietgrootte en microdeformatieverbrede lijnprofiel. Voor de cosinus-Fouriercoëfficiënten (A) van het f-profiel geldt, naar analogie van (31):

$$A(L,d_{hkl}) = A^s(L)A^D(L,d_{hkl}) \qquad (34)$$

Met (32) wordt dit:

$$A(L,d_{hkl}) = A^s(L).(1-2\pi^2\frac{L^2}{d_{hkl}^2}<\varepsilon^2(L)> \qquad (35)$$

Wanneer nu 2 orden van een reflectie zijn gemeten, dus 2 sets Fouriecoëfficiënten, $A(L,d_{hkl})$ en $A(L,d_{h'k'l'})$ zijn verkregen, kunnen voor iedere L $A^s(L)$ en $<\varepsilon^2(L)>$ worden opgelost (figuur 11). Uit $A^s(L)$ kan via (32) weer een deeltjesgrootte worden bepaald(figuur 9).

$^{\$}$ = Een diffractielijn (h'k'l') is de n-de orde reflectie aan de vlakkenschaar (hkl) als h'=nh,k'=nk en l'=nl en n een positief geheel getal is en h,k en l kleinste gehele getallen zijn. Dan geldt d_{hkl}: $d_{h'k'l'}$=n en derhalve is $2\theta_{hkl} \neq 2\theta_{h'k'l'}$.

II.2.3.4 *Single line analyse.*

Wanneer slechts één orde van een reflectie is, of kan worden, gemeten, kan men voor het bepalen van de kristallietgrootte en deformatie een "single line" analyse toepassen. Hiertoe moet een aanname gedaan worden omtrent de vorm van het f-profiel. Een geverifieerde methode is de aanname van een Voigt- functie voor het f-profiel [17]. Een Voigt-functie is een convolutie van een Cauchy-functie en een Gauss-functie: Voigt = Cauchy * Gauss. Bij het passen van een Voigt-functie op het f-profielwerkt men vaak op $2\sin\theta/\lambda$ as. Een Cauchy- en een Gauss-functie en hun Fouriercoëfficiënten zien er als volgt uit:

$$\text{Cauchy: } f_c(x) = f_c(0)\{1+(\frac{\pi}{\beta_c}x)^2\}^{-1};\ F_c(n) = f_c(0)\frac{\beta_c}{p}\exp(-\frac{2n\beta_c}{p}) \tag{36}$$

$$\text{Gauss: } f_g(x) = f_g(0)\exp(-\frac{\pi x^2}{\beta_g^2});\ F_g(n) = f_g(0)\frac{\beta_g}{p}\exp(-\frac{\pi\beta_g^2 n^2}{p^2}) \tag{37}$$

En voor een Voigt-functie dus:

$$F_v = F_c.F_g \implies F_v(n) = f_c(0)f_g(0)\frac{\beta_c\beta_g}{p^2}\exp(-\frac{2n\beta_c}{p} - \frac{\pi\beta_g^2 n^2}{p^2}) \tag{38}$$

Een v,c respectievelijk g als subscript duidt aan dat het gaat om een Voigt een Cauchy-, dan wel een Gauss-functie. β is de integrale breedte gedefineerd als:

$$\beta = \frac{\int I(x)dx}{I_{max}} \tag{39}$$

ofwel oppervlakte gedeeld door de maximale intensiteit (I_{max}).
Op de $2\sin\theta/\lambda$ as is er de mogelijkheid om p te kiezen volgens:

$$p.a_3 = 1 \tag{40}$$

Combinatie van deze vergelijking met (29) levert na substitutie in (38) en na de natuurlijke logaritme genomen te hebben:

$$\ln F_v(L) = C - 2\beta_c L - \pi\beta_g^2 L^2 \tag{41}$$

Hierin is $C = \ln\{f_c(0)f_g(0)\frac{\beta_c\beta_g}{p^2}\}$ een verder onbelangrijke term.
Met behulp van een computer is het nu eenvoudig een parabool te fitten door een plot van $\ln|F|$ als functie van L. Hierbij wordt gewerkt met de modulus $|F|$ van de Fouriercoëfficiënten, daar het complexe karakter van F bij de fit op de reële F_v van geen betekenis mag zijn. Het verdient zowiezo aanbeveling met de modulus te werken, ook bij de Warren-Averbach analyse. De modulus is nagenoeg gelijk aan de cosinuscoëfficiënt, maar minder gevoelig voor een onjuiste keuze van de oorsprong.

Daar is uitgegaan van een profiel op $2\sin\theta/\lambda$ schaal worden bij de passing volgens (41) een β_c en β_g gevonden op $2\sin\theta/\lambda$ schaal. Omdat

$$\frac{d(2\theta)}{d(\frac{2\sin\theta}{\lambda})} = \frac{2}{2/\lambda} \cdot \frac{d\theta}{d\sin\theta} = \frac{\lambda}{\cos\theta} \tag{42}$$

geeft vermenigvuldiging met $\lambda/\cos\theta$ de breedten op 2θ-schaal.
Nu wordt aangenomen dat de Cauchy-component het gevolg is van kristallietgrootteverbreding [5,17,19]:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta_c \cos\theta} \quad (2\theta\text{-schaal}) \tag{43}$$

Dit is de formule van Scherrer [16]. Ook hier geldt dat D de grootte is van het coherent verstrooiende gebied in de richting loodrecht op de diffracterende vlakkenscharen. k is een constante, $k \simeq 0{,}94$.
De Gauss-component wordt toegeschreven aan de roosterdeformaties:

$$e = \frac{\beta_g}{4\,\mathrm{tg}\theta} \tag{44}$$

waarin $e = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}}$, de relatieve afwijking van de netvlaksafstand.
Zowel D als e zijn een gemiddelde, de exacte fysische interpretatie is nog onduidelijk. Toch voldoen beide grootheden redelijk in vergelijkende metingen op atomaire schaal.
Neemt men als benadering van het f-profiel, een Cauchy-functie i.p.v. een Voigt-functie, dan krijgt men:

$$\beta_c = \frac{k\lambda}{D\cos\theta} + 4e\,\mathrm{tg}\theta \tag{45}$$

Natuurlijk is de single line analyse, door de noodzakelijke aannamen, minder nauwkeurig dan de Warren-Averbach analyse.
Verschillen in d_{hkl} binnen de aangestraalde kristallietjes, die juist georiënteerd staan voor de reflectie {hkl}, geven lijnverbreding. Volgens figuur 2 kunnen dus zowel spanningen van de IIe soort als ook spanningen van de IIIe soort lijnverbreding veroorzaken.

II.3 STAPELFOUTEN EN TWEELINGEN.

Stapelfouten en tweelingen veroorzaken naast lijnverbreding ook een lijnverschuiving en asymmetrie van het lijnprofiel. Uit zeer nauwkeurige metingen kan de stapelfoutwaarschijnlijkheid (α) bepaald worden. Voor FCC materialen (en materialen met een diamant structuur zoals silicium),

- uit de lijnverschuiving volgens [16,21]:

$$(2\theta)^o = \frac{90\sqrt{3}(\alpha'-\alpha'')\,\mathrm{tg}\theta}{\pi^2 h_0^2 (u+b)} \cdot \sum_b (\pm)(h+k+l) \tag{46}$$

- uit de lijnverbreding volgens een verandering van de "size" cosinus-Fouriercoëfficiënten ($A^s(L)$) (32) [16,21]:

$$-\frac{dA^s(L)}{dL} = \frac{1}{D} + \frac{1,5(\alpha'+\alpha'')+\kappa}{ah_0(u+b)}\sum_b |h+k+l| \qquad (47)$$

- uit de asymmetrie volgens een verandering van de sinuscoëfficiënt (B(L)) [21]:

$$B(L)\Big|_{L\downarrow 0} = \frac{\kappa+4,5\alpha''}{\sqrt{3}(u+b)}\sum_b(\pm)\frac{(h+k+l)}{|h+k+l|} \qquad (48)$$

α',α'' en κ zijn respectievelijk de intrinsieke, extrinsieke stapelfout- en tweelingwaarschijnlijkheid [21], $h_o=\sqrt{(h^2+k^2+l^2)}$, $\Delta(2\theta)^o$ de piekverschuiving in graden, D de kristallietgrootte en a de roosterconstante. Aangezien in materialen met een diamant structuur stapelfouten alleen voorkomen op de {111}-vlakken, moeten alle mogelijke oriëntaties van het foutvlak t.o.v. het reflecterende vlak (hkl) bekeken worden. Dit kan men doen door (111) aan te nemen voor het fout-vlak en alle permutaties van {hkl} te bekijken en voor deze componenten te middelen. Hieruit volgen de sommaties uit (46)-(48). Verder geldt:

u is het aantal componenten onaangetast door fouten, h+k+l = 3N (N is een geheel getal).

b is het aantal componenten dat wel aangetst is door de fouten: h+k+l =3N±1 (n is een geheel getal). Het teken hier bepaalt het teken in de sommatie.

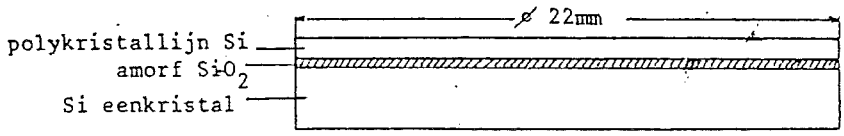
In principe kunnen drie vergelijkingen met drie onbekenden (α',α'',κ) worden opgelost.

Ook stapelfouten kunnen door verschillende piekverschuivingen voor verschilllende reflecties aanleiding geven tot afwijkingen van een rechte lijn in een roosterconstante-plot als figuur 5 [22].

Voor een aantal reflecties is de coëfficiënt voor verschuiving, verbreding en asymmetrie uitgerekend. Deze zijn vermeld in tabel 1, voor "random" georiënteerde stapelfouten en voor stapelfouten preferent (ongeveer) loodrecht op het oppervlak georiënteerd. Bij stapelfouten ongeveer loodrecht op het oppervlak georiënteerd, vallen een aantal termen uit de sommatie weg, waardoor de uitkomsten anders worden. Voor de {110}- georiënteerde kristallieten b.v. wordt de sommatie gelijk aan nul en zal er dus geen verschuiving,verbreding of asymmetrie voor de {220} en {440} reflectie optreden.

TABEL 1. Coëfficiënten voor piekverschuiving, verbreding en asymmetie ten gevolge van stapelfouten zonder voorkeursoriëntatie en stapelfouten preferent loodrecht op het oppervlak in materialen met een diamant structuur. (Overgenomen uit [23]).

hkl	h_0	u+b	verschuiving $\Sigma(\pm)\frac{(h+k+1)}{h_0^2(u+b)}$	verbreding $\Sigma\frac{\lvert h+k+1\rvert}{h_0(u+b)}$	asymmetrie $\Sigma(\pm)\frac{(h+k+1)}{\lvert h+k+1\rvert}$
	STAPELFOUTEN ZONDER VOORKEURSORIËNTATIE				
111	$\sqrt{3}$	8	$+\frac{1}{4}$	$+\frac{1}{4}\sqrt{3}$	$+\frac{3}{4}$
220	$2\sqrt{2}$	4	$+\frac{1}{4}$	$+\frac{1}{2}\sqrt{2}$	$+\frac{1}{2}$
311	$\sqrt{11}$	8	$-1/11$	$+3/2\sqrt{11}$	0
400	4	2	$+\frac{1}{4}$	+1	+1
331	$\sqrt{19}$	8	$+1/19$	$+7/2\sqrt{19}$	$+\frac{1}{2}$
422	$2\sqrt{6}$	8	0	$+2/\sqrt{6}$	$+\frac{1}{4}$
511	$3\sqrt{3}$	8	$-1/36$	$+17/12\sqrt{3}$	$-\frac{1}{4}$
333	$3\sqrt{3}$	8	0	0	0
440	$4\sqrt{2}$	4	$-1/8$	$+1/\sqrt{2}$	$-\frac{1}{2}$
531	$\sqrt{35}$	8	$+2/35$	$+2/\sqrt{35}$	$+\frac{1}{2}$
	STAPELFOUTEN LOODRECHT OP HET OPPERVLAK				
111	$\sqrt{3}$	6	$+1/3$	$+\sqrt{3}/3$	+1
220	$2\sqrt{2}$	2	0	0	0
311	$\sqrt{11}$	6	$+1/33$	$+1/3\sqrt{11}$	$+1/3$
400	4	2	$+\frac{1}{4}$	+1	+1
331	$\sqrt{19}$	6	$-1/19$	$+7/3\sqrt{19}$	$+1/3$
422	$2\sqrt{6}$	6	$+1/9$	$+2\sqrt{6}/9$	$+2/3$
511	$3\sqrt{3}$	6	$-10/81$	$+10/9\sqrt{3}$	$-2/3$
333	$3\sqrt{3}$	6	0	0	0
440	$4\sqrt{2}$	2	0	0	0
531	$\sqrt{35}$	6	$+8/105$	$+8/3\sqrt{35}$	$+2/3$



Figuur 12. De opbouw van een preparaat.

MEET- EN VERWERKINGSMETHODE

III.1 DE PREPARATEN.

De preparaten die voor de metingen beschikbaar waren, zijn alle Low Pressure Chemical Vapour Deposited (LPCVD) siliciumlagen [24]. Uit de plakken is voor de röntgendiffractiemetingen een rondje van 22 mm. doorsnede geboord met een ultrasoon-boormachine. Dit schijfje, waarvan de opbouw is getekend in figuur 12, is dus het eigenlijke preparaat. De restanten van de plakken zijn gebruikt voor doorbuigingsmetingen en voor eventuele SEM-preparaten.

Er zijn röntgendiffractiemetingen gedaan aan:

(i) Een preparaat gegroeid door Kuiper (Philips Nat. Lab.,Eindhoven). Dit preparaat is gegroeid bij 625 ^{o}C uit SiH_4 op een substraat, bestaande uit een met SiO_2 bedekt <100> silicium éénkristal. Vervolgens is het preparaat 1 uur op 800 ^{o}C gegloeid. Het preparaat is hierdoor onder gelijke condities gegroeid als 2 preparaten gemeten door Hendriks [4]. Het enige verschil is de dikte van de poly silicium-laag: bij Hendriks 0,35 µm en 0,75 µm en bij dit onderzoek was de laag 2,0 µm dik. De dikte van het éénkristal is ongeveer 0,35 mm , en van het thermisch gegroeide SiO_2 is de dikte 4000 Å. Verdere gegevens van dit preparaat staan in tabel 2.

(ii) Een tweede serie preparaten waaraan gemeten is, is gegroeid door Holleman (THT). Deze preparaten zijn bij verschillende temperaturen uit SiH_4 gegroeid. Voor elke groeitemperatuur is tegelijkertijd een laag op een, met SiO_2 bedekt, <510> en <100> silicium éénkristal gegroeid. De preparaten zijn niet gegloeid. De dikte van het éénkristal is ongeveer 0,4 mm en de dikte van het thermisch gegroeide SiO_2 is voor de <100> georiënteerde substraten 1000 Å en voor de <510> georiënteerde substraten 1200 Å. D e relatief dikke SiO_2-laag op de <510> substraten is gekozen i.v.m. de mogelijkheid het SiO_2 weg te etsen en zo een losse polylaag over te houden. De <100> substraten zijn tegelijkertijd geoxideerd, evenals de <510> substraten. Voor verdere gegevens zie tabel 3.

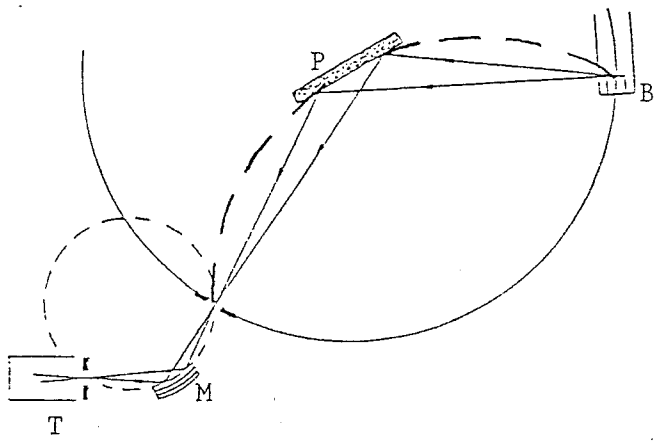
Als standaard referentie preparaat is een preparaat van uitgegloeid Si poeder gebruikt: Si NBS SRM 640/ poeder, gegloeid 114,5 uur op 1200 ^{o}C. Dit poeder is vervolgens door een zeef met maaswijdte 70 µm gestrooid op een preparaathouder met een doorsnede van 22 mm bedekt met dubbelzijdig klevend plakband (20 mm breed) en licht vastgedrukt. De effectieve dikte bedraagt 8,1 µm.

TABEL 2. Gegevens van de preparaten afkomstig van de THT. Alle preparaten zijn gegroeid uit SiH_4 door LPCVD en zijn 1 uur gegloeid op 800 °C in N_2.

gemeten door	code	groeitemperatuur °C	substraat oriëntatie	dikte poly-Si µm	dikte SiO_2 µm
Huizer	k88a	625	<100>	2,0	0,4
Hendriks	68a	625	<100>	0,75	0,4
[4]	49a	625	<100>	0,35	0,4

TABEL 3. Gegevens van de preparaten afkomstig van het Philips Nat. Lab. Eindhoven. Alle preparaten zijn gegroeid uit SiH_4 door LPCVD en zijn verder niet gegloeid.

code	groeitemp. °C	groeitijd uur	substraat oriëntatie	dikte poly-Si µm	dikte SiO_2 µm
H1	585	4	510	0,85	1,2
H2	615	5	510	2,1	1,2
H3	640	2,5	510	2,1	1,2
H4	675	2	510	3,6	1,2
H5	700	0,4	510	1,64	1,2
H1A	585	4	100	0,85	0,1
H2A	615	5	100	2,1	0,1
H3A	640	2,5	100	2,1	0,1
H4A	675	2	100	3,6	0,1
H5A	700	0,4	100	1,25	0,1
H6	---	---	510	geen poly	1,2



Figuur 13. Een schematisch overzicht van een diffractometer-opstelling met het monochromatorkristal M in de gediffracteerde bundel. P = preparaat, B = buis, T = teller.[13].

III.2 DE DIFFRACTOMETERS.

III.2.1 Algemeen.

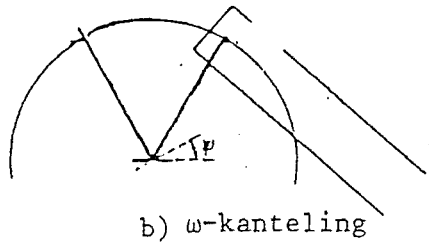
III.2.1.1 *Beschrijving.*

Een diffractometer is een apparaat waarmee nauwkeurige röntgendiffractie metingen gedaan kunnen worden. De röntgenstraling wordt opgewekt in de röntgenbuis, het vermogen wordt geleverd door de generator die aan de röntgenbuis is gekoppeld. De straling komt vrij als een divergente, polychromatische bundel (zie figuur 13). De mate van divergentie wordt door het divergentieslit in het diffractometervlak en door de "sollerslits"$ loodrecht op het diffractometervlak begrensd. De diffractometer is volgens een focusserende geometrie gebouwd, zo dat de invallende bundel onder een hoek θ op het preparaat valt en de gediffracteerde bundel onder een hoek 2θ met de doorgaande bundel in de opvangslits focusseert (figuur 13). Achter de opvang slits valt de bundel op een monochromator éénkristal, dat er voor zorgt dat alleen de gewenste golflengte naar de teller diffracteert. (Het is ook mogelijk de monochromator direct achter de röntgenbuis in de primaire bundel te plaatsen.)

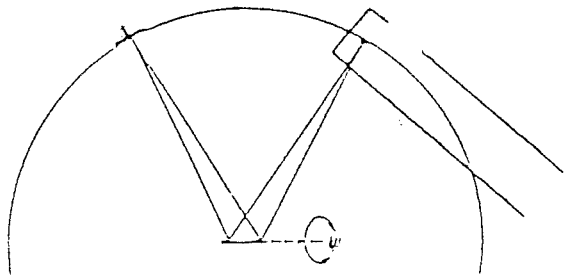
III.2.1.2 *Focussering.*

Voor een goede focussering is het nodig dat de hoek tussen invallende bundel en het preparaatoppervlak gelijk blijft aan de hoek tussen gediffracteerde bundel en het preparaatoppervlak.Hiertoe is het noodzakelijk dat er een z.g. θ-2θ koppeling is tussen de hoeksnelheid waarmee het preparaat om de θ-as draait en de hoeksnelheid waarmee de detektoreenheid om de 2θ-as draait. Voor een perfecte focussering zou het preparaat dezelfde kromtestraal moeten hebben als de focusserings-cirkel (zie figuur 13), meestal echter is het preparaat vlak en staat het langs een raaklijn aan de focusseringscirkel. Een belangrijk gevolg van deze manier van focusseren, de Bragg-Brentano focussering, is dat alleen roostervlakken evenwijdig aan het preparaatoppervlak kunnen diffracteren. Bij verschillende reflecties zijn dus ook verschillende kristallieten betrokken.
Het monochromatorkristal staat wel gebogen langs een focusseringscirkel binnen de detektoreenheid, omdat hiervoor de reflectiehoek constant is.

$= Deze sollerslits, een set evenwijdige, op korte afstand van elkaar geplaatste metalen plaatjes, voorkomen dat, door divergentie loodrecht op het diffractometervlak, asymmetrische profielen ontstaan. Sollerslits kunnen zowel in de primaire als in de gediffracteerde bundel geplaatst worden.

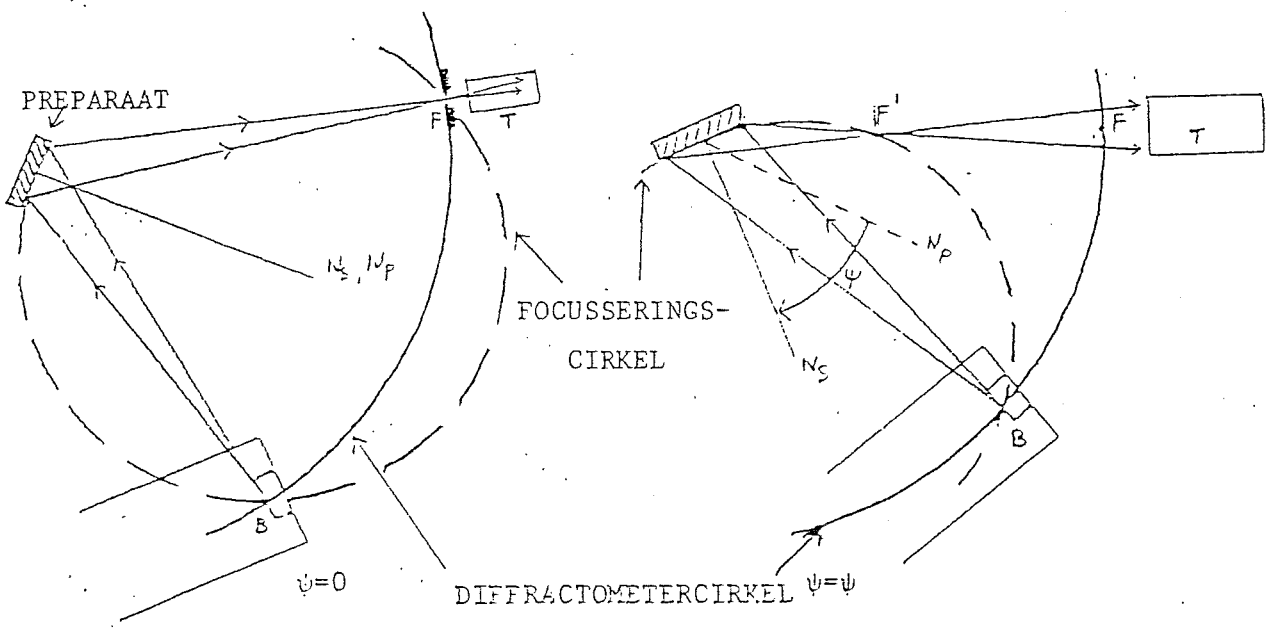


b) ω-kanteling



a) ψ-kanteling

Figuur 14. De verschillende kantelingsmogelijkheden: a) ψ-kanteling en b) ω-kanteling.[25].



Figuur 15. Het gebruik van een ω-diffractometer voor spanningsmetingen.[13]. a) ψ=0; b) ψ=ψ.

(N_s = normaal op prep. opp., N_p = normaal op refl. vlakken)

III.2.1.3 *Kanteling t.b.v. spanningsmetingen.*

Voor spanningsmetingen volgens de $\sin^2\psi$ methode is een extra kantelingsmogelijkheid nodig, namelijk over de hoek ψ, zie figuur 6. Hiertoe bestaan twee uitvoeringen [25]:

(i) De ψ-kanteling.

Hierbij wordt het preparaat, m.b.v. een ψ-goniometer, gekanteld om een as die loodrecht op de diffractometeras staat en in het preparaatoppervlak ligt (figuur 14a).

(ii) De ω-kanteling.

Hierbij wordt het preparaat gekanteld om de θ-as, zonder dat de detektoreenheid via de θ-2θ koppeling meebeweegt. Is het preparaat eenmaal gekanteld, danwordt de meting verder met de θ-2θ koppeling uitgevoerd (figuur 14b).

De naam van de hoek, waarover gekanteld wordt, is in beide gevallen ψ.

Bij dit onderzoek is alleen gewerkt met een ω-kanteling. Voor een ω-kanteling geldt: ψ is positief als de draairichting dezelfde is als voor positieve 2θ. Deze definitie is onafhankelijk van de opstelling bruikbaar. (In figuur 14b is ψ dus negatief.) In figuur 15a is een diffractometer in ongekantelde positie getekend,terwijl in figuur 15b een ω-kanteling over een hoek ψ uitgevoerd is. Uit figuur 15 zijn enige beperkingen van de ω-kantelingen snel in te zien:

- $|\psi|<\theta$; daar anders de hoek tussen gediffracteerde of invallende bundel en het preparaatoppervlak kleiner dan nul graden wordt.
- Defoccusering. Bij kanteling verandert de focusseringscirkel zodanig dat de opvangslits niet meer op de focusseringscirkel liggen. Er treedt een defocusseringseffect op. Het is daarom altijd gewenst een spanningsvrij standaard preparaat mee te meten, zodat men voor piekverschuiving t.g.v. defocussering kan corrigeren.
- Absorptie. De, door de röntgenbundel afgelegde weg door het preparaat verandert bij kantelen, en daarmee de absorptie. Ook dit effect is te corrigeren met behulp van een goed standaardpreparaat.

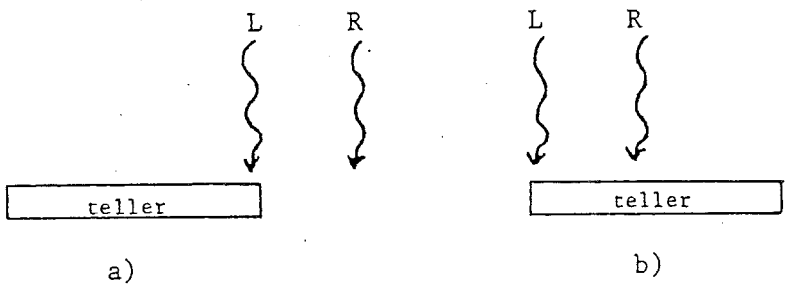
Naast de kanteling voor de hoek ψ, is een draaiing om een as loodrecht op het praparaat mogelijk, zodat ook de hoek ϕ (zie figuur 6) veranderd kan worden. Bij sommige (grofkorrelige)preparaten wordt met een roterend preparaat gemeten (ϕ-rotatie), zodat een middeling over meerdere kristallieten verkregen wordt.

III.2.2 De Siemens ω-F-diffractometer.

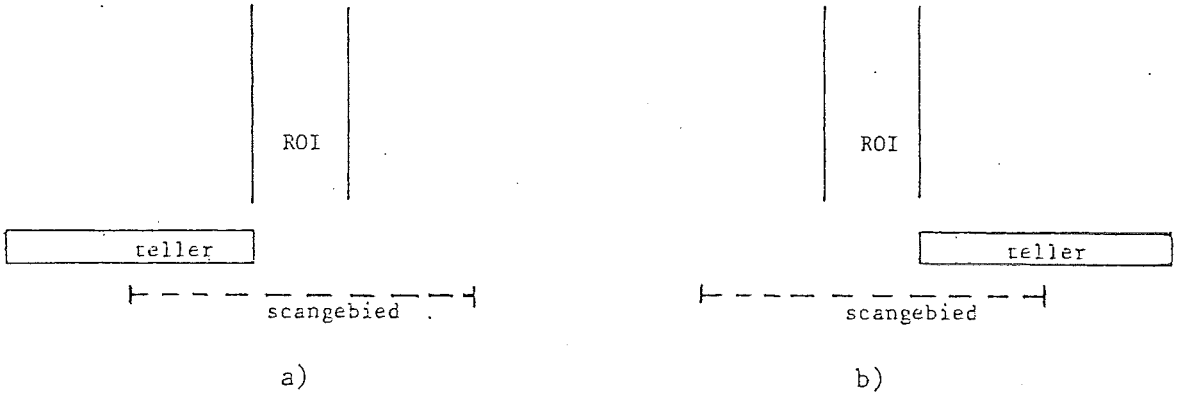
Deze heeft een opstelling zoals in figuur 15a, met de grafiet-monochromator in de gediffracteerde bundel. Deze Monochromator laat van de gebruikte Cobalt-straling alleen de $K\alpha_1$ en $K\alpha_2$ door.
Zoals de naam al aanduidt is ω-kanteling mogelijk. De stappenmotoren voor de draaiing om de θ en de 2θ as worden bestuurd via een MINC-computer met behulp van een meetprogramma. De door de teller gemeten intensiteiten worden door de computer voor verdere verwerking opgeslagen op een "floppydisk" De meetcondities en de instelling en afregeling van de diffractometer en randapparatuur worden, in de vorm van een protocol, opgeslagen bij de meetwaarden. De protocols van de metingen, uitgevoerd in het kader van dit onderzoek, zijn opgenomen in appendix I, hierin zijn dus alle meetcondities van metingen met de ω-F-diffractometer te vinden.
Het meten van een reflectie gebeurt "step-scannend", d.w.z. dat de rotatie van detektoreenheid en preparaat stapsgewijs gaat. Dit gebeurt over een hoekgebied (2θ) waarin de te meten reflectie(s) liggen, waarbij dit gebied voldoende groot moet worden gekozen, zodat aan de uiteinden het niveau van de ondergrond straling voldoende nauwkeurig wordt benaderd. Op elk punt van de step-scan blijft de detektoreenheid een bepaalde (tel)tijd staan en wordt de intensiteit gemeten. De teltijd en stapgrootte kunnen via het meetprogramma vrijwel onbeperkt gekozen worden.

III.2.3 De Siemens D500 met positie gevoelige teller.

De siemens D500 is een diffractometer met dezelfde bewegingsmogelijkheden als de ω-F-diffractometer. De opstelling is dezelfde als in figuur 15a.
De germanium éénkristalmonochromator staat in de primaire bundel en laat alleen $CoK\alpha_1$-straling door bij gebruik van een cobalt-buis. De metingen behoeven dus niet gecorrigeerd te worden voor de $K\alpha_2$, hetgeen de nauwkeurigheid bevordert. Het hoge scheidend vermogen van deze monochromator gaat gepaard met een verlies aan intensiteit, waardoor langere meettijden nodig zijn. De meettijd wordt echter weer bekort door de "Orts-Empfindliche-Detektor"(Braun OED 50), die over een hoekgebied van maximaal 9° (op de D500) tegelijkertijd kan meten. Deze teller bestaat uit een teldraad met aan weerszijde een pulsdetektor. Valt er nu een röntgenquant op de draad dan zal er in beide richtingen een puls gaan lopen door de draad. Zodra een puls het uiteinde van de draad bereikt geeft de pulsdetektor een signaal af. Het verschil in tijd tussen het door de beide pulsdetektors uitgezonden signaal is een maat voor de plaats op de draad waar de röntgenquant binnenkwam. Het aantal quanten en hun plaats in de teller, wordt door een



Figuur 16. Positie van de teller a) voor en b) na het doorlopen van het scangebied. Voor verklaring zie tekst.



Figuur 17. Positie van de teller ten opzichte van het Region Of Interest a) voor en b) na het doorlopen van het scangebied, voor de D500 met OED.

"multi-channel analyser" (Frieseke & Hoepfner Mikras N) gecombineerd met de plaats van de continu scannende teller, tot een lijnprofiel dat op een scherm wordt weergegeven.
Zolang de D500 met OED niet computer gestuurd is, zijn er een aantal bijkomstigheden van de OED, waarmee terdege rekening gehouden moet worden. Bijvoorbeeld de schijnbaar oplopende ondergrond die door de OED bij continu scannen wordt gemeten. Dit effect wordt geïllustreerd aan de hand van figuur 16. Stel dat de intensiteit van de opvallende röntgenstraling in het gebied van L tot en met R constant is en de meting gestart wordt met de teller in de positie van figuur 16a. Na afloop van de meting staat de teller in de positie van figuur 16b. De straling bij L is nu gedurende de gehele meting in de teller geregistreerd, terwijl de straling bij R eerst na enige tijd in de teller geregistreerd is. Zo wordt bij L een hogere intensiteit gemeten dan bij R, terwijl in werkelijkheid beide intensiteiten gelijk zijn.
Om er voor te zorgen dat dit verschijnsel de metingen niet beinvloed, moet men er voor zorgen dat het scangebied en de grootte van de telleropening aan bepaalde voorwaarden voldoen. Allereest moet men het region of interest (ROI) , het voor de meting interessante hoekgebied, bepalen. De beste manier van meten is nu, om de gehele teller het gehele ROI te laten passeren. Uit figuur 17 volgt dat dan moet gelden:

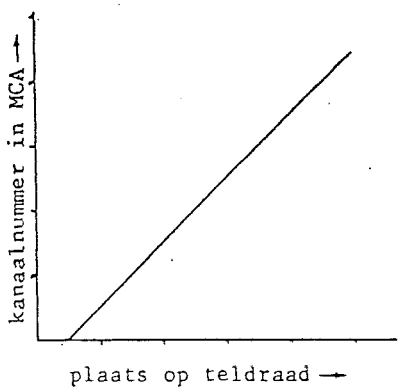
$$\text{Scangebied } (^{o}2\theta) = \text{telleropening } (^{o}2\theta) + \text{ROI } (^{o}2\theta) \qquad (49)$$

Daar de D500 met OED, zoals gezegd, nog niet computer gestuurd is, en er daardoor maar een beperkt aantal mogelijke combinaties van teltijd en scangebied voorhanden is, kan dit tot onnodig lange metingen leiden.
Indien de teller echter plaats-lineair is, d.w.z. dat een afstand langs de teldraad recht evenredig is met een hoeveelheid kanalen in de Multi-channel analyser (figuur 18), dan is het voldoende om er voor te zorgen dat het gehele ROI gedurende de meting door de teller bestreken wordt:

$$\text{Scangebied } (^{o}2\theta) = \text{telleropening } (^{o}2\theta) - \text{ROI } (^{o}2\theta) \qquad (50)$$

Daar het aflezen direct van het scherm moet gebeuren is bij bredere (asymmetrische) profielen een nauwkeurige piekpositiebepaling niet mogelijk. Dit is zeker het geval als de profielen breder worden dan het ROI, dat niet altijd optimaal te kiezen is.

Aangezien alleen het midden van de teller op de focusseringscirkel ligt, zal er ook een defocussering optreden. Deze kan door een goede ijking van de Multi-channel analyser enigszins gecompenseerd worden.



Figuur 18. Voorbeeld van een ideaal plaats-lineaire teller. Het gemeten kanaalnummer in de multi-channel-analyser als functie van de plaats op de teldraad.

Na ijking van de OED bleek deze een afwijking van de plaatslineariteit te hebben van maximaal $0{,}02^{o}$ (2θ) over een tellrbreedte van $6{,}5^{o}$ (2θ). Het gebruikte scangebied was 5° (2θ) zodat uit formule (50) een ROI volgt van ongeveer $1{,}5^{o}$ (2θ) volgt.
Verdere gegevens betreffende de afregeling en instelling van de D500 met OED staan in appendix II.

III.2.4 De textuurgoniometer.

Ook de textuur kan met behulp van een diffractometer gemeten worden. De bij dit onderzoek gebruikte diffractometer, was hiertoe uitgerust met een textuurgoniometer. Deze textuurgoniometer heeft de mogelijkheid een ψ-kanteling uit te voeren (zie figuur 14, de goniometer is, helaas, niet nauwkeurig genoeg voor $\sin^2\psi$ metingen. Voor textuurmetingen echter is de nauwkeurigheid ruim voldoende.). Meet men nu de intensiteit van een reflectie {hkl} als functie van de kantelingshoek ψ, van het preparaat, dan zullen, in het algemeen, voor elke hoek ψ andere kristallieten tot de reflectie bijdragen. De gemeten intensiteiten zijn evenredig met de volumefractie diffracterende kristallieten in de betreffende stand. Indien er bij een kantelingshoek ψ_m een maximum in de intensiteit gevonden wordt, betekent dat dus een grote volumefractie diffracterende kristallieten. Dit geeft een voorkeursoriëntatie aan die uit de hoek ψ_m en de gemeten reflectie {hkl} gemakkelijk te bepalen is.
Het is ook mogelijk om in een poolfiguur de gehele intensiteits verdeling van het preparaat driedimensionaal weer te geven.
Er zijn drie belangrijke factoren die een textuurmeting beinvloeden:

(i) Ondergrond.

Deze kan gemeten worden door het preparaat enkele graden (θ) uit de Bragg stand te draaien, zodat geen reflectie meer wordt gemeten. In deze positie gemeten levert een ψ-scan de ondergrond op, die van de ψ-scan van de reflectie afgetrokken kan worden.

(ii) Absorptie.

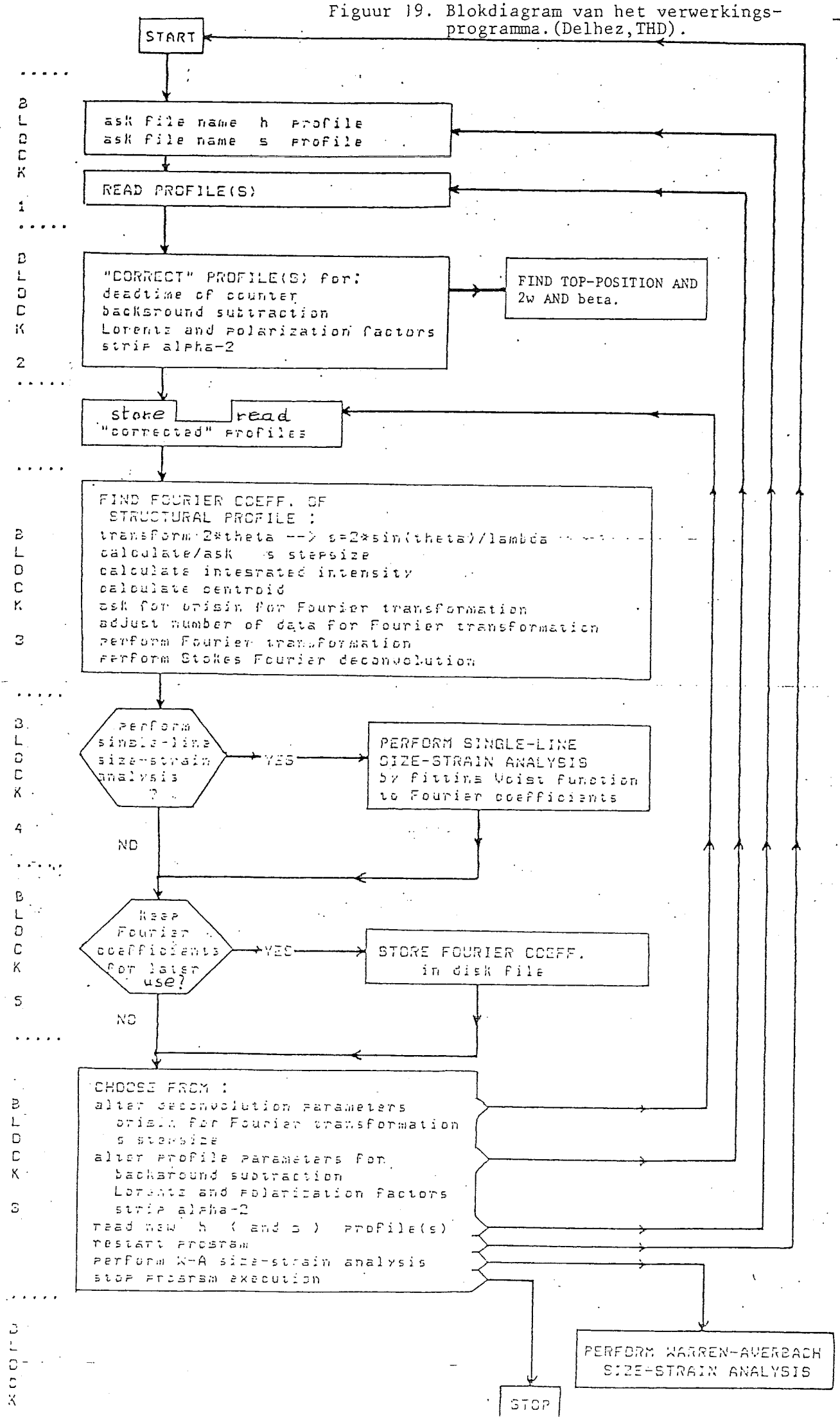
De totale gediffracteerde intensiteit (I_D) voor een materiaal met dikte t wordt gegeven door [13]:

$$I_D = \int_0^t dI_D = \int_0^t \frac{I_0 ab}{\sin\theta}\exp\left(-\frac{2\mu x}{\sin\theta}\right)dx \quad ==>$$

$$I_D = \frac{I_0 ab}{2\mu}\left\{1-\exp\left(\frac{-2\mu t}{\sin\theta}\right)\right\} \qquad (51)$$

Waarin I_0 de intensiteit van de primaire bundel, ab de diffractie-"ef-

Figuur 19. Blokdiagram van het verwerkings-programma. (Delhez, THD).



ficiency" per volume-eenheid en μ de absorptiefactor is. Voor een dunne laag, waarvoor de penetratiediepte van de röntgenstraling groter is dan de dikte (t) geldt dus , bij $\psi = 0$, formule (51). Bij $\psi \neq 0$, echter geldt:

$$I_{D\psi} = \frac{I_0 ab}{2\mu}\{1-\exp(\frac{-2\mu t}{\sin\theta\cos\psi})\} \qquad (52)$$

aangezien de schijnbare dikte met een factor $\frac{1}{\cos\theta}$ toeneemt. Voor een preparaat zonder voorkeursoriëntatie zal hierdoor bij kanteling de gemeten intensiteit toch toenemen. Hiervoor dient gecorrigeerd te worden. Als de intensiteit bij $\psi = 0$ als norm genomen wordt, kan worden gecorrigeerd door te vermenigvuldigen met een factor C:

$$C = \frac{1-\exp(\frac{-2\mu t}{\sin\theta})}{1-\exp(\frac{-2\mu t}{\sin\theta\cos\theta})} \qquad (53)$$

(iii) Defoccusering.

Bij kanteling in de textuurgoniometer treedt defocussering op, hiervoor is bij dit onderzoek niet gecorrigeerd.

Gegevens over de afregeling en instelling van de diffractometer met textuurgoniometer staan vermeld in appendix III.

III.3 VERWERKING VAN DE MEETGEGEVENS.

III.3.1 Het verwerkings-programma.

De verwerking van de meetgegevens afkomstig van de metingen op de ω-F-diffractometer gebeurde met behulp van een computerprogramma voor lijnprofielanalyse, gemaakt door Delhez (THD, lab. voor Metaalkunde). De werking van dit programma zal beschreven worden aan de hand van het blokdiagram uit figuur 19:

- Blok 1. Hier worden de datafiles met de gemeten intensiteiten en het protocol, voor zover nodig, ingevoerd.
- Blok 2. Hierin worden enige correcties uitgevoerd:

(i) Dode-tijd correctie.

Iedere teller heeft een dode-tijd (τ), dit is de minimum tijd tussen twee afzonderlijk waargenomen röntgenquanten, die in de teller vallen. Decorrectie gaat volgens de formule:

$$I_{waar} = \frac{I_{gemeten}}{1-\tau I_{gemeten}} \qquad (54)$$

(I in counts per seconde).

(ii) Ondergrondcorrectie.

Hiertoe moet het hoekgebied, waarbij de meting heeft plaats gevonden, zo groot zijn dat 1/20-ste deel van de meetpunten aan beide uiteinden het niveau van de ondergrondstraling voldoende benadert. Het programma middeld over 1/20-ste van de meetpunten aan de lage- en hoge-hoekkant van het profiel, en interpoleert vervolgens lineair tussen de het lage hoek gemiddelde en het hoge hoek gemiddelde, hetgeen in ons geval een goede benadering van de ondergrond oplevert. Deze "ondergrond" wordt vervolgens van het gemeten profiel afgetrokken.

(iii) Lorentz-Polarisatie correctie.

Correctie met de hoekafhankelijke Lorentz en polarisatiefactor geschiedt volgens [26], d.w.z. als de startwaarde ($2\theta_s$) voor het h-profiel $2\theta_s \leq 100^o$, dan wordt geen LP-correctie uitgevoerd. Is $2\theta_s > 100^o$ dan wordt het h-profiel gecorrigeerd met een LP-factor:

$$\text{h-profiel: } LP = \frac{1+\cos^2 2\alpha(\cos^2 2\theta)}{\sin\theta} \qquad (55)$$

het g-profiel wordt dangecorrigeerd met een factor:

$$\text{g-profiel: } LP = \frac{1+\cos^2 2\alpha(\cos^2 2\theta)}{\sin^2\theta\cos\theta} \qquad (56)$$

Hierin is α de diffractiehoek van de monochromator.

(iv) $K\alpha_2$-eliminatie.

De monochromator van de ω-F-diffractometer zorgt ervoor dat alleen de $K\alpha_1$ en $K\alpha_2$straling de teller bereikt. Voor een juiste piekpositie en piekbreedte- bepaling is er een $K\alpha_2$-correctie nodig.

De corrctie volgens Rachinger [16], is er op gebaseerd dat (bij goede benadering) de $K\alpha_1$ en $K\alpha_2$-profielen gelijkvormig zijn, met een constante intensiteitsverhouding R. De afstand tussen de twee profielen (de doubletafstand) volgt uit de wet van Bragg (12) door differentiatie:

$$\Delta(2\theta)_\alpha = 2\text{tg}\theta\frac{\Delta\lambda}{\lambda} \qquad (57)$$

waarin $\Delta(2\theta)_\alpha$ de doubletafstand op 2θ-schaal is.

De correctie is in principe eenvoudig uit te voeren. De intensiteitsverhouding R kan worden opgemeten aan een reflectie bij hoge hoek (2θ) van een standaard preparaat. De $K\alpha_1$ en $K\alpha_2$-lijnen zullen dan zover uit elkaar liggen dat de wederzijdse beinvloeding nihil verondersteld mag worden.

Na deze correcties wordt de piekpositie bepaald. Dit wordt gedaan door een parabool, een Cauchy-functie (36) en een Gauss-functie (37) te fitten op de punten met een intensiteit die hoger is dan 85%,70% en 50% van de topinten-

siteit. Uit de gefitte functies (9 stuks) wordt de best-passende gekozen en deze levert de gezochte waarde. Met behulp van de gevonden toppositie worden de halfwaardebreedte (2w) en de integrale breedte (β) van het $K\alpha_1$-profiel bepaald.

- Blok 3. Hierin wordt het profiel eerst omgezet op een $2\sin\theta/\lambda$ schaal. De centroïde (het "zwaartepunt") van het profiel wordt berekend op deze schaal Dit gebeurt voor het, niet voor $K\alpha_2$ gecorrigeerde profiel, zodat de golflengte gegeven wordt door:

$$\lambda = \frac{\lambda_{K\alpha_1} + R\lambda_{K\alpha_2}}{1 + R} \qquad (58)$$

Vervolgens wordt voor dit profiel de Fourier-transform bepaald en de Stokes deconvolutie (zie II.2.3.2) uitgevoerd. Hierdoor wordt automatisch de $K\alpha_2$-component geëlimineerd.

- Blok 4. Hier kan, indien gewenst, de Single line analyse uitgevoerd worden, door fitten van een parabool op de natuurlijke logaritme van de Fouriercoëfficiënten (II.2.3.4, (41)). Hieruit volgen (i) β_c en dus de kristallietgrootte D (formule (43)) en (ii) β_g en dus de microrek e (formule (44)). Indien Indien de aanname van een Voigt-functie voor het f-profiel niet voldoet zal een van de coëfficienten uit (41) negatief worden en dus D en /of e niet berekend kunnen worden.

- Blok 5. Hier worden naar wens de Fouriercoëfficiënten opgeslagen om ze vervolgens met die van een andere orde van een zelfde reflectie te combineren voor de Warren_Averbach analyse.

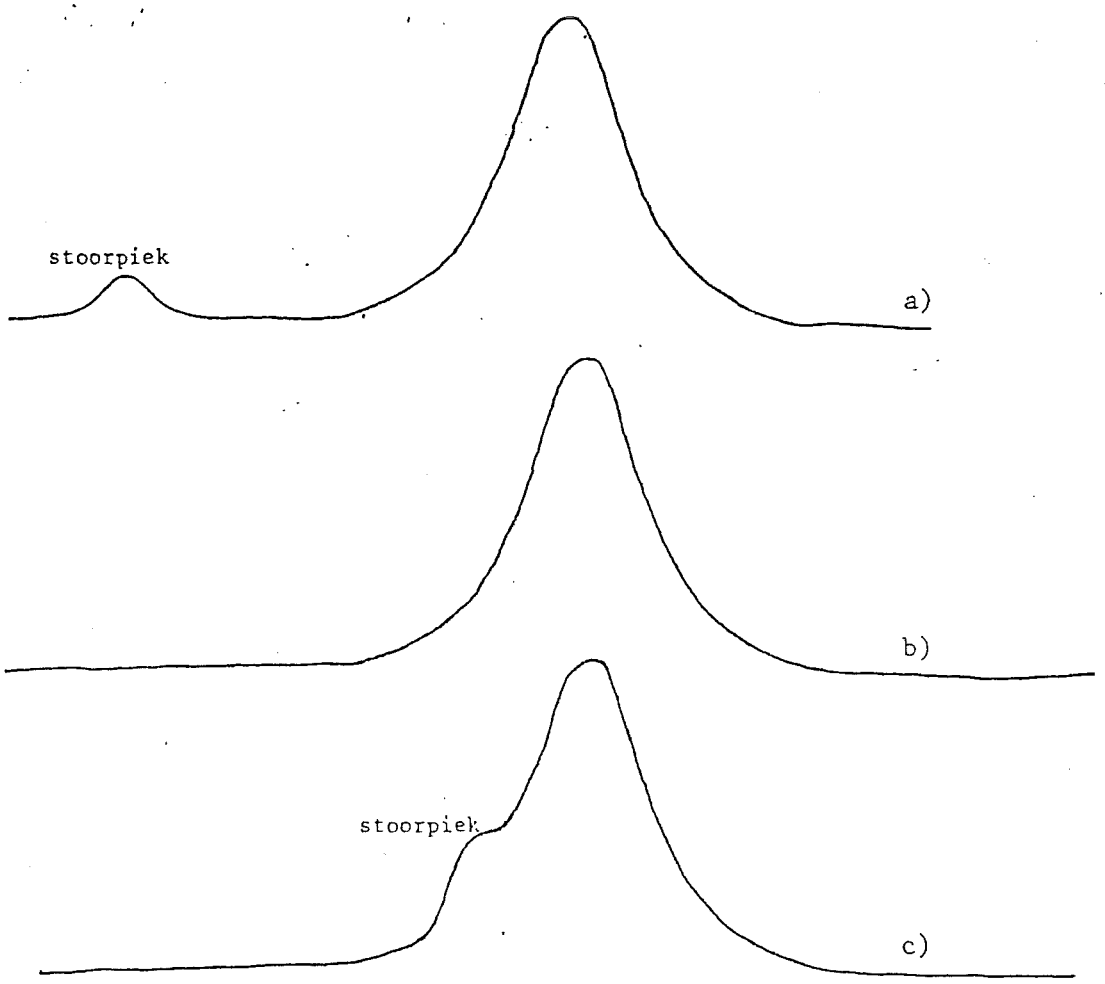
-Blok 6. Mogelijkheden voor terugkoppelen.

-Blok 7. De Warren-Averbach analyse kan hier, indien meerdere orden van een reflectie zijn verwerkt, uitgevoerd worden op de wijze zoals beschreven in II.2.3.3. Hieruit volgen D_{eff} en $\langle\varepsilon^2(200Å)\rangle$.

III.3.2 Eliminatie van stoorpieken.

Bij het meten van een reflectie van een bepaald preparaat, wil het wel eens voorkomen dat zich naast de te meten reflectie een stoorpiekje bevindt. Zo'n valse reflectie kan afkomstig zijn van het dragermateriaal (plakband o.i.d.), of van insluitsels en verontreinigingen. Men kan nu aan de hand van de positie van de stoorpiek proberen te identificeren van wat voor materiaal het piekje afkomstig is. Dit is voor één piekje niet makkelijk, doch zijn er meerdere stoorpieken dan is het vaak mogelijk de oorzaak te achterhalen.

Is de oorzaak al dan niet bekend, dan is de vraag, hoe de invloed van het



Figuur 20. Eliminatie van stoorpieken. a) stoorpiek "los" van het profiel; b) profiel na eliminatie; c) stoorpiek tegen profiel aan.

stoorpiekje op de lijnprofielanalyse te elimineren is. Hiertoe zijn twee simpele methoden beproeft.

(i) Lineaire interpolatie.

Deze methode is alleen bruikbaar indien het stoorpiekje voldoende "los" staat van het profiel (figuur 20a) Eerst worden de gemiddelden van de ondergrond links, respectievelijk rechts van de stoorpiek berekend, om vervolgens lineair tussen deze twee waarden te interpoleren. Het stoorpiekje wordt zo vervangen door een rechte lijn (figuur 20b). Deze methode wordt bij dit onderzoek toegepast en onderzocht op betrouwbaarheid.

(ii) Verschoven Rachinger correctie.

Indien het stoorpiekje niet voldoende "los" staat van het gemeten profiel, kan men het nog trachten te elimineren met een verschoven Rachinger correctie. Het gemeten profiel wordt hiertoe eerst (normaal) ontdaan van de $K\alpha_2$- component door de Rachinger correctie (zie III.3.1) uit te voeren.Hierbij zal eveneens de $K\alpha_2$- component van het stoorpiekje verdwijnen. Nu doet men voor de overgebleven stoorpiek en het profiel de zelfde aannamen als bij de Rachinger correctie:

- De profielen zijn gelijkvormig.
- er is een constante intensiteits verhouding R' tussen de profielen.

De afstand tussen de profielen zal natuurlijk niet gelijk zijn aan de doubletafstand, evenals R' niet gelijk zal zijn aan R. Deze beide parameters echter zijn te schatten uit een plot als figuur 20c, en zo kan de stoorpiek geëlimineerd worden. Het veranderen van R, en van de afafstand tussen de twee profielen is mogelijk in het programma uit III.3.1, zodat men snel kan zien of de correctie werkt of niet. Ook deze methode is toegepast en onderzocht.

Een lastig probleem doet zich voor als een stoorpiek als geheel onder de gemeten reflectie schuilgaat. Men kan dan nog proberen met de verschoven Rachinger correctie iets te redden, maar meestal is hier niets meer aan te doen.

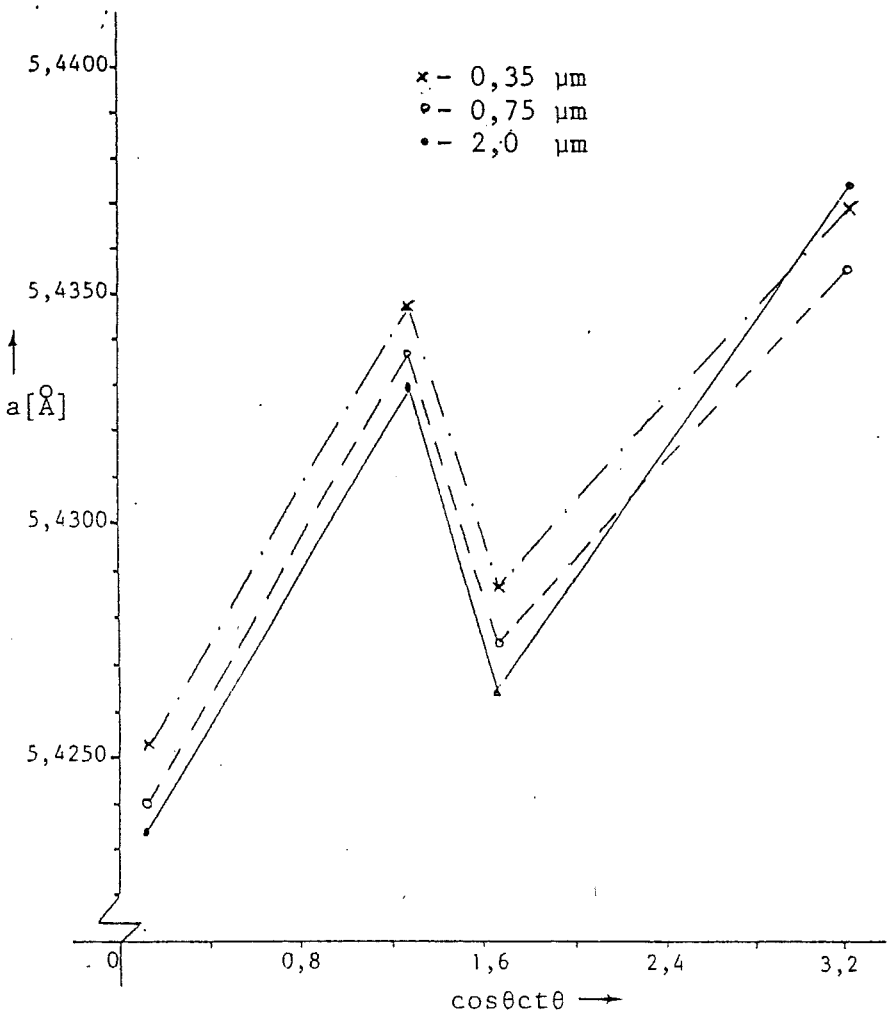
III.4 DOORBUIGINGSMETINGEN.

Door Dirks (philips Nat. lab., Eindhoven) zijn op optische wijze de doorbuigingen van de siliciumplakken gemeten. Deze doorbuigingen kunnen met behulp van de formule van Stoney [27]:

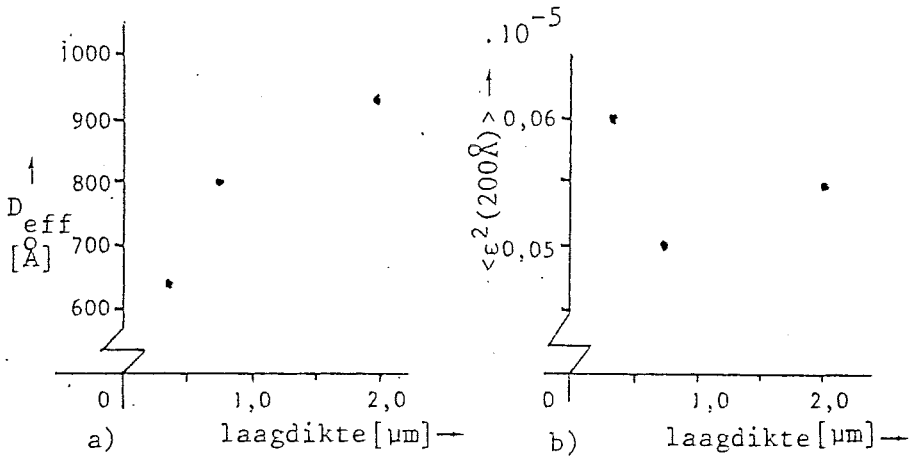
$$\sigma t = -\frac{4}{3}\cdot\frac{Ed}{l}\cdot z \qquad (59)$$

omgezet worden in een gemiddelde spanning (σ) voor de poly-laag.

Hierin is d de substraatdikte, t de dikte van de poly-laag, l de lengte van het substraat (elk proefstuk heeft de vorm van een strip), E de elasticiteitsmodulus van het substraat en z de doorbuiging.



Figuur 21. De roosterconstante (a), berekend uit de $CoK\alpha_1$ (λ=1,788965 Å) piekposities, versus de extrapolatiefunctie cosθctθ, voor siliciumlagen met de aangegeven dikte. De lagen zijn gegroeid bij 625 °C op een <100> georiënteerd substraat en vervolgens gegloeid (1 uur/800 °C).



Figuur 22. a) De effectieve kristallietgrootte en b) de deformatie-parameter ($<\varepsilon^2(200Å)>$) als functie van de laagdikte, voor siliciumlagen gegroeid op <100> substraat bij 625 °C en gegloeid (1 uur/800 °C). D_{eff} en $<\varepsilon^2(200Å>$ zijn berekend uit de {220}- en {440}-reflectie met de Warren-Averbach analyse.

RESULTATEN

IV.1 METINGEN AAN HET GEGLOEIDE PREPARAAT.

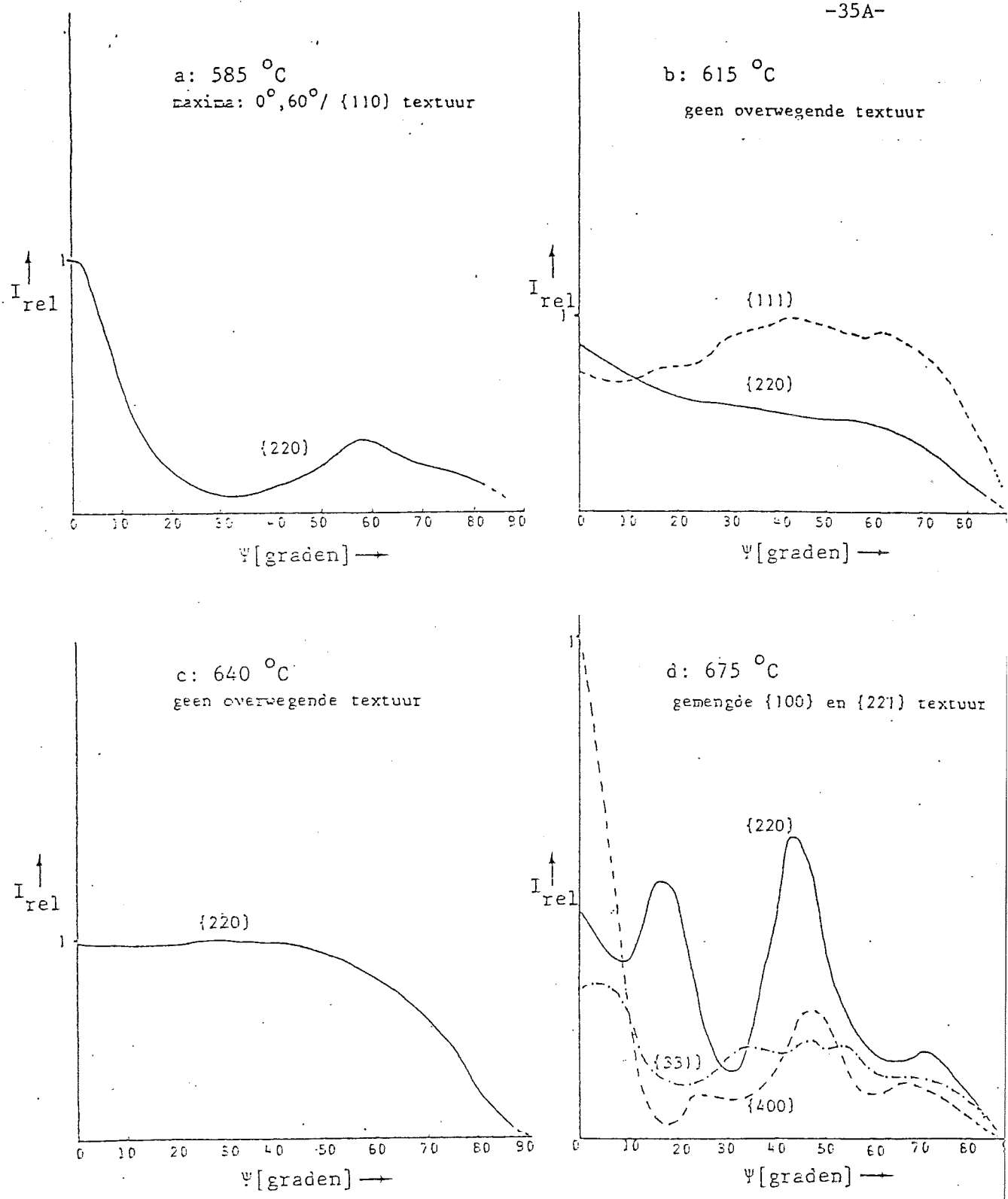
Zoals gezegd is dit preparaat onder de zelfde condities gegroeid als die gemeten door Hendriks [4] (zie tabel 2). Het enige verschil is de dikte van de poly-laag (2,0 μm resp. 0,35 μm en 0,75 μm). Resultaten van metingen aan dit preparaat, gedaan op dezelfde diffractometer als Hendriks, de in III.2.2 besproken ω-F-diffractometer, zullen vergeleken worden met de resultaten van Hendriks. De roosterconstante (a) is voor verschillende reflecties uitgezet tegen de extrapolatie-functie in figuur 21. Hieruit blijkt dat de roosterconstante iets afneemt met toenemende dikte, maar dat de uitgesproken sprongen voor de {220} en {440}- reflectie gelijk blijven. In figuur 22a is het verloop van de effectieve kristallietgrootte als functie van de laagdikte uitgezet. De kristallietgrootte neemt toe met de laagdikte. De rekparameter $<\varepsilon^2(200Å)>$ blijft echter onveranderd bij toenemende laagdikte (figuur 22b). Bovengenoemde resultaten zijn opgenomen in tabel 1 van appendix IV.

Uit overzichtsscans is gebleken dat voor alle drie de preparaten een stoorpiek optreedt naast de {111}-reflectie bij ongeveer 27° (2θ) voor CoKα-straling. De herkomst van deze piek is niet duidelijk. De aanwezigheid van deze stoorpiek veroorzaakt wel een iets grotere onnauwkeurigheid in in de bepaling van de piekpositie voor de {111}-reflectie, zodat het feit dat de roosterconstante voor de 2 μm dikke laag iets hoger ligt bij de {111}- reflectie niet significant is.

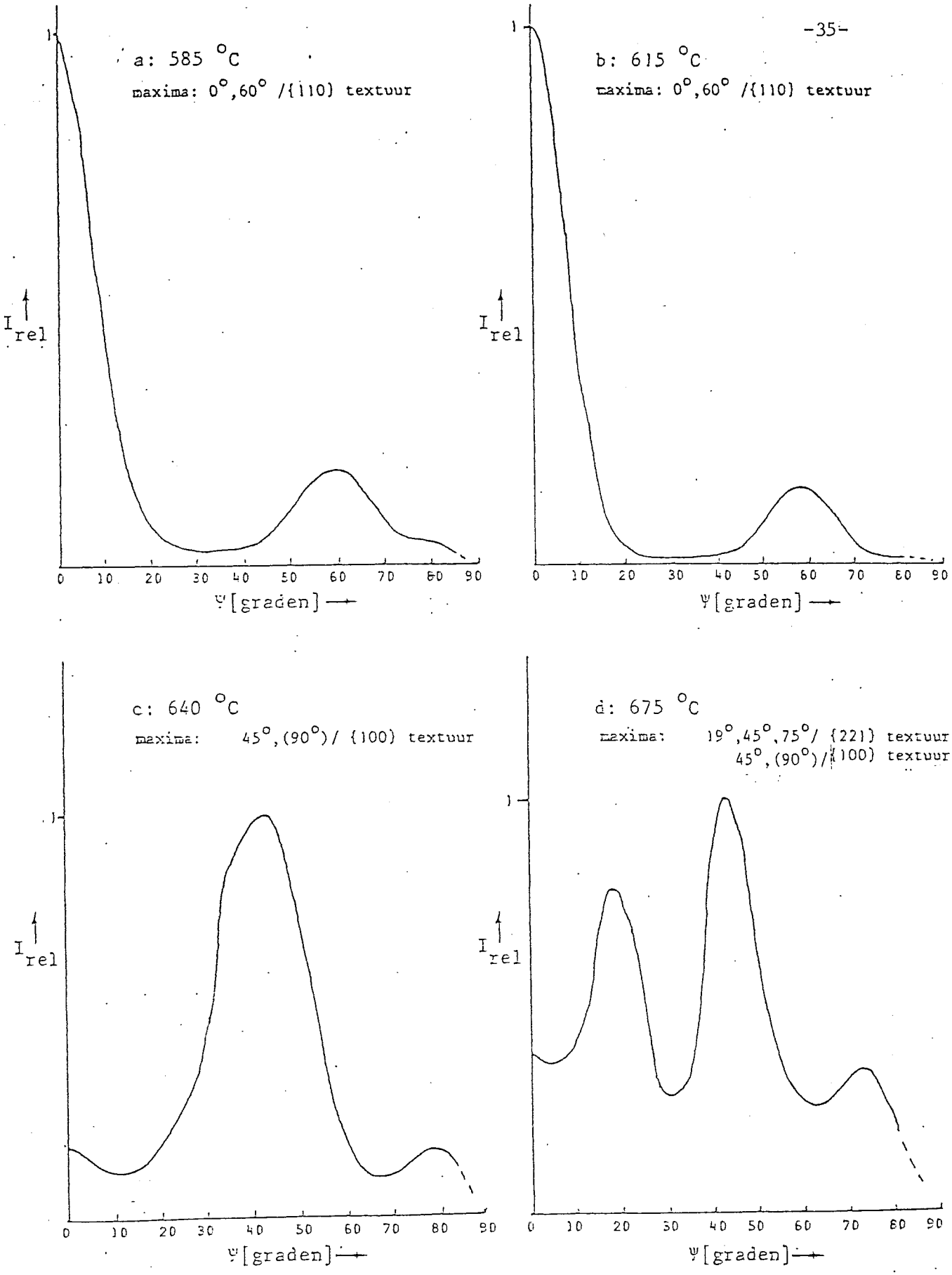
IV.2 METINGEN AAN DE PREPARATEN MET VERSCHILLENDE GROEITEMPERATUREN.

IV.2.1 Overzichtsmetingen.

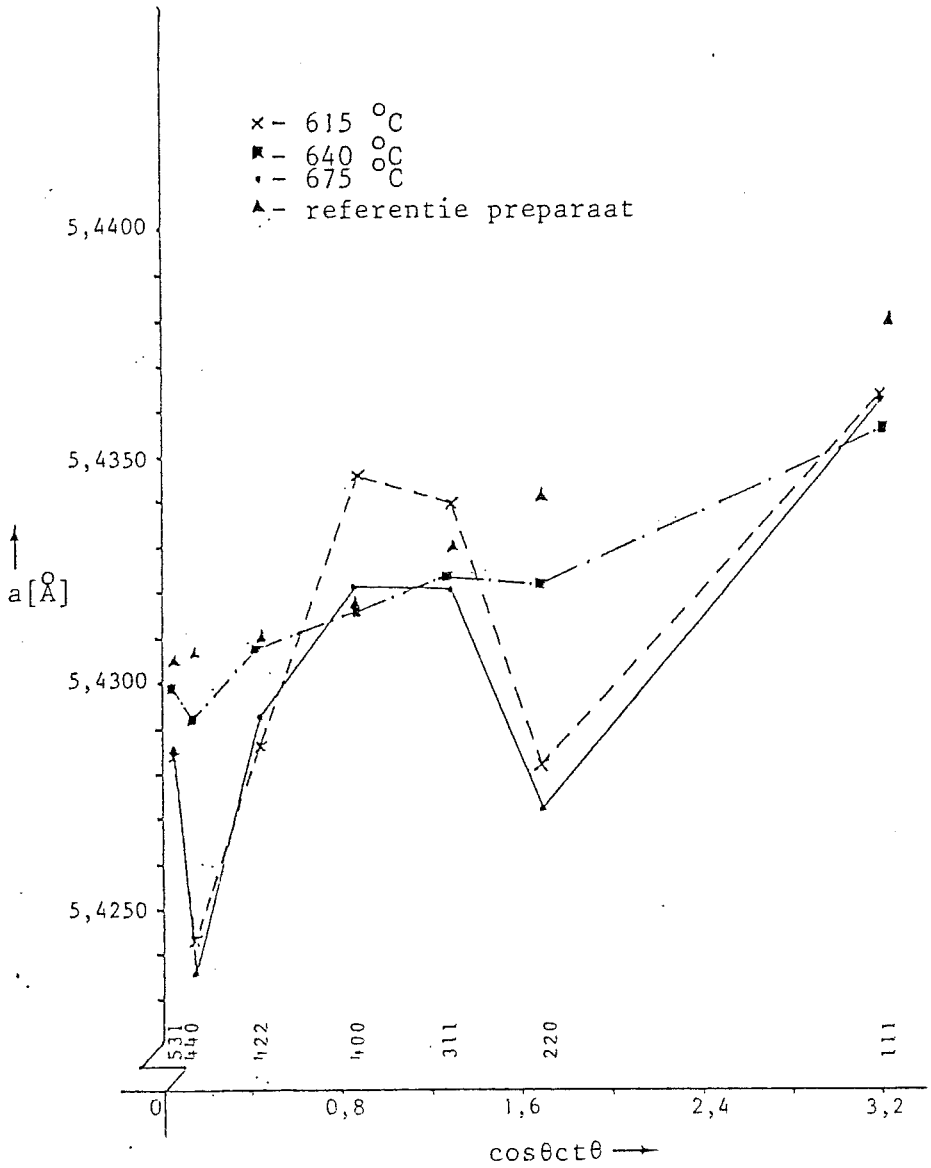
Allereerst zijn van alle preparaten uit deze reeks overzichtsscans gemaakt op logaritmische intensiteitsschaal over een hoekgebied van 20° tot 130° (2θ). Hieruit blijkt dat ook hier alle preparaten een stoorpiek hebben aan de lage hoekkant van de {111}reflectie . Het preparaat met allen een SiO_2 laagje op een <510> substraat blijkt tussen de 20° en 130° geen stoorpieken te vertonen. Op basis van deze overzichtsscans zijn de preparaten uitgekozen voor verdere metingen. Hierbij verdient een preparaat op <510>substraat de voorkeur aangezien er de {400}-reflectie te meten is, terwijl deze reflectie bij een polylaag op <100> substraat geheel in het niet valt ten opzichte van de éénkristal-reflectie.



Figuur 23. De relatieve, geïntegreerde, intensiteit (I_{rel}) van verschillende reflecties als functie van de kantelingshoek (Ψ), voor silicium-lagen gegroeid op een {510} georiënteerd substraat bij de aangegeven temperaturen.



Figuur 24. De relatieve, geïntegreerde, intensiteit (I_{rel}) van de {220} reflectie als functie van de kantelingshoek (Ψ), voor silicium-lagen gegroeid op een {100} georiënteerd substraat, bij de aangegeven temperatuur.



Figuur 25. De roosterconstante (a), berekend uit de CoKα1 (λ=1.788965 Å) piekposities, versus de extrapolatiefunctie cosθctθ, voor siliciumlagen gegroeid bij de aangegeven temperaturen op <510> substraat en voor het referentie preparaat.

IV.2.2 Textuurmetingen.

Van de preparaten die uitg-zocht zijn voor verdere metingen zijn, met behulp van de textuurgoniometer ψ-scans (zie III.2.4) gemaakt. Deze zijn weergegeven in de figuren 23 en 24. Deze scans zijn gecorrigeerd voor ondergrond en absorptie op de wijze als beschreven is in III.2.4. Een verandering van de stand van de preparaten door rotatie om de as loodrecht op het preparaatoppervlak bleek geen invloed te hebben op de ψ-scan. De oriëntatieverdeling van kristallieten is voor alle preparaten dus cylindersymmetrisch. De voorkeursoriëntatie volgt uit de plaatsen van de maxima in de ψ-scan en staan in de figuren 23 en 24 vermeld. In de buurt van $\psi=90^{o}$ neemt de gemeten intensiteit snel af ten gevolge van defocussering, dit gedeelte van een ψ-scan levert dan ook geen betrouwbare informatie.

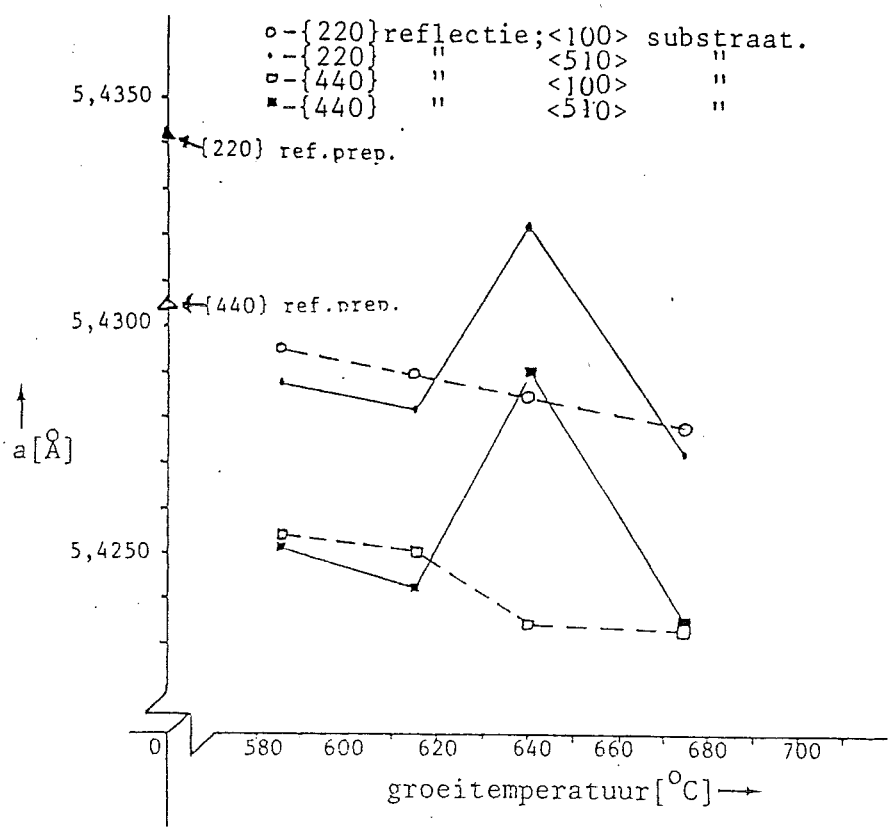
IV.2.3 Metingen op de ω-F-diffractometer bij ψ = 0.

IV.2.3.1 *De roosterconstante.*

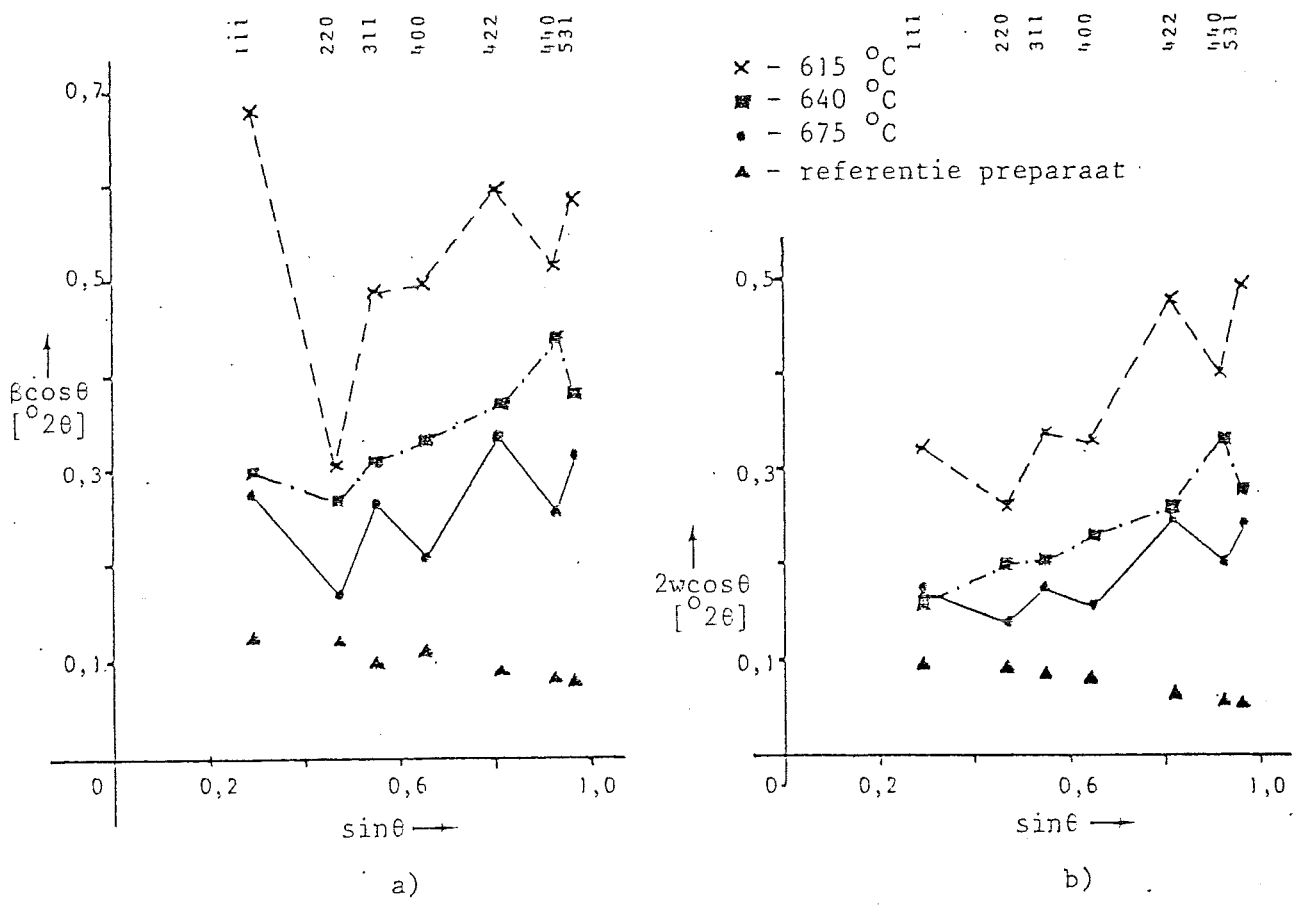
Bij ψ = 0 zijn op de Siemens ω-F-diffractometer voor verschillende preparaten verschillende reflecties gemeten. De verwerking van de meetgegevens is gedaan met het programma van Delhez (THD) zoals dat beschreven is in III.3.1 Voor drie siliciumlagen op <510> substraat , te weten die met de groeitemperaturen 615 ^{o}C, 640 ^{o}C en 675 ^{o}C, zijn meerdere reflecties gemeten. Voor één siliciumlaag op <510> substraat (groeitemperatuur 585 ^{o}C) en 4 siliciumlagen op <100> substraat (groeitemperaturen 585 ^{o}C,615 ^{o}C, 640 ^{o}C en 675 ^{o}C) zijn slechts de {220} en {440}-reflectie gemeten. Dit in verband met de Warren-Averbach analyse. Alle metingen zijn gedaan met een roterend preparaat, (ϕ-rotatie) om een betere middeling te verkrijgen.

De roosterconstante voor de drie preparaten waarvan meerdere reflecties zijn gemeten is uitgezet tegen de extrapolatiefunctie in figuur 25. Het blijkt dat voor de lagen gegroeid bij 615 ^{o}C en 675 ^{o}C de roosterconstanten voor de {220} en {440}-reflectie grote afwijkingen vertonen, terwijl voor alle drie de preparaten geldt dat voor de overige reflecties ook (kleinere) afwijkingen van de rechte lijn optreden. Voor de siliciumlaag gegroeid bij 640 ^{o}C op <510> substraat echter zijn de afwijkingen voor de {220} en { 440}-reflectie gering, en dit preparaat lijkt wat roosterconstante betreft dicht in de buurt van de standaard te liggen.

Voor de {220} en {440}-reflectie is de roosterconstante als functie van de groeitemperatuur uitgezet in figuur 26. De roosterconstante neemt af met toenemende groeitemperatuur, met als enige uitzondering het preparaat met de



Figuur 26. De roosterconstante (a), berekend uit de $CoK\alpha_1$ (λ=1,788965 Å) piekposities van de {220} en {440} reflecties als functie van de groeitemperatuur, voor siliciumlagen gegroeid op substraten met de aangegeven oriëntaties.



Figuur 27. a) de integrale breedte (β) en b) de halfwaardebreedte (2w) van de gemeten profielen als functie van sinθ, voor siliciumlagen gegroeid bij de aangegeven temperaturen op een <510> georiënteerd substraat en voor het referentie preparaat.

polylaag gegroeid bij 640 °C op <510> substraat, dat een duidelijk afwijkende (grotere) roosterconstante voor deze reflecties heeft. De tegelijkertijd gegroeide laag op <100> substraat heeft daarentegen een roosterconstante die wel past in het beeld van een afname van roosterconstante met toenemende groeitemperatuur. Aan de lage hoek-kant van de {220} en { 400} reflectie van het standaard preparaat bleken stoorpieken te zitten. Deze pieken zaten los van het eigenlijke profiel, zodat ze geëlimineerd zijn met behulp van lineaire interpolatie (zie III.3.2).

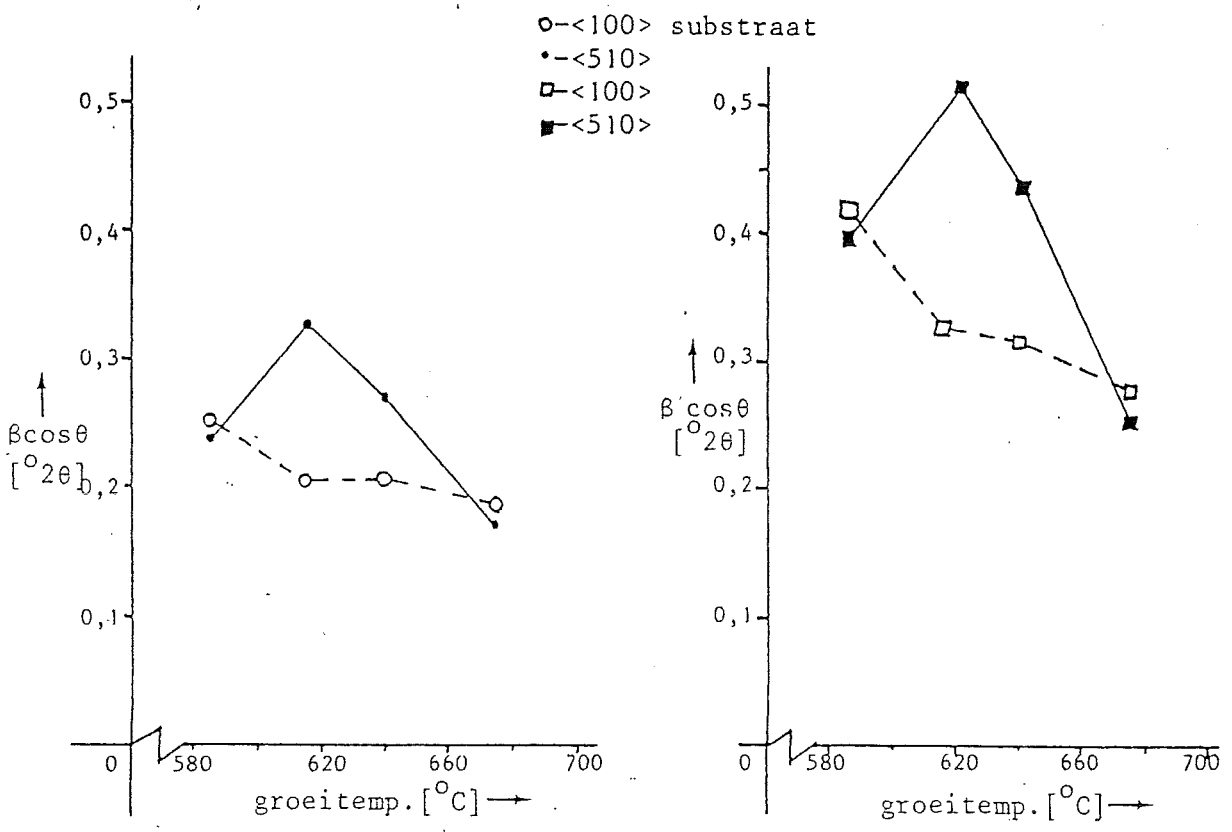
IV.2.3.2 *Lijnverbreding.*

De integrale breedte (β) is uitgezet als $\beta\cos\theta$ versus $\sin\theta$ (figuur 27). Indien de kristallietgrootte en de microrek voor alle kristallieten gelijk is, en het lijnprofiel een Cauchy-functie (36) is, moet deze manier van uitzetten volgens (45) een rechte lijn opleveren. Uit de figuur blijkt direct dat deze aannamen niet opgaan, de integrale breedte varieert sprongsgewijs met de kristallietoriëntatie, behalve voor de laag gegroeid bij 640°C op 510 substraat, waar alleen de breedte voor de {531}-reflectie een sprong vertoont. De halfwaardebreedte (2w), ter vergelijking uigezet als $2w\cos\theta$ versus sin in figuur 27b, toont hetzelfde beeld. Het blijkt duidelijk uit beide figuren dat de lijnbreedte voor alle reflecties toeneemt met afnemende groeitemperatuur. Voor de {220} en {440}-reflectie is de integrale breedte uitgezet tegen de groeitemperatuur. Voor de lagen gegroeid op <100>substraat blijkt de breedte geleidelijk af te nemen met toenemende groeitemperatuur, maar de prparaten gegroeid bij 615 °C en 640 °C op <510> substraat hebben t.o.v. andere preparaten een nogal grote integrale breedte (zie figuur 28)

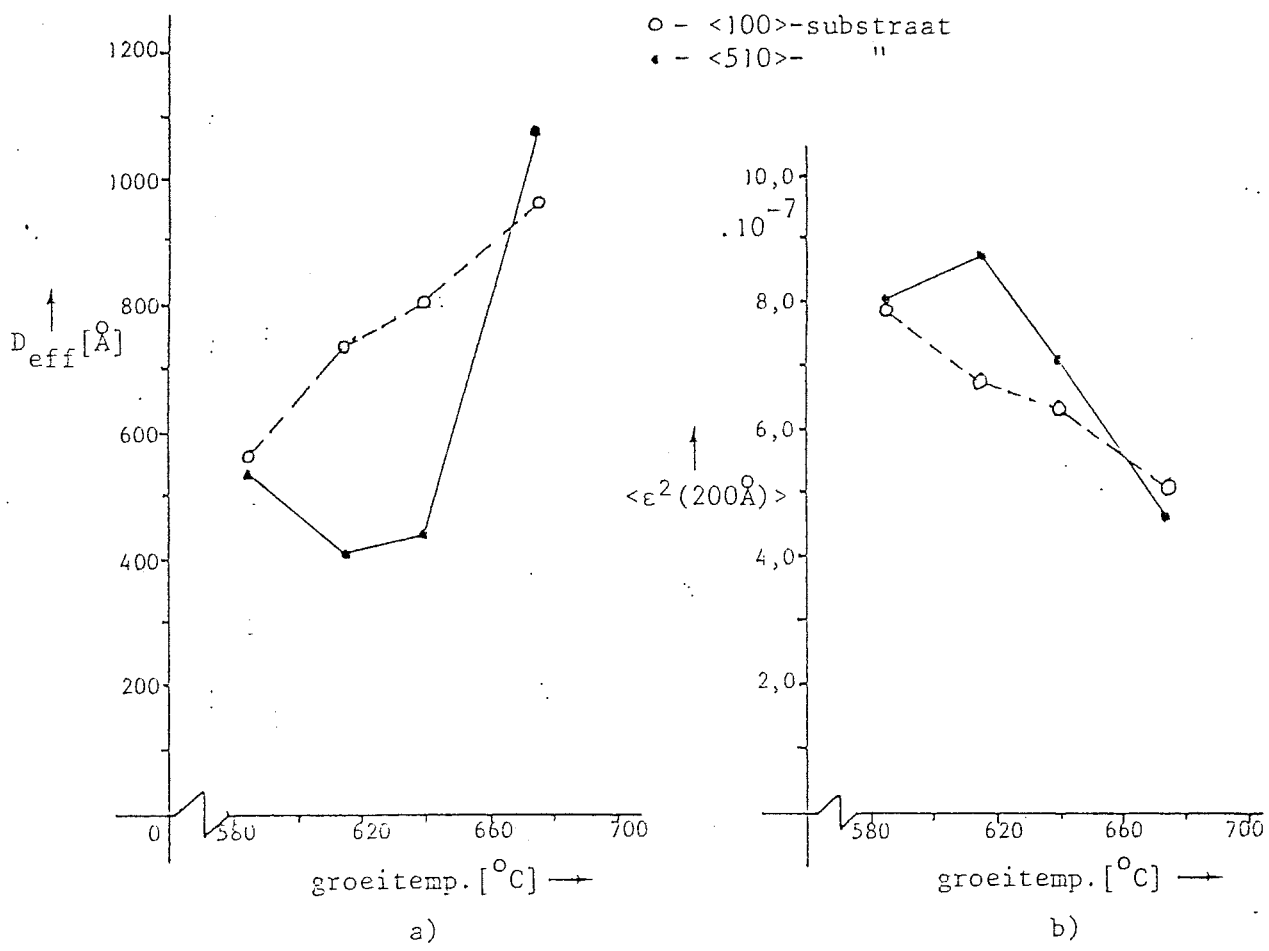
De kristallietgrootte en microrek, zoals die volgen uit de single-line analyse zijn samen met bovenvermelde resultaten vermeld in tabel 2 van appendix IV. Voor veel reflecties echter bleek de aanname van een Voigt-functie voor het f-profiel geen rëele waarde voor de rek (en dus voor de kristallietgrootte) op te leveren.

IV.2.3.3 *De resultaten van de Warren-Averbach analyse.*

De Warren-Averbach analyse is uitgevoerd op de 220 - 440 -reflectie, dit is de enige reflectie met 2 orden die met CoKα-straling gemeten kan worden aan silicium. De resultaten zij uitgezet als funstie van de groeitemperatuur in figuur 29. De effectieve kristallietgrootte neemt toe en de rek(parameter) neemt af met toenemende groeitemperatuur. De resultaten staan eveneens vermeld in tabel 3 van appendix IV.



Figuur 28. De integrale breedte (β) als functie van de groeitemperatuur voor siliciumlagen op substraten met de aangegeven oriëntaties. a) {220}-reflectie; b) {440}-reflectie.



Figuur 29. a) De effectieve deeltjesgrootte (D_{eff}) en b) de deformatie-parameter ($<\varepsilon^2(200Å)>$) als functie van de groeitemperatuur, voor siliciumlagen gegroeid op substraten met de aangegeven oriëntaties. D_{eff} en $<\varepsilon^2(200Å)>$ zijn berekend uit de {220}- en {440}-reflectie met de Warren-Averbach analyse.

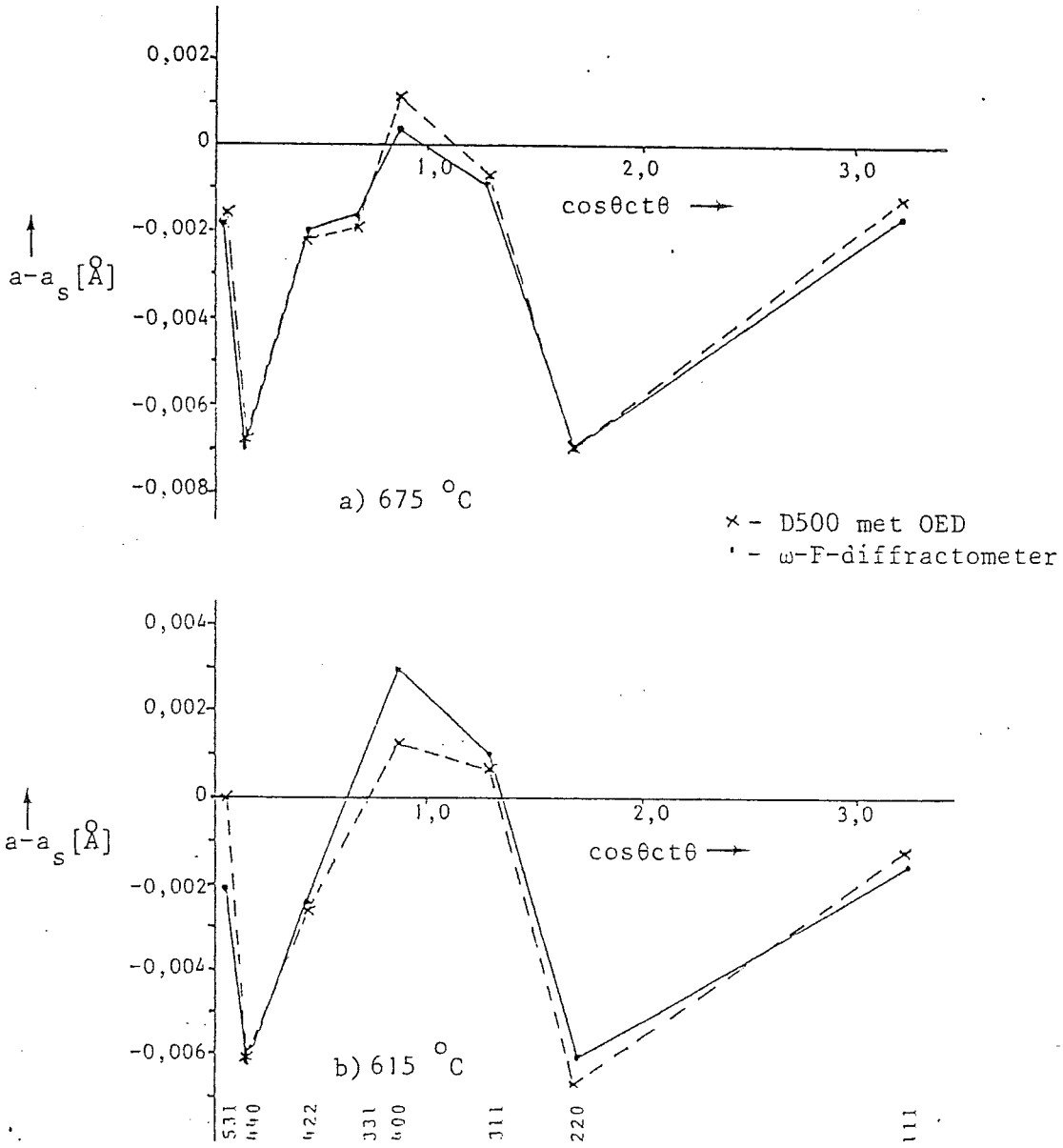
Om de invloed van de hoek-correctie (II.2.3.2) op de kristallietgrootte en de rekparameter te onderzoeken zijn voor een aantal preparaten verschillende correcties toegepast. Het resultaat voor één van de preparaten is vermeld in tabel 4. De resultaten voor de andere preparaten waren overeenkomstig.

TABEL 4. De invloed van de "hoek"-correctie op de resultaten van de Warren-Averbach analyse voor een siliciumlaag gegroeid bij 640 °C op een <510>substraat. De hoek-correctie wordt hier gekarakteriseerd door het aantal Fouriercoëfficiënten waarvoor lineair geinterpoleerd is.

Aantal punten waarvoor gecorrigeerd is.		$<\varepsilon^2(50Å)>10^5$	$<\varepsilon^2(200Å)>10^5$	D_{eff} Å
{220}	{440}			
0	0	0,295	0.061	460
2	0	0,228	0,073	460
8	0	0,234	0,071	440
8	2	0,316	0,071	440
6	2	0,273	0,071	440

IV.2.4 Metingen op de D500 met OED.

De positiegevoelige teller lijkt een belangrijke ontwikkeling die bij de, vaak langdurige, metingen aan dunne lagen een aanzienlijke tijdswinst op kan leveren. Daarom zijn enige metingen met dit toestel verricht, om een indruk te krijgen van de mogelijkheden en de beperkingen van de OED. Allereerst is de teller gecalibreerd en de plaatslineairiteit van de teldraad gemeten. De OED bleek bij een opening van ongeveer 6,5° binnen 0,02° (2θ) lineair; bij kleinere telleropening wordt de lineariteit nog beter. Nadat enige oriënterende metingen waren gedaan om de werking en beperkingen (schijnbaar oplopende ondergrond, III.2.3) te bestuderen, zijn van 2 preparaten de piekposities en halfwaardebreedte opnieuw gemeten. De resultaten zijn vergeleken met die bij meting op de ω-F-diffractometer in de figuren 30 en 31. De overeenkomst lijkt uitstekend, behalve voor de {531} en de {400}- reflectie van het preparaat gegroeid bij 615 °C, waar de afwijking vande gemeten roosterconstante nogal groot is. Dit is te wijten aan de zwakke en brede reflecties voor dit preparaat, die de onnauwkeurigheid van de meting op de OED sterk vergroten. Bovendien is de piekpositie-bepaling voor de brede {531}-reflectie met behulp van de gefitte functies ook vrij

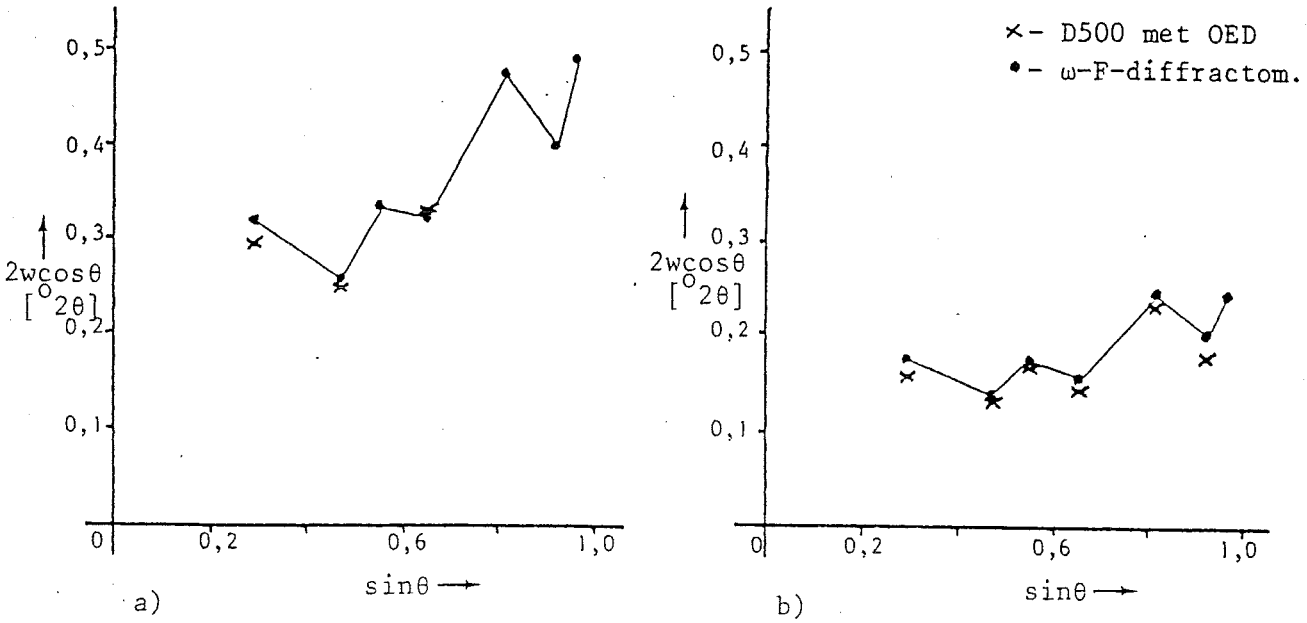


Figuur 30. De roosterconstante (a), berekend uit de $CoK\alpha_1$ (λ=1,788965) piekposities, voor siliciumlagen gegroeid op een <510> georiënteerd substraat bij a) 675 °C en b) 615 °C minus de roosterconstante (a_s) voor het referentie preparaat, als functie van de extrapolatiefunctie cosθctθ. Metingen op de ω-F-diffractometer en op de D500 met OED.

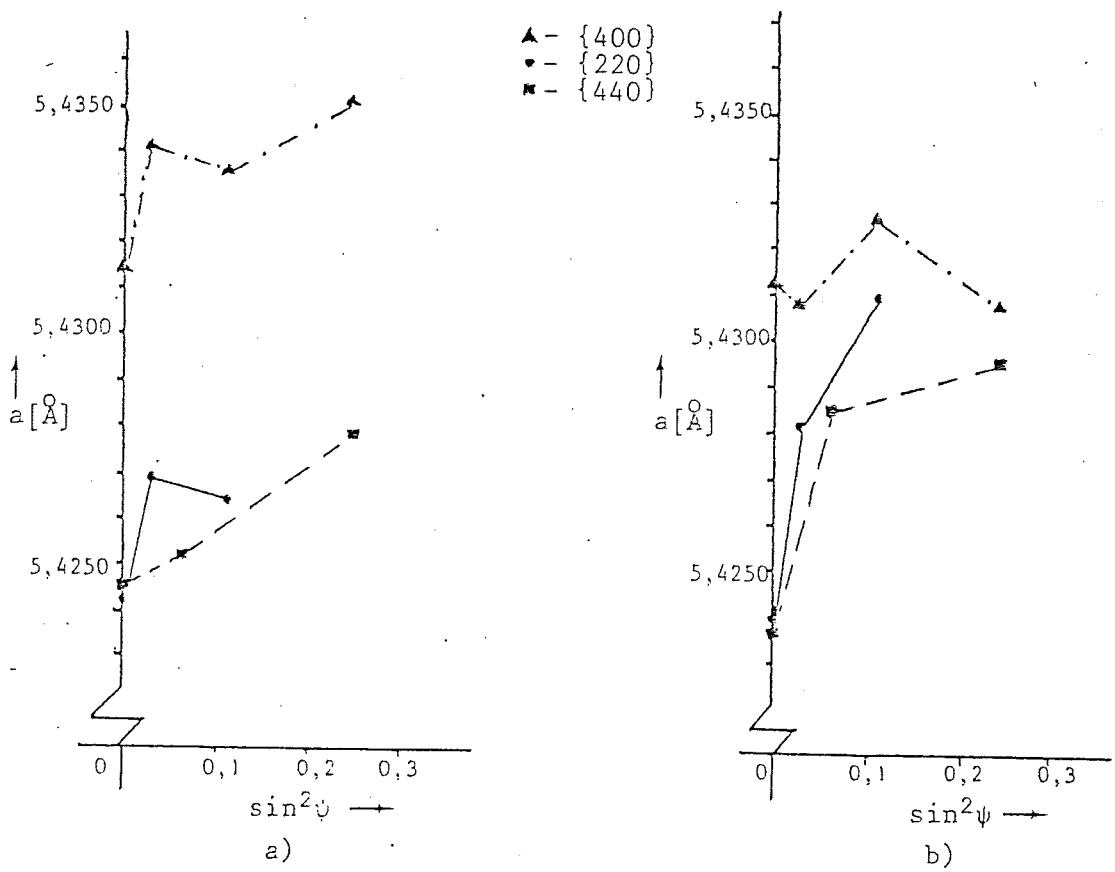
onnauwkeurig ($\pm 0,1^{o}$). Dat niet voor alle reflecties de halfwaardebreedte op de D500 met OED gegeven is, komt omdat de bredere profielen niet geheel binnen het ROI vallen, waardoor de halfwaardebreedte niet te bepalen is. De resultaten staan ook vermeld in tabel 4 van appendix IV.
Het blijkt dat, ondanks de $K\alpha_1$-monochromator, er toch nog een restje $K\alpha_2$ te zien is, met ongeveer 6% van de $K\alpha_1$- intensiteit. Bovendien blijkt het apparaat (D500 met OED) een opstart verschijnsel te vertonen. Metingen met een tussenpoos van 5 minuten, direct na aanzetten tonen aan dat de piekpositie zich eerst na ongeveer 2 uur stabiliseert.

IV.2.5 Resultaten $\sin^2\psi$-metingen.

Deze zijn zowel op de D500 met OED verricht als ook, voor één preparaat, op de ω-F-diffractometer.
Bij het kantelen van het preparaat neemt de breedte van de profielen toe terwijl de topintensiteit-ondergrond verhouding afneemt. Op de D500 met OED moet dus het ROI groter genomen worden en de teltijden langer. Doordat het apparaat nog niet op een computer is aangesloten waren teltijden en scangebied slechts beperkt instelbaar, zodat slechts gemeten kan worden bij niet al te hoge kantelingshoeken. De resultaten zijn uitgezet als roosterconstante (a) versus $\sin^2\psi$ in figuur 32. Door de roosterconstante i.p.v. de daarmee evenredige d_{hkl} uit te zetten worden alle $\sin^2\psi$ plots genormeerd en kunnen in één figuur getekend worden.
De fout in de {220}- metingen is vrij groot vanwege de lage hoek (2θ), en ook de fout in de {440}-metingen is aanzienlijk daar hier de breedte groot en de intensiteit laag is. De nauwkeurigheid van de resultaten voor de {440}, lijkt redelijk, $\Delta 2\theta = \pm 0,02^{o} \Longrightarrow \Delta a = \pm\ 4.10^{-4}$ Å. Daar de intensiteit voor de polylaag gegroeid bij 675 ^{o}C veel hoger is dan voor de polylaag gegroeid bij 615 ^{o}C, is in het eerste geval een nauwkeuriger meting mogelijk dan in het tweede. Op de ω-F-diffractometer is dan ook het preparaat met de laag gegroeid op <510> substraat bij 675 ^{o}C gemeten. Tevens is de standaard gemeten (figuur 33). De kantelingshoeken zijn hier zo gekozen dat in ieder geval wordt gemeten aan de textuurcomponenten, d.w.z. bij die kantelingshoeken ψ, waarvoor bij de ψ-scan van de {220}reflectie (figuur 23d) een maximum in de intensiteit gevonden werd. Verdere kantelingshoeken zijn zo gekozen dat een gelijkmatig verdeelde serie meetpunten verkregen werd.
Het preparaat werd bij geen van de $\sin^2\psi$-metingen geroteerd (ϕ-rotatie) in verband met mogelijke éénkristalreflecties afkomstig van het substraat.
De resultatenvan de metingen op de ω-F-diffractometer staan vermeld in tabel 5 van appendix IV. Hierbij zijn tevens de breedtematen van alle pro-



Figuur 31. De halfwaardebreedte (2w) van de gemeten profielen, voor siliciumlagen gegroeid bij a) 615 °C en b) 675 °C op <510> substraat. Metingen op de ω-F-diffractometer en op de D500 met OED.

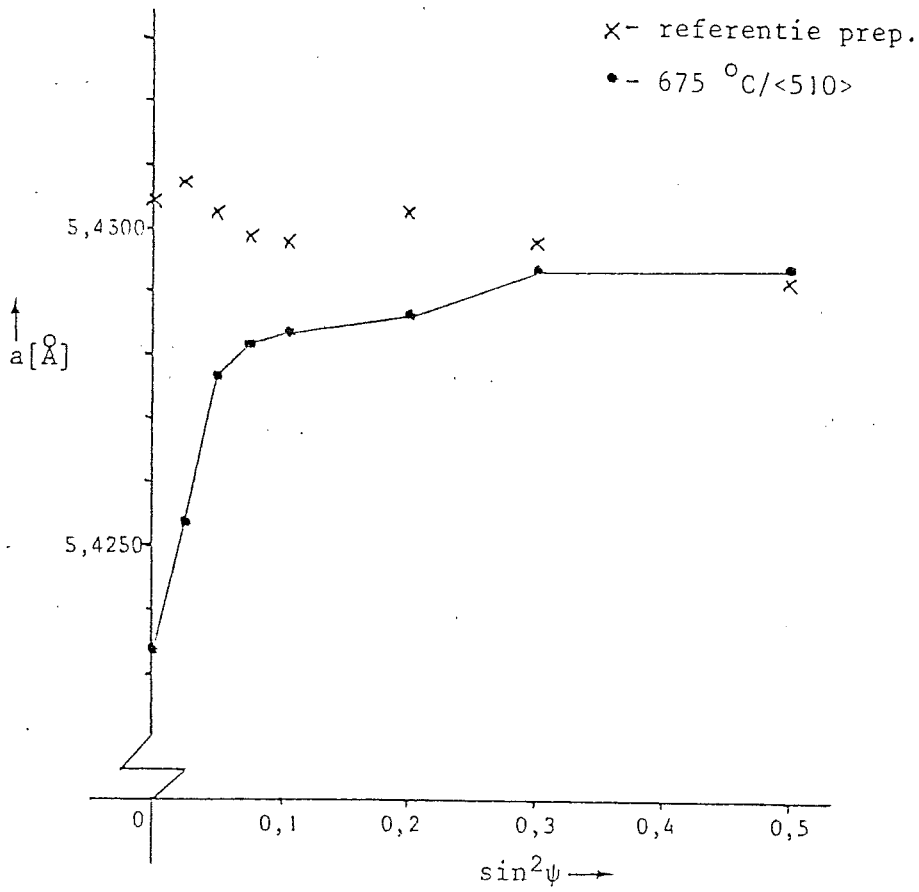


Figuur 32. De roosterconstante (a), berekend uit de CoKα1 (λ=1.788965 Å) piekposities, als functie van sin²ψ, voor siliciumlagen gegroeid op <510> substraat bij a) 615 °C en b) 675 °C.

fielen vermeld, alsmede de resultaten van de single-line analyse.
Uit figuur 33 blijkt duidelijk dat de rechte lijn, zoals die volgt uit formule (22) hier niet gemeten wordt. De overeenkomst tussen de metingen op de D500 met OED en de ω-F-diffractometer is ook bij $\psi \neq 0$ goed (vgl. fig. 32 met 33).
De standaard die spanningsvrij zou moeten zijn en dus zeker een rechte lijn had moeten opleveren, blijkt ook geen rechte lijn op te leveren, hetgeen aantoont dat een goed referentie preparaat voor dit soort metingen nog gemaakt moet worden.
Ook de {400}-reflectie van de laag gegroeid bij 675 ^{o}C is gemeten bij $\psi \neq 0$ de lage intensiteit en de vlakke profielen maken de piekpositiebepaling echter moeilijk. Bij de {400}-metingen aan de standaard nam de breedte zodanig toe dat het eerder genoemde stoorpiekje in het profiel opgenomen werd. Teneinde deze ongewenste invloed te elimineren is de verschoven Rachinger correctie uitgeprobeerd (III.3.2).Dit bleek echter geen bevredigend resultaat op te leveren, en het uitvoeren van een lijnprofielanalyse bij deze metingen leck dus weinig zinvol.

IV.2.6 Een schatting van de fout.

Een enkele maal is reeds een fout vermeld bij de resultaten, dit zijn schattingen. Een exacte foutberekening is niet mogelijk. Van grote invloed zijn Bragghoek, lijnvorm,topintensiteit-ondergrond verhouding en verwerkingsmethode.
De fout in de piekposities is te schatten aan de hand van de verschillen in de topposities voor de negen, door het verwerkingsprogramma gefitte (III.3.1) functies. De fout varieërt van $\pm 0,1^{o}$ (2θ) voor zeer brede {531}-reflecties met lage intensiteit tot $\pm 0,001^{o}$ (2θ) voor {220} en $\pm 0,003^{o}$ (2θ) voor {440}-reflecties met hoge intensiteit. De fout in de Warren Averbach analyse kan geschat worden uit de invloed van de hoekcorrectie (tabel 4), hieruit volgt een fout voor D_{eff} van ± 50 Å en voor de rekparameter:
$\Delta\langle\varepsilon^2(200\text{Å})\rangle = \pm\ 0,005.10^{-5}$.
De fout in de breedtematen is moeilijk te schatten, maar ligt voor de meeste profielen op ongeveer $\pm 0,003^{o}$ (2θ), voor asymmetrische profielen echter zal de fout groter zijn.
Vanwege de visuele piekpositiebepaling bij metingen met de D500 met OED is hier de asymmetrie van het profiel bepalend voor de fout. Bij kanteling wordt de fout in de piekpositie groter door de optredende defocussering. Voor goede metingen is een standaard dus noodzakelijk.



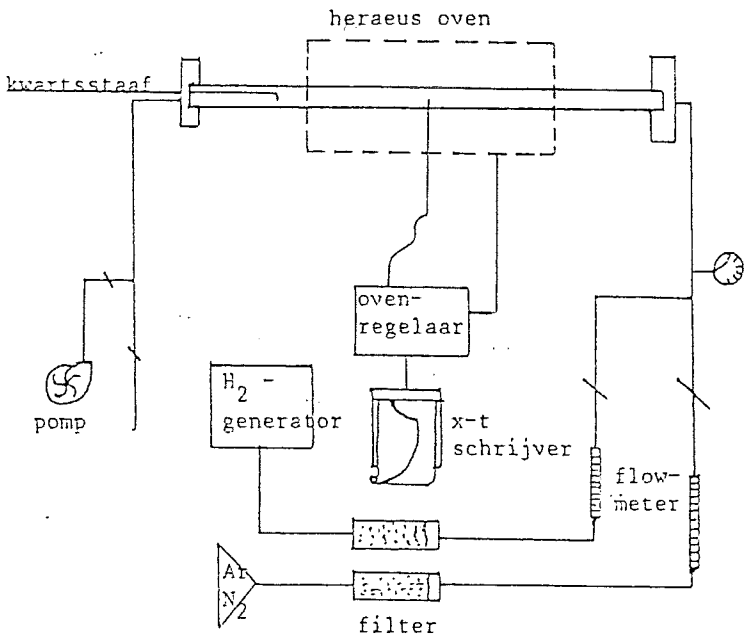
Figuur 33. De roosterconstante (a), berekend uit de $CoK\alpha_1$ (λ=1,788965 Å) piekposities, als functie van $\sin^2\psi$, voor een siliciumlaag gegroeid op <510> substraat bij 675 °C en voor het referentie preparaat.

IV.3 Spanningen uit de doorbuiging.

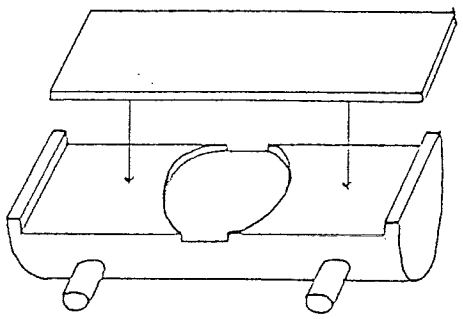
Uit 5 siliciumplakken met <100> substraat is een stripje gezaagd, waaraan Dirks van het Philips nat. lab. metingen heeft verricht. Uit de door hem op optische wijze gemeten doorbuiging van de strippen is de spanning berekend met behulp van formule (59). De resultaten staan vermeld in tabel 5. Door de relatief dikke substraten is de doorbuiging gering. Deze kan bij twee preparaten dan ook niet gemeten worden. Het preparaat gegroeid bij 675 °C bleek een te dof oppervlak te hebben zodat geen, voor de meting noodzakelijke, reflectie optrad van de lichtbundel. Het preparaat gegroeid bij 700 °C, tenslotte , bleek twee tegengestelde krommingen te vertonen. vermoedelijk was het substraat al krom voor het aanbrengen van de poly-laag.

TABEL 5. Resultaten doorbuigingsmetingen aan preparaten met <100> substraat. De lengterichting van de strippen is de <110> richting van het substraat.

groeitemp. °C	substr. dikte µm	laagdikte Si µm	doorbuiging µm	trekspanning GPa
585	340	0,85	-	-
615	350	2,10	-	-
640	340	2,10	7	0,25 ±0,05
675	345	3,60	geen reflectie	
700	408	1,25	substraat al krom?	



Figuur 34. Schematisch overzicht van de ovenopstelling voor warmtebehandelingen van siliciumlagen.



Figuur 35. Het ovenschuitje.

WARMTEBEHANDELINGEN

V.1 INLEIDING.

Het voor de metingen gebruikte standaard preparaat van silicium poeder blijkt in sommige gevallen niet te voldoen. Daarom is onderzocht of door middel van warmtebehandelingen een siliciumlaag tot een spanningsvrij referentie praparaat gemaakt kan worden. Hiertoe is het noodzakelijk het preparaat enige tijd op hoge temperatuur te gloeien. De temperatuur moet boven de rekristallisatietemperatuur van de siliciumlaag liggen, maar mag niet te hoog zijn i.v.m. het smeltpunt (1410 ^{o}C). Bij deze hoge temperaturen oxideert silicium makkelijk en zal er zelfs verdamping optreden.
De hoge temperatuur heeft verder nog als nadeel dat korrelgroei optreedt, zodat een grofkorrelig preparaat verkregen wordt, waarin slechts weinig korrels tegelijkertijd aan een reflectie bijdragen, zodat geen goede middeling verkregen wordt. De korrel mag echter ook weer niet te klein zijn daar dan lijnverbreding optreedt. De ideale korrelgrootte ligt in de buurt van de 2000 Å.

V.2 DE OVENOPSTELLING

De ovenopstelling is schematisch weergegeven in figuur 34. De oven zelf is een buisoven met een buis van gesinterd Al_2O_3. Deze buis wordt aan beide zijden afgesloten door gekoelde roestvaststalen afsluitdeksels. De gasatmosfeer in de oven kan naar believen geregeld worden door een leidingensysteem dat via beide deksels in de buis uitmondt. Via dit leidingensysteem kan de ovenbuis leeggepompt worden en gevuld worden met Ar,N_2 (spoelgassen) of H_2 (voor uiteindelijke gasatmosfeer). Het is mogelijk om onder overdruk in een afgesloten oven te gloeien, dan wel met doorstromend gas, waarvan de flowsnelheid regelbaar is. De temperatuur in de oven wordt geregeld met een ovenregelaar (Eurotherm) en gemeten met behulp van een Pt-PtRh13% thermokoppel.
Het preparaat wordt bij geopende oven op een ovenschuitje van silicium, in de ovenbuis gebracht. Nadat de oven is afgesloten en de juiste gasatmosfeer is ingesteld, wordt het schuitje met preparaat de ovenhaard in geduwd m.b.v. een trasportstang van kwarts, die door één van de deksels heen te bewegen is (afgedicht met een rubber ring).
Als ovenschuitje werd eerst een halve cylinder van silicium, met vier pootjes van Al_2O_3 gebruikt. Dit bleek al spoedig niet te voldoen, waarop een nieuw schuitje werd ontworpen (figuur 35). Hierin ligt het preparaat beter

afgesloten, zodat eventueel nog aanwezige zuurstof het oppervlak van het preparaat niet kan bereiken en de afdamping van de laag vertraagd wordt.

V.3 DE VOORBEHANDELING

Om er voor te zorgen dat niet tegelijk met het preparaat, geabsorbeerde stoffen in de oven terecht komen wordt het preparaat als volgt voorbehandeld.

2 min. in trichlooretheen
1 min. in 96% alcohol
1 min. in gedest. H_2O
10 min. in kokend HNO_3 (60%)
spoelen met gedest. water
30 sec. in Waterstoffluoride HF (40%)
spoelen met gedestilleerd water.

Ook de ovenschuitjes kregen eenzelfde voorbehandeling.

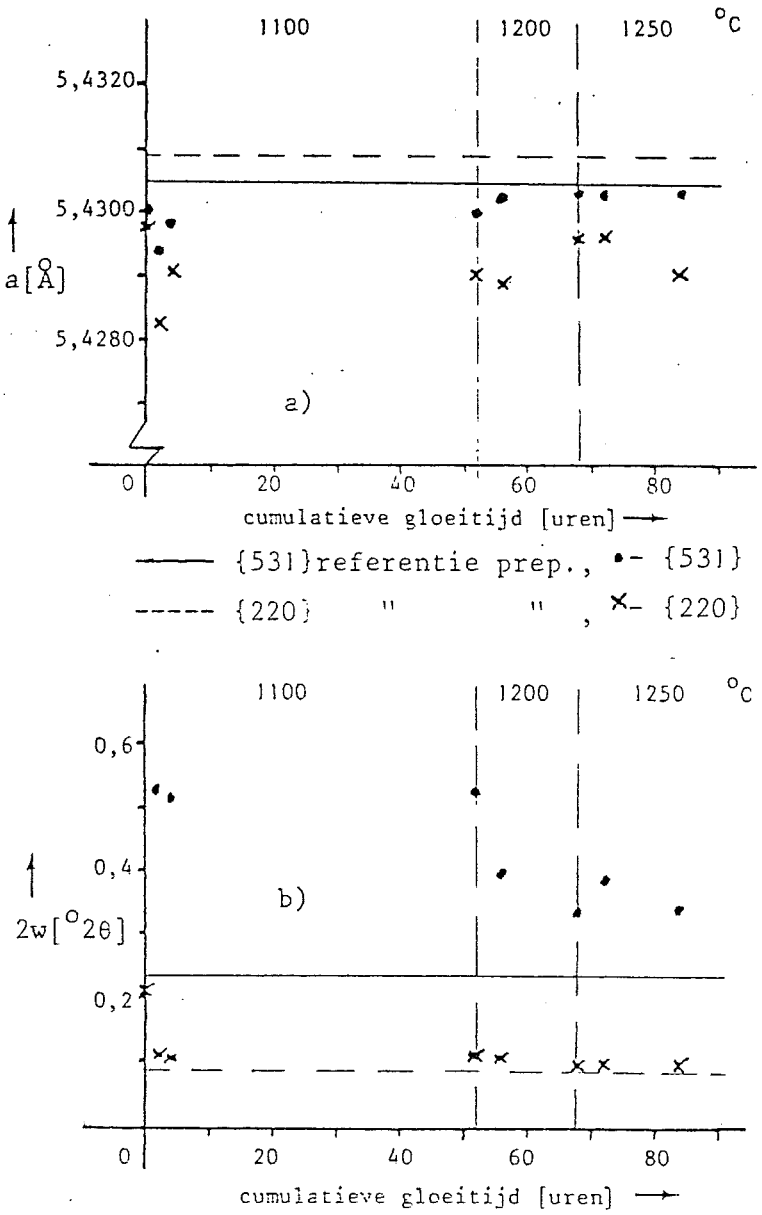
V.4 DE GLOEIBEHANDELINGEN.

V.4.1 Eerste serie.

Uit de serie preparaten gegroeid door Holleman (THT), zie III.1, werd de siliciumlaag gegroeid bij 640 ^{o}C op <510> substraat gekozen voor de eerste serie gloeibehandelingen. Dit preparaat ligt namelijk wat betreft roosterconstante vrij dicht bij de poeder standaard in de buurt (zie figuur 25). De achtereenvolgens uitgevoerde warmtebehandelingen staan vermeld in tabel 6.

TABEL 6. Gloeibehandelingen uitgevoerd op de siliciumlaag gegroeid bij 640 ^{o}C op <510> substraat. H_2 atmosfeer, stilstaand met lichte overdruk. opwarmtijd: 1 uur, afkoeltijd: 16 uur.

gloeibeh. No.	gloeitijd uur	gloeitemperatuur ^{o}C
1	2	1100
2	2	1100
3	48	1100
4	4	1200
5	12	1200
6	4	1250
7	12	1250



Figuur 36. a) de roosterconstante (a) en b) de halfwaarde breedte (2w) als functie van de cumulatieve gloeitijd voor een siliciumlaag gegroeid bij 640 °C op <510> substraat. Gloeibehandelingen volgens de aangegeven temperaturen, in de aangegeven volgorde.

Na iedere warmtebehandeling zijn op de D500 met OED de {220} en de {531}-reflectie gemeten. De roosterconstante en de halfwaardebreedte van deze reflecties zijn uitgezet als functie van de cumulatieve gloeitijd in figuur 36. De roosterconstante nadert voor de {531}-reflectie zeer dicht de waarde gemeten aan het standaard poeder preparaat, dehalfwaardebreedte echter schommelt enigszins. Voor de {220}-reflectie daarentegen nadert de halfwaardebreedte de waarde voor het standaard poeder preparaat, terwijl hier de roosterconstante nogal schommelt.
Het profiel van de {531}-reflectie van het preparaat vóór de gloeibehandelingen viel buiten het ROI, zodat de halfwaardebreedte hier niet bepaald kon worden. De netto integrale intensiteit van de reflecties nam met iedere warmtebehandeling af en was na de laatste behandeling zo laag dat de reflecties niet meer nauwkeurig te meten waren. Het oppervlak van het preparaat was erg grofkorrelig geworden, met hier en daar witte (SiO_2) plekken. Op grond hiervan werd het ovenschuitje uit figuur 35 ontworpen.

V.4.2 De tweede serie warmtebehandelingen.

Hiervoor is een speciale serie preparaten gegroeid door Smid (THD).Deze siliciumlagen zijn gegroeid volgens het CVD proces bij 1 atmosfeer en een groeitemperatuur van 1200 °C uit tetrachloorsilaan. De SiO_2 laag is 4000 Å dik en de polylaag 10 µm. Deze laagdikte zorgt voor een hogere intensiteit voor de reflecties. De substraatori"entatie is <510>
Het eerste preparaat uit deze serie is als volgt behandeld:

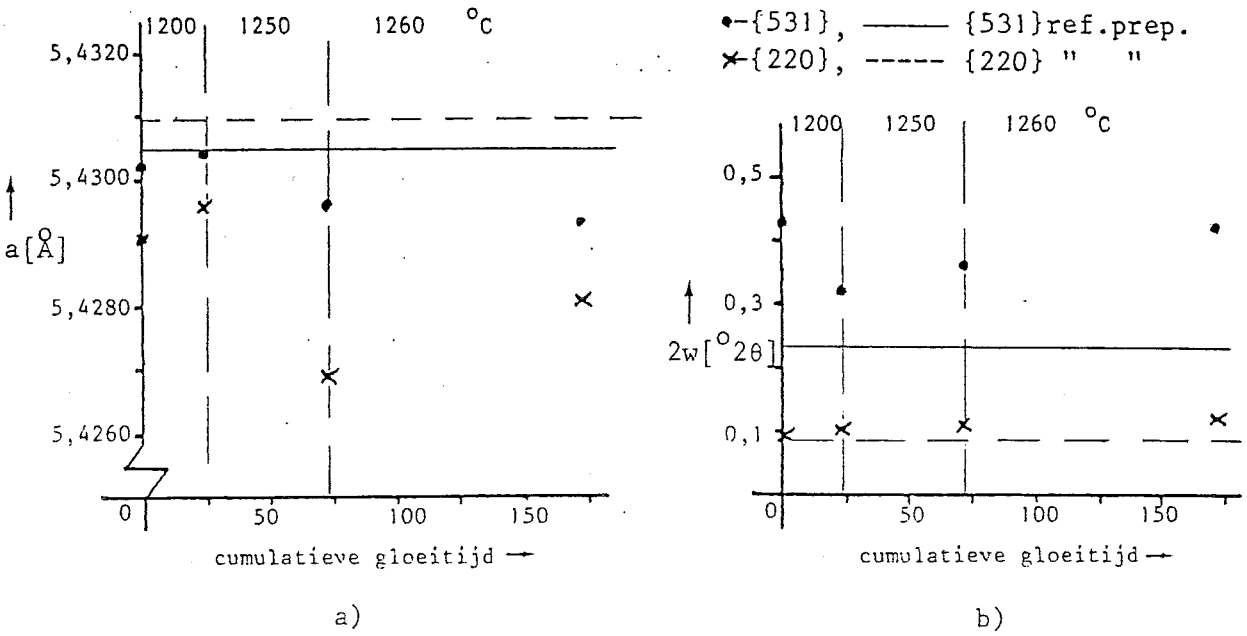
gloeibeh. No.	gloeitijd uur	gloeitemp. °C
1	24	1200
2	48	1250
3	100	1260

gloeibehandelingen onder stromende H_2-atmosfeer (flow = 20ml/min) met een opwarmtijd van 1 uur en een afkoeltijd van 16 uur.

Ook hier zijn de {220} en de {531}-reflectie gemeten na afloop van iedere gloeibehandeling. het resultaat is uitgezet in figuur 37. Na de derde armtebehandeling is de polylaag op sommige plaatsen gehee verdwenen door verdamping.

V.4.3 De derde serie warmtebehandelingen.

Eenzelfde preparaat als voor de vorige warmtebehandelingen werd gebruikt is nu onderworpen aan één warmtebehandeling van 48 uur op 1250 °C. De atmosfeer bestond uit H_2 (stromend, flow = 20 ml/min), en de opwarmtijd



Figuur 37. a) De roosterconstante (a) en b) de halfwaarde breedte (2w) als functie van de cumulatieve gloeitijd voor een siliciumlaag gegroeid bij 1200 °C op <510> substraat. Gloeibehandelingen volgens de aangegeven temperaturen, in de aangegeven volgorde.

bedroeg 1½uur, de afkoeltijd 16 uur.
Na de gloeibehandeling werd het preparaat gemeten op de ω-F-diffractometer. De {440}-reflectie werd onderzocht bij verschillende kantelingshoeken. Het bleek dat de reflectie nauwelijks in breedte toenam bij kanteling, terwijl de intensiteit sterk fluctueerde. Bij hoge kantelingshoeken traden zelfs meerder smalle pieken op in plaats van één brede piek. Dit duidt op een te grove korrel, waardoor niet goed uitgemiddeld wordt. Deze grofkorreligheid werd bevestigd door een zwenk-opname van het preparaat te maken. De afzonderlijke bijdragen van de korrels aan de reflectie waren hierbij goed te zien, hetgeen inderdaad duidt op een grove korrel.

V.5 SILICIUMNITRIDE VORMING.

Telkens als de oven gedurende enige dagen gevuld was met lucht (oven buiten gebruik) of N_2 (gebruik bij andere metingen) ontstond er bij het uitstoken van de oven met ovenschuitje een witte papierachtige aanslag op het schuitje. Bij nader onderzoek bleek dit een lage temperatuurmodificatie van siliciumnitride (Si_3N_4) te zijn, die bestendig is tot ongeveer 1400 °C De stikstof wordt kennelijk geabsorbeerd bij lagere temperaturen aan de buiswand, en komt eerst vrij boven de 1200 °C waarna het direct met silicium reageert tot Si_3N_4. In de aanslag zaten geen Al sporen, zodat de ovenwand zelf kennelijk niet bijdraagt aan deze aanslag.
Het verdient dus aanbeveling om bij deze proeven de oven eerst met een los blokje silicium uit te stoken op ongeveer 1300 °C.

DISCUSSIE

VI.1 MICROSTRUCTUUR EN TEXTUUR.

VI.1.1 Algemeen.

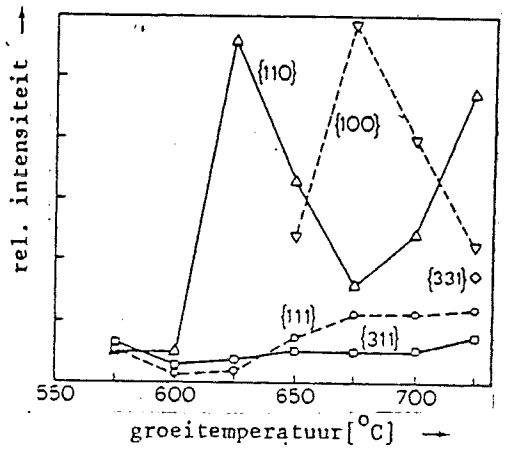
Voor alle bij dit onderzoek gemeten LPCVD siliciumlagen blijken er in een grafiek van roosterconstante versus extrapolatiefunctie (zie b.v. figuur 25) afwijkingen op te treden van de verwachte rechte lijn (figuur 5). Vooral voor de {220} en {440}-reflectie zijn de afwijkingen groot, behalve voor de siliciumlaag gegroeid bij 640 ^{o}C op <510> substraat, waarvoor nauwelijks afwijkingen van betekenis worden gemeten (figuur 25). Ook ten opzichte van het tegelijkertijd gegroeide preparaat op <100> substraat lijkt deze laag qua resultaat af te wijken (figuur 26). Dat dit verschil is toe te schrijven aan de substraat oriëntatie lijkt onwaarschijnlijk daar de polylaag geheel gescheiden wordt van het substraat door de amorfe SiO_2-laag Het lijkt dus waarschijnlijk dat er bij de productie van het preparaat met de polylaag gegroeid op <510> substraat bij 640 ^{o}C iets gebeurd is, waardoor dit preparaat geen sprongen in de roosterconstante vertoont. Helaas is niet meer te achterhalen wat er precies gebeurd is, daar dit misschien een indicatie zou kunnen geven over de oorzaak van de sprongen.
Hoewel de resultaten van dit preparaat in relatie met andere preparaten enigszins gewantrouwd moet worden, blijven er nog genoeg resultataen over om iets te zeggen over de invloed van de laagdikte, groeitemperatuur, textuur, spanningen en stapelfouten op de roosterconstante.

VI.1.2 De invloed van de laagdikte.

De metingen gedaan aan de gegloeide preparaten tonen aan dat voor laagdikten tot 2 μm de roosterconstante en sprongen in de roosterconstante slechts in geringe mate afhankelijk zijn van de laagdikte (figuur 21). Hieruit mag men concluderen dat het verschil in laagdikte bij de serie niet gegloeide preparaten eveneens geen grote invloed zal hebben op de waargenomen effecten.

VI.1.3 De invloed van de groeitemperatuur.

De invloed van de groeitemperatuur op de sprongen in de roosterconstante lijkt gering (figuur 25). Roosterconstante, integrale breedte en microrek nemen af en de kristallietgrootte neemt toe met toenemende groeitemperatuur (figuur 26 en 28).



Figuur 38. De textuur als functie van de groeitemperatuur voor LPCVD silicium films van 0,5 μm dik. [29]

Een mogelijke verklaring voor deze invloed van de groeitemperatuur is de volgende (Suzuki [28]): Bij hogere groitemperatuur neemt de groeisnelheid toe en bovendien ondergaat de reeds gegroeide laag een soort gloeibehandeling waarvan de temperatuur dan ook toe neemt. Dit leidt tot grotere en perfectere kristallieten, waardoor de integrale breedte en microrek afnemen. Het (verder) afnemen van de roosterconstante is hier niet mee te verklaren.

Zoals te zien is uit de figuren 23 en 24 verandert de textuur van de polykristallijne laag met de groeitemperatuur. Voor groeitemperaturen van 615 °C en 585 °C is er een overwegende {110} textuur, terwijl bij hogere groeitemperaturen een {100}textuur optreedt. Dit effect is reeds eerder gemeten door Kamins [29] aan siliciumlagen van 0,5 μm dikte (LPCVD). Kamins vindt dat tot een groeitemperatuur van ongeveer 650 °C de {110}textuur overheerst, en daarboven de {100}textuur (figuur 38). Deze overgang in textuur ligt voor de onderzochte preparaten bij iets lagere temperatuur, tussen de 615 °C en 640 °C. Dit kan wellicht verklaard worden door het feit dat deze lagen ongeveer een factor 4 dikker zijn en de goeitijden dus ook een factor 4 langer.
De {221}-textuur in de lagen gegroeid bij 675 °C kan verklaard worden door vertweelingen van de {100} component. Tweelingvorming in silicium vindt plaats op {111} vlakken; hierbij gaan alle {100}richtingen over in een {221}-richting. Echter niet alle {221}-richtingen gaan bij vertweelingen over in een {100}richting. Daar er naast de {100} en {221} geen andere textuur component optreedt, volgt dat de {221} textuur eerst na vertweelingen optrad uit de {100} textuur en niet andersom.
De textuur heeft geen invloed op de roosterconstante, echte wel op de lijnbreedte. Uit figuur 27a bijvoorbeeld blijkt dat van het preparaat met de siliciumlaag gegroeid bij 675 °C de {400}-reflectie een opvallend lage breedte heeft t.o.v. de andere reflecties. Dit is tevens het enige van de drie preparaten ui deze figuur met een ({100}/{221}) textuur.
Uit figuur 28 blijkt bovendien dat de siliciumlagen met de grootste afwijkende breedten de enige textuurloze preparaten zijn. De overige preparaten vertonen een scherpe textuur en smalle reflecties. Een mogelijke oorzaak voor dit verschil zit eveneens waarschijnlijk niet in de substraat oriëntatie, daar deze geheel wordt afgedekt met een SiO_2 laag. De structuur en oppervlaktegesteldheid van de SiO_2laag zouden echter wel een mogelijke oorzaak van het verschil in textuur kunnen zijn.

VI.1.4 Stapelfouten.

Zoals blijkt uit formule (46) kunnen stapelfouten een verschuiving van de piekpositie en dus van de roosterconstante veroorzaken. In tabel 1 is voor een aantal reflecties de coëfficiënt voor de verschuiving uitgerekend. Uit het feit dat de roosterconstanten berekend uit de piekposities van de {220} en {440}-reflectie steeds een vrijwel gelijke verschuiving ondergaan, kan worden geconcludeerd dat de {110} georiënteerde kristallieten :

a) geen stapelfouten bevatten. T.g.v stapelfouten zouden de {220} en {440}-reflectie immers een tegengestelde verschuiving ondervinden (zie tabel 1).

óf b) Stapelfouten bevatten die uitsluitend loodrecht op het oppervlak staan. In dat geval dragen ze niet bij tot piekverschuiving en ook niet tot de asymmetrie en verbreding van de {220} en {440}-reflectie (zie tabel 1). De grote afwijking in roosterconstante berekend voor deze reflecties moet dus een andere oorzaak hebben. Te denken valt aan macrospanningen.

Aangenomen dat: -{110} georiënteerde kristallieten alleen stapelfouten bevatten die loodrecht op het oppervlak staan.
- piekverschuiving t.g.v. macrospanning voor alle reflecties gelijk is (Voigt-model).

Dan moet, als alle kristallieten de stapelfouten ongeveer loodrecht op het oppervlak hebben staan, volgens tabel 1, de verschuiving van de {331}-reflectie, t.o.v. de {220}en {440}-reflectie tegengesteld zijn aan de verschuiving van de overige reflecties. Dat dit niet het geval is is te zien in figuur 30a.

Blijft over de mogelijkheid dat voor anders georiënteerde kristallieten de stapelfoutoriëntatie en het stapelfout type anders is. De stapelfout waarschijnlijkheid is dan te berekenen met behulp van formule (46) en onder bovenstaande aannamen. De berekende stapelfoutwaarschijnlijkheden ($\alpha'-\alpha''$) zijnverneld in tabel 7, voor de siliciumlaag gegroeid bij 675 ^{o}C op <510> substraat. Door combineren van de formules (32), (47) en (43) is het mogelijk de integrale breedte ten gevolge van stapelfouten te berekenen:

$$\beta = \frac{\lambda}{\cos\theta}\{\frac{1,5(\alpha'+\alpha'')}{ah_0(u+b)}\cdot\sum_b|L_0|\} \qquad (60)$$

waarbij is aangenomen dat $\frac{1}{D} = 0, k = 1$ en $\kappa = 0$.

De op deze wijze berekende, en de gemeten, integrale breedte staan vermeld in tabel 7. Hieruit blijkt dat voor zowel stapelfouten met voorkeursoriëntatie als voor stapelfouten zonder voorkeursoriëntatie de, op deze wijze berekende, breedten veel te groot zijn. Bij dit preparaat is bovendien de aanname dat $\kappa = 0$, de kans op tweelingen is nul, niet gerechtvaardigd, zo-

als blijkt uit de vorige paragraaf. Ook de aanname $\frac{1}{D} = 0$, is niet gerechtvaardigd. Weglaten van deze twee aannamen zou echter leiden tot een nog grotere berekende integrale breedte. Hoewel hierbij is uitgegaan van het Voigt-model, zijn de afwijkingen van de roosterconstante zo groot dat ook met het Reuss-model de berekende stapelfoutwaarschijnlijkheid te groot zal zijn. Het is dus niet mogelijk dat stapelfouten de oorzaak zijn van de grote variaties van de roosterconstanten met de kristallietoriëntaties.

TABEL 12. De stapelfoutwaarschijnlijkheid ($\alpha'-\alpha''$) berekend uit de piekverschuiving voor verscheidene reflecties gemeten aan de siliciumlaag gegroeid bij 675 ^{o}C op <510> substraat. De integrale breedte berekend uit ($\alpha'-\alpha''$) en de gemeten integrale breedte voor stapelfouten zonder voorkeursoriëntatie en voor stapelfouten preferent ongeveer loodrecht op het oppervlak.

hkl	($\alpha'-\alpha''$)	β(berekend;$^{o}2\theta$)$^{\$}$	β(gemeten;$^{o}2\theta$)	
111	-0,028	1,5	0,288	Stapelfouten zonder voorkeursoriëntatie.
311	0,088	1,35	0,319	
400	-0,04	1,5	0,276	
331	-0,135	4,4	0,356	
422	∞	∞	0,565	
531	-0,117	5,02	1,364	
111	0,021	0,36	0,288	Stapelfouten preferent ongeveer loodrecht op het oppervlak.
311	-0,264	0,9	0,319	
400	-0,04	1,5	0,276	
331	0,135	2,94	0,356	
422	0,71	1,9	0,565	
531	0,088	5,02	1,364	

$^{\$}$= Hierbij is aangenomen ($\alpha'+\alpha''$) = $|\alpha'-\alpha''|$.

VI.1.5 Macrospanningen.

Macrospanningen geven aanleiding tot piekverschuivingen en volgens het Reuss-model zijn deze piekverschuivingen afhankelijk van de reflectie (zie figuur 7 en formule (20)). Teneinde deze spanningen te meten zijn $\sin^2\psi$ metingen gedaan, maar leveren niet de door (22) voorspelde, rechte lijn op (figuren 32 en 33). In deze figuren is direct te zien dat de sprong in roosterconstante voor de {220} en {440}-reflectie bij $\psi = 0$ verdwijnt voor $\psi > 0$. Het blijkt dus dat alleen de kristallieten met de {220} vlakken

evenwijdig aan het preparaatoppervlak een grote negatieve rek hebben. Met toenemende ψ nadert de roosterconstante voor de {220} en {440}-reflectie snel de normale niet versprongen waarde voor de standaard, de rek nadert naar nul. Dit klopt met het feit dat voor andere reflecties dan de {hho}-reflecties de roosterconstanten veel minder ver afwijken van die van de standaard. Het zou interessant zijn om te zien wat een {440}-reflectie oplevert bij $\psi = 60^{o}$, waarbij weer aan <110> georiënteerde kristallen wordt gemeten. Deze kanteling is echter met een ω-diffractometer niet goed haalbaar.

De steile gradiënt van de rek in deze $\sin^2\psi$-plots is noch met behulp van formule (19), het Reuss-model voor een textuurloos materiaal, noch met behulp van (9), het Reuss-model voor een anisotroop materiaal, te verklaren. Daarvoor zijn de afwijkingen van een rechte lijn te groot.

Aangezien voor de dunne laag geldt dat $\sigma_3 = 0$, kan de negatieve rek loodrecht op het oppervlak voor de <110> georiënteerde kristallen alleen verklaard worden met een trekspanning evenwijdig aan het oppervlak, die een contractie loodrecht op het oppervlak tot gevolg heeft. De grootte van de spanning is, daar het Reuss-model hier duidelijk tekort schiet, niet te berekenen uit de $\sin^2\psi$-plots.

De doorbuigingsmetingen leverden slechts voor het preparaat gegroeid bij 640 ^{o}C op <100> substraat een spanning op: $\sigma = 0{,}25$ GPa. Berekenen van de spanning uit de gemeten reflecties bij $\psi = 0$, levert voor de röntgendiffractiemetingen (aangenomen dat $\sigma = \sigma_1 = \sigma_2$):$\sigma = 0{,}41$GPa ($s_1(110) = -1{,}255 . 10^{-12}$ m^2/N). Hetgeen in de buurt ligt van de spanning gevonden uit de doorbuiging.

In de literatuur is niet veel bekend over de oorzaken van deze spanningen. Suzuki e.a. [28] vinden trekspanningen in polykristallijne siliciumlagen gegroeid uit $SiCl_4$ bij 1200 ^{o}C. Zij tonen aan dat het verschil in uitzettingscoëfficiënt tussen het substraat éénkristal en de poly-laag zo klein is dat dit niet de oorzaak kan zijn van spanningen in de laag. Wel meten zij aan een losgeweekt stukje poly-silicium dat bij temperaturen boven de 1000 ^{o}C (1 atm.) contractie in de polylaag optreedt. Zij concluderen dat achter het groeifront een sinterproces via diffusie plaatsvindt.

Of dit proces ook optreedt bij de veel lagere groeitemperaturen van het LPCVD proces is nog maar de vraag, waarschijnlijk speelt dan een ander mechanisme een rol. Bij hogere groeitemperaturen vinden Suzuki e.a. een afname van de contractie in de laag en dus een afname van de trekspanning. Zij verklaren dat door te zeggen dat bij hogere groeitemperaturen de kris-

tallieten perfecter en groter worden, wat de contractie tegengaat. Dat de kristallieten groter en perfecter worden blijkt ook uit de resultaten bij dit onderzoek (VI.1.3), maar de afname van de trekspanning met de groeitemperatuur is in strijd met onze waarnemingen (figuur 26). De roosterconstante neemt verder af met toenemende groeitemperatuur, d.w.z. dat de negatieve rek groter wordt.

De theorie van Marion en Cohen is de enige die een poging doet om de verschillen in spanningstoestand voor verschillende kristallieten te verklaren. Toch blijkt deze theorie voor de dunne lagen niet te kloppen. Een vergelijking van figuur 23d met 33 toont namelijk aan dat slingers in de $\sin^2\psi$-plot niet overeen komen met minima of maxima in de intensiteit van een {220} ψ-scan. Als namelijk de aannamen van Marion en Cohen zouden gelden dan moeten de textuur-componenten (A-gebieden) een grotere a opleveren dan de overige kristallieten. Dit is hier niet het geval, maar het is dan ook niet zeker dat het silicium plastisch vervormd is.

VI.2 METEN EN VERWERKEN

VI.2.1 Röntgendiffractiemetingen met een diffractometer.

De dunne siliciumlagen hebben een vrij lage gediffracteerde intensiteit. Toch blijkt uit dit onderzoek dat het met goede apparatuur mogelijk is nauwkeurig lijnprofielen op te meten. Deze metingen nemen alleen wel veel tijd in beslag. Een positiegevoelige teller, zoals die beproefd werd op de Siemens D500, kan een aanzienlijke tijdswinst opleveren, mits alle mogelijke combinaties van scangebied en teltijd, via een computer, gebruikt kunnen worden. Het besturingsprogramma zou dan moeten voorzien in een beveiliging tegen het meten van schijnbaar oplopende ondergrond, b.v. door alle metingen buiten het ROI weg te gooien.
De $K\alpha_1$-monochromator voorkomt dat de Rachinger correctie uitgevoerd hoeft te worden, maar heeft als nadeel het lage rendement. Dit intensiteits verlies doet de tijdswinst van de OED weer gedeeltelijk teniet.
Vergelijken we de resultaten van de metingen op de D500 met OED met die van de ω-F-diffractometer (figuur 30 en 31) dan blijkt dat de D500 met OED in nauwkeurigheid niet hoeft onder te doen voor de ω-F-diffractometer, terwijl de tijdswinst per meting ongeveer een factor 4 bedraagt.

VI.2.2 Het röntgendiffractielijnprofielanalyseprogrammapakket.

Met het programma(pakket) van Delhez(THD) is het mogelijk snel alle metingen uit te werken. Het programma bevat allerlei correctiemogelijkheden voor

lijnprofielen opgemeten onder de meest uiteenlopende omstandigheden. Wel is enige theoretishe kennis omtrent de lijnprofielanalyse noodzakelijk, daar anders verkeerde resultaten, of een verkeerde interpretatie daarvan, tot een foute conclusie kunnen leiden.
De resultaten van de single-line analyse bij dit onderzoek, zijn onbetrouwbaar. Vaak is het niet mogelijk het f-profiel te beschrijven met een Voigt-functie. Voor de profielen waar dit kennelijk wel mogelijk was, moeten de resultaten voor microrek en kristallietgrootte, voor deze siliciumlagen, twijfelachtig genoemd worden. Opvallend is dat tussen de kristallietgrootte voor de {220} en voor de {440}-reflectie ongeveer een factor twee verschil zit terwijl hier deelfde kristallieten gemeten worden. Deze factor twee, schijnt bij metingen aan preparaten van ander materiaal niet voor te komen, zodat dit verschijnsel waaschijnlijk een gevolg is van de onbetrouwbaarheid van de single-line analyse bij deze siliciumlagen en geen methode fout.

VI.2.3 De "hoek" correctie.

Bij het corrigeren voor het hoek-effect (II.2.3.2) is onderzocht in hoeverre dit invloed heeft op de fysische resultaten. De invloed van de hoek-correctie op kristallietgrootte en deformatie-parameter volgend uit de Warren-Averbach analyse is berekend en uit de resultaten (tabel 4) blijkt dat de correctie alleen een merkbare invloed heeft op de deformatieparameter voor kleine (ongeveer 50 Å) afstanden. Op de kristallietgrootte en de deformatie parameter bij 200 Å heeft de correctie nauwelijks invloed. De afstand van 200 Å is dus groot genoeg om de invloed van hoek-correctie uit te sluiten, terwijl de afstand t.o.v. de kristallietgrootte voldoende klein is , zodat alleen microdeformatie een rol speelt. Het verdient dus aanbeveling om, indien het noodzakelijk is hoek-correctie toe te passen, alleen de $\langle\varepsilon^2(200Å)\rangle$ te beschouwen.

VI.2.4 Stoorpiek eliminatie.

Beide vormen van stoorpiek eliminatie, zoals die in de theorie zijn beschreven (III.3.2) zijn bij dit onderzoek uitgeprobeerd. Bij het standaard preparaat is bijvoorbeeld getracht de stoorpieken aan de lage hoekkant van de {220} en {400}-reflectie te elimineren. Uit de positie van de pieken is bepaald dat ze waarschijnlijk afkomstig zijn van Ca_2SiO_4 hetgeen mogelijk uit het plakband kristalliseert. Bij $\psi = 0$ zijn beide stoorpieken los van het gemeten profiel, zodat hier de eliminatie door lineaire interpolatie is toegepast (III.3.2). Voor dat eliminatie uitgevoerd was, bleek het niet mogelijk een goede lijnprofielanalyse te doen, daar de stoorpiek een "rimpel"

op de Fouriercoëfficiënten veroorzaakte. Na eliminatie d.m.v. lineaire interpolatie bleek de rimpel te zijn verdwenen en waren de kristallietgrootte en microdeformatie parameter eenduidig te bepalen.
De verschoven Rachinger methode om een stoorpiek te elimineren is toegepast bij de $\sin^2\psi$-metingen aan de {400}-reflectie van het standaard preparaat. Dit leverde geen bevredigende resultaten op. Ondanks variëren van de verschillende parameters, bleef het profiel aan de lage-hoek-kant vertekend. De aanname van een gelijkvormigheid voor het gemeten profiel en de stoorpiek was hier kennelijk niet terecht, iets waar bij toepassen van deze correctiemethode altijd rekening dient te worden gehouden. Het beoordelen, of een correctie juist is uitgevoerd blijft in dit geval een "educated guess".

VI.3 HET VERVAARDIGEN VAN EEN STANDAARDPREPARAAT D.M.V. WARMTEBEHANDELINGEN.

Het gloeien van een siliciumlaag blijkt een precies werkje te zijn waarbij de nodige voorzorgsmaatregelen in acht genomen dienen te worden. De korrel mag niet te groot worden, i.v.m. de statistische uimiddeling over zo veel mogelijk korrels bij röntgenmetingen, maar mag anderzijds niet te klein zijn in verband met verbreding. Daar korrelgroei optreedt tijdens ht gloeien moet uitgegaan worden van een fijnkorrelig preparaat, zó dat de korrelgrootte na de gloeibehandeling ongeveer 2000 Å is.
De breedte van de reflecties blijkt in eerste instantie te dalen na gloeien maar na verdere gloeibehandelingen blijft de breedte constant of neemt zelfs weer toe (figuur 36 en 37). Oorzaak van de weer oplopende breedte zou het afdampen van de siliciumlaag kunnen zijn, waardoor de afmeting van de kristallieten loodrecht op het oppervlak afneemt. Om dit afdampen zo veel mogelijk tegen te gaan blijkt uit de proeven dat het het beste is de warmtebehandelingen terug te brengen tot één korte gloeibehandeling bij hoge temperatuur.
Het lijkt een welhaast onmogelijke opgave om de juiste warmtebehandeling te vinden, die van een polykristallijne laag een goed referentiepreparaat maakt. Het is daarom het overwegen waard om een standaard te maken van heel fijn siliciumpoeder. Het probleem hierbij blijkt de bevestiging van het poeder op een houder.

CONCLUSIES

Het blijkt dat variaties in roosterconstante voor verschillend georiënteerde kristallieten veroorzaakt worden door een verschillende spanningstoestand voor verschillend georiënteerde kristallieten. Het Reuss-model en het Voigt-model zijn ontoereikend om deze toestand te beschrijven en het Kröner model zal nader bestudeerd moeten worden om te zien of daarmee de variaties in spanningstoestanden verklaard kunnen worden.
Om de verdeling van de spanningen in de laag nader te onderzoeken zullen meer spanningsmetingen ($\sin^2\psi$ metingen) gedaan moeten worden voor verschillende reflecties. Voor een goed vergelijk is een goed spanningsvrij referentie preparaat onontbeerlijk hoewel de produktie hiervan niet gemakkelijk zal zijn.
Metingen op een diffractometer met ψ-goniometer zouden het mogelijk maken de {440}-reflectie te meten bij een kanteling van 60°. Hierbij wordt weer aan <110> georiënteerde kristallieten gemeten, zodat hieruit weer nieuwe informatie omtrent de spanningstoestand van deze kristallieten te verkrijgen is.
De oorzaak van de spanningen in de lagen is niet bekend. Het lijkt niet waarschijnlijk dat de spanningen veroorzaakt worden door het optreden van een sinterproces in de laag tijdens het groeien, daar de temperaturen bij het LPCVD proces daarvoor te laag zijn.
Het blijkt bovendien dat niet alleen de rrosterconstante varieert met de kristaloriëntatie, maarigenlijk de hele microstructuur. Dit is te zien aan de grote variaties in lijnbreedte voor de verschillende kristallieten. Deze lijnbreedte hangt samen met de textuur, terwijl de roosterconstante daar niet mee samen lijkt te hangen. Een verklaring voor dit verschijnsel is nog niet gevonden.
Stapelfouten en tweelingen, hoewel van invloed, blijken niet de oorzaak te zijn van de variaties in de microstructuur. De laagdikte en groeitemperatuur hebben nauwelijks invloed op de op de aard en de grootte van de variaties.
De positiegevoelige teller blijkt een tijdsbesparend en voldoende nauwkeurig instrument te zijn, dat vooral bij langdurige $\sin^2\psi$-metingen van groot nut kan zijn. Voorwaarde is wel dat scangebied en teltijd in vele combinaties gekozen kunnen worden.

APPENDICES

APPENDIX I.

Protocol metingen op de ω-F-Diffractometer, ψ = 0.

```
LABORATORY OF METALLURGY, DELFT UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

SIEMENS TYPE F (OMEGA) DIFFRACTOMETER ( VERSION  : 820416-1 Wiersma )

      DATE :   820617.
      TIME :   14:00:04

Q 00  CODE DATA FILES (first 3 characters) :EHA

Q 01  CODE SPECIMEN :

Q 03  Specimenholder [code   diameter mask in mm.] :PH1 20
Q 05  Temperature of specimen  [C] :23
Q 07  COMMENTS :EERSTE SERIE ,OMEGA=0

Q 09  Measurement made by :MENSO
-----------------------------------------------------------------------
              GENERATOR :  Siemens Kristalloflex nr.4
              Tube nr.  : 3       Focus [mm]:0.4*8  Line
              Anode     : Co      Take off angle [degr.]:6

Q 11  [KV] [mA]  :40 22
-----------------------------------------------------------------------
              DIFFRACTOMETER :  Siemens type F (omega)
              Alignment by : v/d Pers.   Date : 820429
              Zero beam at 2 theta [degr.]    : 0.002
              Diffracted beam  soller slits   delta= 0.02105

Q 13  Divergence slit [code-degr.]   :A-2
Q 15  Receiving slit[code dgr.2theta]:A-0.05

              Diffracted beam monochromator  nr:  2
              Crystal :grafiet  KA1+KA2
-----------------------------------------------------------------------
              DETECTOR nr. :   2      type :scint      preamp :1018
              HIGH VOLTAGE Ortec 456 nr. A

      High voltage [V] : 1300   (pos.)                                *

-----------------------------------------------------------------------
              AMP/PHA Ortec 486 nr. A
              (bipolar) (neg.) (window range [V] : 10 )
              Coarse gain : 64          *    Fine gain : 10            *
              Window pot.m. : 1.2 V     *    Lower level pot.m. : 0.4  *
              Lower level reference switch : internal                 *
              Discriminator mode switch : differential                *
-----------------------------------------------------------------------
              TIMER COUNTER Ortec 773 nr. A
              Dead time of system [us] : 3.5
-----------------------------------------------------------------------
```

APPENDIX I (vervolg)

Protocol metingen op de ω-F-diffractometer, $\psi \neq 0$.

```
     LABORATORY OF METALLURGY, DELFT UNIVERSITY OF TECHNOLOGY
IEMENS TYPE F (OMEGA) DIFFRACTOMETER ( VERSION  : 820416-1 Wiersma )

     DATE :   830111.
     TIME :  16:14:23

 00  CODE DATA FILES (first 3 characters) :EHC

 01  CODE SPECIMEN :

 03  Specimenholder [code - diameter mask in mm.] :PH1-20
 05  Temperature of specimen  [C] :23
 07  COMMENTS :SECOND SERIES, PSI NOT= 0


 09  Measurement made by :ERIK
-----------------------------------------------------------------
             GENERATOR :  Siemens Kristalloflex nr.4
             Tube nr.  : 3        Focus [mm]:0.4*8  Line
             Anode     : Co       Take-off angle [degr.]:6

 11  [KV]-[mA]  :45-20
-----------------------------------------------------------------
             DIFFRACTOMETER :  Siemens type F (omega)
             Alignment by : v/d Pers    Date : 821109
             Zero beam at 2 theta [degr.]     : -0.001
             Diffracted beam  soller slits    delta= 0.02105

 13  Divergence slit [code-degr.]  :A-2
 15  Receiving slit[code-degr.2theta]:A-0.05

             Diffracted beam monochromator  nr: 3
             Crystal :graflet  KA1+KA2
-----------------------------------------------------------------
             DETECTOR nr. :   B       type :scint      preamp :built-in
             HIGH VOLTAGE Ortec 456 nr. B

     High voltage [V] : 1300   (pos.)                          *
-----------------------------------------------------------------
             AMP/PHA Ortec 486 nr. B
             (bipolar) (neg.) (window range [V] : 10 )
             Coarse gain : 64          *    Fine gain : 10          *
             Window pot.m.:  1.4       *    Lower level pot.m.:0.35 *
             Lower level reference switch : internal               *
             Discriminator mode switch    : differential           *
-----------------------------------------------------------------
             TIMER COUNTER Ortec 773 nr. B
             Dead time of system [us] : 3.5
-----------------------------------------------------------------
```

APPENDIX II.

protocol metingen op de Siemens D500 met OED.

LABORATORY OF METALLURGY, DELFT UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

SIEMENS TYPE D 500 DIFFRACTOMETER, WITH PSD [OED]

DATE : 07-JAN-83

CODE SPECIMEN : H2 EN H4

CODE SPECIMENHOLDER [code-diameter mask in mm : PHI-20,8

COMMENTS [MAX. 25 CHAR.] : VOOR VERSLAG

MEASUREMENT BY : ERIK

GENERATOR: Philips PW 1130
Tube nr. : 14 Focus [mm] : 0.4*8 line
Anode : Co Take-off angle [degr]: 6

[KV]-[mA] : 50-20

DIFFRACTOMETER: Siemens D 500
Alignment by : v/d Pers Date: 820927
Zero beam 2 theta [degr] : 0.00
Diffracted beam soller slits : ?
incident beam monochromator: GM41
Crystal:Ge KA1

DIVERGENCE SLITS [code-degr.,code-degr.]: AI-1.0,AIII-1.0

DETECTOR nr 117-2

CALIBRATION: 2THETA[start] at channelno: 850

Gas Control:

Pressure & Flowrate [bar-divisions]: 13-10

High Voltage Supply:
Voltage Control [KV] : 4.1

AMP-TAC:
Window [V] : 4.5

Lower Level [V] : 1.5

TDC : Resolution [degr.] : 0.01

MSC : Resolution [degr.] : 0.01

Slits (front[mm]-back[mm]) : 22-20 ROI = 1,5° .

APPENDIX III. T.H. DELFT, LABORATORIUM VOOR METAALKUNDE.

rapport röntgendiffraktie, **TEXTUURGONIOMETER** I/II

door : v.d. Pers/Huizer
datum: 82/83

---

opdrachtgever:
afdeling :

projektnr.:
tel.nr. :

---

tekst onder poolfiguur :

metingnr. :

---

preparaat gegevens : siliciumlagen serie van THT

code prep.: H1 t/m 4(a)

---

generator :.2.....
buisfokus :.8x0,4.

anode :.Cu....
filter :.Ni....

kV:.45....
mA:.18....

reg. unit :.prtec.
teller :.Si(Li)

spanning:.1000.V
verst. :.4x3.e.c. 0,5

drempel:.1,63..
kanaal :.0,05..

---

breedte x hoogte

intreeslit :.0,6x0,4.....
uittreeslit:.5.x4..x.....

} $\Delta\phi_s$ = ...°

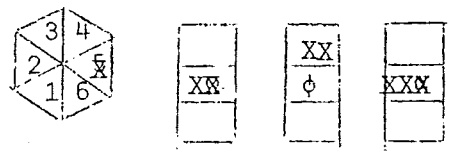
2θ = .47,..
θ = 23,7..

} HKL = 220

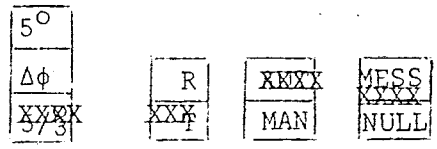
---

pendelslag:..0..mm.

draaiing om normaal (α)(ϕ)
1 omwenteling = ...sec



kanteling (ϕ)(ψ)
stapgrootte = ...°
start:..0..°, einde:.90..°
afwijking walsrichting:.....°



TELTIJD:...ca.8sec

tijdkonst.:.....sec

rec.schaal:.1000..cps

start opname:
einde opname:

papiersn. :0,5.mm/s

---

ondergrond links:.....
2θ = ..44.°, θ = .23,7°

ondergrond rechts:.....
2θ = ...°, θ = ...°

teltijd:.....sec

OPM. Eerst oriëntatie substraat exact vastgelegd.

APPENDIX IV.

TABEL 1. De roosterconstante (a), de integrale breedte (β) en de uit de {220} en {440}reflectie door Warren-Averbach analyse volgende, kristalliet-grootte (D_{eff}) en microrek parameter $<\varepsilon^2(200Å)>$ van de gegloeide preparaten.

	hkl	Huizer£	Hendriks$ [4]	
dikte poly Si [μm]		2,0	0,75	0,35
a [Å]	111	5,4376	5,4356	5,4370
	220	5,4266	5,4275	5,4287
	311	5,4333	5,4337	5,4348
	440	5,4232	5,4240	5,4253
β [°2θ]	111	1,162	1,052	0,917
	220	0,204	0,189	0,208
	311	0,520	0,441	0,460
	440	0,755	0,397	0,434
D_{eff} [Å]		930	800	640
$<\varepsilon^2(200Å)>.10^5$		0,055	0,05	0,06

£ = λ = 1,788965Å, $ = λ = 1,540562 Å.

APPENDIX IV (vervolg)

TABEL 2. Resultaten van metingen op de ω-F-diffractometer bij ψ = 0.

groei temp. + substr.	reflektie hkl	top positie °2θ	centroïde positie °2θ	2w °2θ	β °2θ	single line D Å	single line e .10⁴	a Å
585 °C <510>	220	55,555	55,592	0,215	0,273			5,4287
	440	137,715	137,917	0,888	1,096	392	9,0	5,4251
615 °C <510>	220	55,560	55,583	0,264	0,343	366	2,2	5,4282
	440	137,768	137,850	1,114	1,433			5,4242
	111	33,123	32,915	0,333	0,702			5,4365
	311	66,179	66,205	0,399	0,582			5,4340
	400	82,349	82,434	0,440	0,656			5,4347
	422	107,655	107,806	0,805	1,008			5,4284
	531	154,250	154,433	2,186	2,395			5,4283
640 °C <510>	220	55,517	55,565	0,223	0,303			5,4321
	440	137,507	137,767	0,918	1,207			5,4290
	111	33,129	33,026	0,169	0,308			5,4357
	311	66,201	66,237	0,244	0,366			5,4323
	400	82,406	82,455	0,301	0,467			5,4316
	422	107,595	107,770	0,428	0,618			5,4305
	531	154,101	154,462	1,388	1,702			5,4299
675 °C <510>	220	55,573	55,596	0,157	0,194	1965	6,0	5,4271
	440	137,806	137,998	0,559	0,708	748	5,4	5,4235
	111	33,116	33,010	0,179	0,288	2407	8,7	5,4364
	311	66,205	66,224	0,208	0,319			5,4320
	400	82,396	82,455	0,209	0,276	1034	4,8	5,4321
	422	107,637	107,762	0,422	0,565			5,4290
	531	154,231	154,457	1,073	1,364	409	3,5	5,4285
	331	91,793	91,880	0,240	0,356			5,4297
585 °C <100>	220	55,546	55,586	0,224	0,282	788	9,6	5,4295
	440	137,700	137,912	0,942	1,154	396	10,0	5,4254
615 °C <100>	220	55,553	55,592	0,188	0,231	1087	7,4	5,4289
	440	137,720	137,958	0,745	0,904	564	8,2	5,4250
640 °C <100>	220	55,558	55,595	0,184	0,233	1077	6,4	5,4285
	440	137,812	137,032	0,689	0,879	553	6,6	5,4234
675 °C <100>	220	55,566	55,604	0,169	0,209	2250	8,0	5,4277
	440	137,815	137,016	0,639	0,772	1033	8,1	5,4233
stan-daard	220	55,494	55,498	0,104	0,133			5,4341
	440	137,422	137,652	0,158	0,221			5,4305
	111	33,105	33,091	0,099	0,130			5,4381
	311	66,293	66,234	0,100	0,123			5,4330
	400	82,403	82,515	0,106	0,150			5,4317
	422	107,580	107,580	0,111	0,148			5,4310
	531	154,052	154,428	0,246	0,348			5,4305
	331	91,756	91,840	0,099	0,125			5,4314

APPENDIX IV (vervolg).

TABEL 3. Resultaten van de Warren-Averbach analyse voor {220}-{440}.

groeitemp. °C	substraat oriëntatie	D_{eff} Å	$<\varepsilon^2(200Å)>$ $.10^5$
585	510	53,1	0,080
615	510	40,5	0,087
640	510	44,0	0,071
675	510	107,0	0,046
585	100	55,2	0,079
615	100	73,2	0,067
640	100	80,0	0,063
675	100	88,0	0,050

TABEL 4. Resultaten van de metingen op de D500 met OED.

	hkl	toppos. $^o2\theta$	a Å	2w $^o2\theta$
siliciumlaag gegroeid bij 615 °C op <510> substraat	111	33,140	5,4325	0,265
	220	55,605	5,4242	0,241
	311	66,22	5,4310	-
	400	82,410	5,4314	-
	331	91,88	5,4257	-
	422	107,68	5,4275	-
	440	137,758	5,4245	-
	531	153,95	5,4316	-
siliciumlaag gegroeid bij 675 °C op <510> substraat	111	33,140	5,4325	0,128
	220	55,608	5,4239	0,136
	311	66,240	5,4295	0,213
	400	82,412	5,4312	0,205
	331	91,83	5,4280	0,235
	422	107,67	5,4279	0,36
	440	137,790	5,4238	0,49
	531	154,20	5,4288	-

APPENDIX IV (vervolg)

TABEL 5. Resultaten van de lijnprofielanalyse van de {440}-reflectie bij verschillende kantelingshoeken ψ voor een siliciumlaag gegroeid bij 675 °C op <510> substraat en voor het standaard preparaat.

ψ °	$\sin^2\psi$	toppositie °2θ	β °2θ	2w °2θ	e .10⁴	D Å	a Å
0	0	137,816	0,700	0,570	5,2	709	5,4233
9,10	0,025	137,705	0,809	0,669	7,2	688	5,4253
12,91	0,050	137,582	0,796	0,631			5,4276
15,89	0,075	137,553	0,753	0,581			5,4281
19,47	0,111	137,546	0,760	0,578	3,0	515	5,4283
26,57	0,200	137,527	0,789	0,610			5,4286
33,21	0,300	137,490	0,895	0,698	5,1	538	5,4293
45,0	0,5	137,486	0,954	0,740			5,4293
		en voor de standaard:					
0	0	137,429	0,237	0,154			5,4304
9,10	0,025	137,415	0,244	0,174			5,4307
12,91	0,050	137,440	0,265	0,193			5,4302
15,89	0,075	137,461	0,298	0,210			5,4298
19,47	0,111	137,468	0,321	0,237			5,4297
26,57	0,200	137,440	0,387	0,292			5,4302
33,21	0,300	137,466	0,424	0,329			5,4297
45,0	0,5	137,501	0,534	0,436			5,4291

LITERATUUR.

1. S.M.Sze — Physics of semiconductor devices; Wiley & sons New York 1981.
2. V.L.Rideout — IBM J.Res.Developm. 24 1980 3, 339
3. M.Hendriks — spanningsmetingen volgens de $\sin^2\psi$-methode aan silicium lagen. Interne Publicatie TH Delft 1-2-1981
4. M.Hendriks — Annealen van (geïmplanteerde) LPCVD silicium lagen op SiO_2. Interne Publicatie TH Delft 15-2-82
5. Th.H. de Keijser e.a. — Röntgendiffractieanalyse van polykristallijne materialen. TH Delft 1982.
6. H.Dölle — J.Appl.Cryst 1979 12, 489
7. E.Kröner — Z.für Phys. 151 1958, 504
8. K.Honda e.a. — 14th Jap. Cong. on Mat. 1971, 149
9. F.Bollenrath e.a. — Z.Metallkunde 58 1967, 77
10. H.Möller e.a. — Mitt. K. W. inst. Eisenf. Düsseldorf 1939 21, 261
11. E.Macherauch e.a. — HTM 28 1973 3, 201
12. R.H.Marion e.a. — Adv. in X-ray Anal. 1974 18, 466
13. B.D.Cullity — Elements of x-ray diffraction, Addison-Wesley publ. comp. inc. NY 1978
14. H.Dölle e.a. — Met. Trans. 11A 1980, 831
15. C.M. van Baal — The influence of texture on the x-ray determination of residual stresses in ground or worn surfaces. (to be published).
16. B.E.Warren — X-ray diffraction, Addison-Wesley publ.comp. inc. NY 1969
17. J.I.Langford — J.Appl.Cryst. 1978 11, 10
18. R.Delhez e.a. — NBS special publication 567, Washington (NBS) 1980.
19. J.Sietsma — Röntgendiffractie ter bepaling van dilokatiedichtheden. Afstudeerverslag TH Delft 1981
20. Th.H. de Keijser e.a. — J.Appl.Cryst. 1982 15, 308
21. C.N.J.Wagner — Local atomic arrangements studied by x-ray diffraction. ed. J.B.Cohen and J.E.Hilliard, NY 1966 chap. 6

22. R.P.I. Adler e.a. J.Appl.Phys. 33 1962 12, 3451

23. M.Hendriks The influence of preferred orientation of faulting planes in fcc materials on x-ray diffraction line profiles, Interne Publicatie TH Delft

24. R.S.Rosler Solid State Technology april 1977, 63

25. U.Wolfstieg HTM 1976 31, 19

26. R.Delhez e.a. Journal of physics E, Sc. Instr. 1977 10, 784

27. G.C.Stoney Proc. Royal soc. of London, Vol. A82 1909, 172

28. T.Suzuki e.a. J.Electrochem.Soc. 124 1977, 1776

29. T.I.Kamins J.Electrochem.Soc. 127 1980, 686