

ВИРОЩУВАННЯ ТА ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ЕПІТАКСІЙНИХ ШАРІВ І НАДГРАТОК $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

Ф. Ф. СИЗОВ, Ю. М. КОЗИРЄВ¹, В. П. КЛАДЬКО,
С. П. ПЛЯЦКО, О. О. ЧУЙКО¹, С. А. ШЕВЛЯКОВ¹

УДК 06.2; 06.3; 12

© 1996 р.

Інститут фізики напівпровідників НАН України (252650 Київ 22, МСП, просп. Науки, 45),

¹Інститут хімії поверхні НАН України (252028 Київ 28, просп. Науки, 31)

Виконано дослідження рентгенівської дифракції напружених надграток Si/SiGe , що отримані методом молекулярно-променевої епітаксії (МПЕ). Визначені режими вирощування епітаксійних шарів Si , SiGe з різними мольними частками Ge та гетеропереходів Si/Ge за осциляціями інтенсивності центрально відбитого рефлексу для підкладок Si з орієнтацією (111) та (100). Структурні характеристики одержаних надграток добре узгоджуються з розрахунком за швидкостями росту для заданих періодів $d = 100 - 300 \text{ \AA}$ і мають досить високий ступінь кристалічної досконалості.

Сучасні епітаксійні методи вирощування напівпровідникових шарів дозволяють здійснювати контроль процесу росту на атомарному рівні. Комбінування типів напівпровідників і товщин їхніх епітаксійних шарів дає можливість створювати структури (гетеропереходи, квантові ями, надгратки) з характеристиками, що відповідають потребам мікро- та оптоелектроніки.

При цьому найбільш важливими щодо застосування залишаються структури на основі елементарних напівпровідників, особливо Si як найбільш вживаного матеріалу напівпровідникової мікроелектроніки. Властивості об'ємних кристалів $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ досліджено багато років тому (див., наприклад, [1]). Залежно від складу ширина забороненої зони цих сполук може змінюватися від 1,1 до 0,7 еВ, в результаті чого, наприклад, фотоприймачі на основі $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ можуть працювати у спектральному діапазоні 0,5 — 1,8 мкм, що важливо для можливості їх застосування у волоконно-оптичних лініях зв'язку. Однак значна розбіжність сталих ґраток ($\Delta a_0 = 4,2\%$ при $T = 300 \text{ K}$) перешкоджає виготовленню приладів інтегральної оптоелектроніки з використанням об'ємних матеріалів $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ на підкладках Si внаслідок значної концентрації дислокацій невідповідності на межі поділу, що не дозволяє отримати оптоелектронні прилади з необхідними характеристиками.

Досягнення в розробці і дослідженні напружених квантоворозмірних гетероструктур на основі Si (див., наприклад, [2, 3]) дають підстави сподіватись,

що принципово нові прилади для мікро- та оптоелектроніки на основі $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ структур можуть бути створені найближчим часом [4]. Це зумовлено тим, що зонну структуру та основні характеристики псевдоморфних (напружених) $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -систем можна змінювати в широких межах, змінюючи товщину шарів у низьковимірних структурах, механічні напруження в шарах та хімічний склад [5].

У цій роботі досліджено структурні характеристики епітаксійних шарів Si , Ge , $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ та надграток $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, отриманих методом МПЕ на підкладках Si з орієнтацією (100) та (111). Однією з основних проблем вирощування досконалих гетеро- та квантоворозмірних структур є велика розбіжність між величинами сталих ґраток і необхідність забезпечення пошарового двовимірного драбинчастого росту за відносно низьких температур епітаксії ($T \leq 550^\circ \text{C}$), щоб уникнути процесу тривимірного росту з підвищеним вмістом Ge в шарах, що призводить до порушення морфології шарів $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ та великої концентрації дефектів у них.

Гетероепітаксія напівпровідників з різними сталими ґраток вимагає обмежень у критичних товщинах епітаксійних шарів, коли розбіжність параметрів ґраток компенсується напруженнями у шарах. У даному випадку останні обумовлюють тетрагональне спотворення елементарної комірки. Типові значення критичних товщин для гетеропереходу Si/SiGe при температурах вирощування підкладки порядку 500°C становлять приблизно $1000 \text{ \AA}$ для шарів з $\Delta a_0 = 1\%$ (вміст Ge приблизно до 20%) і тільки $10 \text{ \AA}$ для $\Delta a_0 = 4,2\%$ (чистий Ge) [1]. Коли товщини перевищують критичні значення, відбувається релаксація механічних напружень у шарах та утворюються дислокації невідповідності.

Вирощування епітаксійних шарів Si та $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ на підкладках Si з орієнтацією (100) та (111) здійснювалось методом МПЕ в установці типу "Катунь" електронно-променевим випаровуванням Si з автотигля та SiC -ефузійної комірки для Ge при

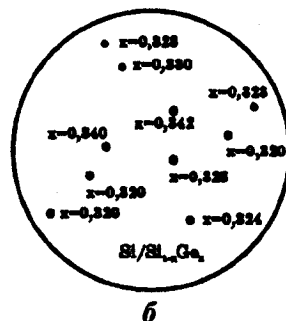
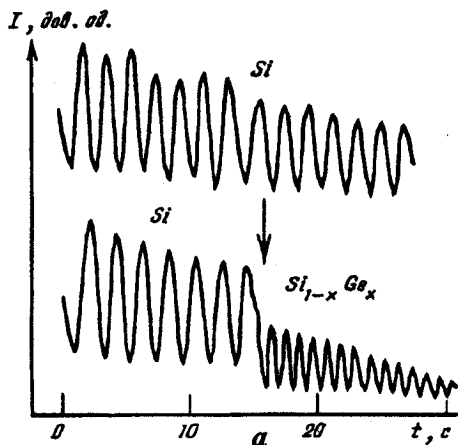


Рис. 1. а — осциляції центрально відбитого рефлексу для Si та SiGe; б — розподіл мольної частки Ge по площині підкладки ($d = 65$ мм) для заданого режиму росту $x = 0,35$

температурах підкладок $T_s = 400 - 830^\circ\text{C}$ у вакуумі не гірше $5 \cdot 10^{-8}$ Па. Розташований у камері росту дифрактометр швидких електронів дозволяв здійснювати контроль швидкості росту ($\pm 0,5 \text{ \AA} / \text{с}$) та ступінь структурної досконалості за рефлексами надструктури ростової поверхні безпосередньо у процесі їх вирощування, а також контролювати товщину з точністю до $3 \text{ \AA}$ (1 моношар). Передепітаксійна підготовка підкладок Si полягає в хімічному витравленні захисного окислу і нанесенні пасивуючої окисної плівки завтовшки $d \approx 1$ мкм з метою подальшого її контрольованого видалення у камері росту. Внаслідок підігріву підкладок у камері росту до температури $T = 830 - 850^\circ\text{C}$ під тиском залишкових газів $P_0 \leq 10^{-7}$ Па відбувається взаємодія слабого потоку $\text{Si}(F_{\text{Si}} = 10^{14} \text{ см}^2 / \text{с})$ з поверхні підкладки за реакцією $\text{SiO}_2 + \text{Si} \rightarrow \text{SiO} \uparrow$, що призводило за 2 — 5 хв до появи вільної від кисню атомарно чистої поверхні та чітких рефлексів надструктур (7×7) і (2×1) для орієнтацій (111) та (100) відповідно.

Мінімальна температура, за якої можна було здійснити епітаксійне вирощування буферних шарів Si, становила близько 400°C для швидкості росту $0,5 - 1,1 \text{ \AA} / \text{с}$. При цьому осциляції центрально відбитого рефлексу дифрактограма швидких електронів (рис. 1, а), за якими визначалась швидкість епітаксійного росту, залишались чіткими і непорушними досить довгий час, що відповідає умовам дво-вимірної драбинчастого процесу росту навіть за досить низьких температур підкладки.

Було досліджено умови отримання епітаксійних шарів Ge та SiGe на підкладках Si з орієнтацією (111) . Зокрема, в діапазоні температур $350 - 650^\circ\text{C}$ вивчено та визначено оптимальні пара-

метри росту епітаксійних плівок Ge за класичною схемою перебудови поверхневої надструктури $(7 \times 7) \rightarrow (5 \times 5) \rightarrow (8 \times 2) \rightarrow (1 \times 1)$. Епітаксійні шари SiGe вирощувалися товщиною від $30 \text{ \AA}$ до 1 мкм з мольною часткою $x = 0,07 - 0,7$. Умови вирощування дозволяли отримувати високооднородні епітаксійні шари SiGe на підкладках Si діаметром $60 - 76$ мм зі збереженням мольної частки на всій поверхні з точністю $\pm 1\%$.

На рис. 1, б наведено розподіл вмісту Ge по поверхні підкладки $d = 76$ мм, на якій було вирощено епітаксійну плівку $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, мольна частка якої $x = 0,35$ була розрахована за осциляціями для різних параметрів росту. Спостерігається відносно висока однорідність розподілу Ge по всій структурі та відповідність мольної частки заданим умовам вирощування. Склад твердого розчину $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ визначався за кутовою відстанню $\Delta\theta$ між положеннями піків дифракційного рентгенівського відбивання від підкладки за умови виконання закону Вегарда, який можна застосувати до SiGe (для Si $a_0 = 5,431 \text{ \AA}$ та для Ge $a_0 = 5,567 \text{ \AA}$) з урахуванням поправки на ступінь релаксації напруження шарів. Абсолютна похибка вимірювань $\Delta c = \theta \pm \Delta$, що дозволяє визначити склад шарів з точністю до $0,3\%$. Інтенсивність піків дифракційного відбивання від епітаксійних плівок Si, Ge, SiGe та надграток Si/SiGe становить частки процента від інтенсивності піка відбивання від підкладки Si. Однак піки дифракційного відбивання є достатньо інтенсивними, щоб визначити товщину шарів та період надгратки з точністю $\pm 3\%$.

Структурні характеристики як буферних шарів Si та SiGe, так і періодичних структур Si/Si $_{1-x}$ Ge $_x$ з періодом $d \approx 100 - 300 \text{ \AA}$ досліджено методом дифракції рентгенівських променів на дифрактометрі

ДРОН-3 за двокристалною схемою в геометрії (n , $-n$) з монохроматором Si(100) та $\text{CuK}\alpha$ 1-лінією випромінювання ($\lambda = 1,54051 \text{ \AA}$). Метод рентгенівської дифракції дозволяє водночас визначити розподіл напружень, хімічний склад і період надгратки. Механічні напруження, що виникають внаслідок відмінності сталей ґраток буферного шару та підкладки, а також буферного шару та надгратки, призводять до вигину пластин Si, який може бути визначений за зміною кутового положення основного дифракційного піка. Середнє значення викривлення пластин Si з буферними шарами $\text{Si}_{1-y}\text{Ge}_y$ ($y = 0,5x$) $R^{-1} \approx 0,2 \text{ м}^{-1}$.

Період d надгратки $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ визначався за кутовою відстанню $\Delta(2\theta)$ між сателітами у спектрі рентгенівської дифракції:

$$d = (\lambda / \cos \theta_s^{-1}) / \Delta(2\theta),$$

де θ_s — бреггівський кут відбивання від підкладки. В рентгенівських спектрах дифракційного відбивання надграток Si/SiGe, під час вирощування яких виконувались умови для псевдоморфного росту епітаксійних плівок (напружені надгратки) спостерігались сателіти до ± 5 порядку. Наявність численних регулярно розташованих і чітких рентгенівських піків свідчить про високу ступінь структурної досконалості надграток, наявність різких меж між періодами, однорідність хімічного складу в шарах та ін.

Типова рентгенівська дифрактограма п'ятиперіодної надгратки $\text{Si}_{0,65}\text{Ge}_{0,35}$ ($d = 181 \text{ \AA}$, $d(\text{Si}) = 109 \text{ \AA}$, $d(\text{SiGe}) = 72 \text{ \AA}$) на підкладці Si (111) з буферним шаром Si завтовшки 0,2 мкм наведена на рис. 2. Основний (широкий в основі) пік при $\theta = 14^\circ 13'$, зумовлений рефлексом (111) від підкладки Si, і служить у даному випадку репером. Внаслідок малого об'єму інтенсивність піків дифракційного відбивання надгратки Si/SiGe становить частки процента від основного піка підкладки. На рис. 2 видно декілька відносно широких, але чітко розділених від'ємних ($-i$) та додатних ($+j$) сателітів, що свідчить [6] про однорідність плівки та витриманий по всій товщині заданий період.

У вирощених нами шарах Si, Ge, $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ та надгратках Si/SiGe концентрація вільних носіїв визначалась на рівні $10^{15} - 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Для керування електричними характеристиками структур Si/SiGe шари Si легувалися бором з концентрацією $10^{17} - 10^{19} \text{ см}^{-3}$.

Таким чином, вивчення закономірностей епітаксійного вирощування та дослідження структурних характеристик шарів Si, Si/Ge, SiGe та надграток Si/SiGe дають можливість отримати

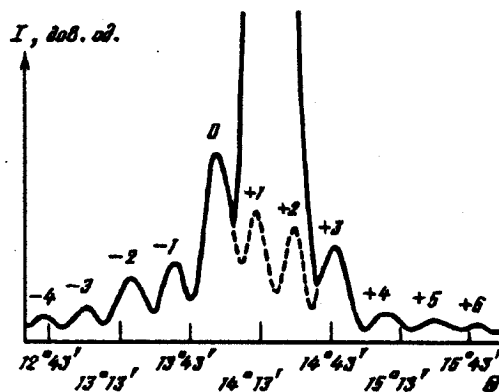


Рис. 2. Спектр рентгенівської дифракції п'ятиперіодної ($d = 180 \text{ \AA}$) напруженої надгратки $\text{Si}/\text{Si}_{0,7}\text{Ge}_{0,3}$, буферний шар $\text{Si}_{0,5}\text{Ge}_{0,5}$ $b = 0,2 \text{ мкм}$, підкладка (111), діаметр 76 мм. Цифрами позначено піки від'ємних ($-i$) та додатних ($+j$) сателітів, пунктиром — сателіти, що закриті піком великої інтенсивності від підкладки

структурно-досконалі леговані та нелеговані гетеропереходи і напружені надгратки Si/SiGe великої площі із заданим мольним складом для моделювання та виготовлення на їх основі приладів опто- та мікроелектроніки.

1. Jain S.C., Willis J.R., Bullough R. // Adv. Phys. — 1990. — 39. — P. 127 — 190.
2. Abstreiter G. // Physics World. — 1992. — N 3. — P. 36 — 39.
3. Sisov F.F. // Infrared Photon Detectors / Ed. by A. Rogalski. — Bellingham, Washington: SPIE Optical Engineering Press, 1995. — P. 561 — 624.
4. Metzger R.A. // Compound Semicond. — 1995. — 1, N 3. — P. 21 — 26.
5. Eberl K., Wegscheider W., Abstreiter G. // J. Cryst. Growth. — 1991. — 111. — P. 882 — 889.
6. Clemens B.M., Gay J.G. // Phys. Rev. B. — 1987. — 35. — P. 9337 — 9340.

Одержано 05.02.96

ВЫРАЩИВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ И СВЕРХРЕШЕТОК $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$

Ф. Ф. Сизов, Ю. Н. Козырев, В. П. Кладько, С. П. Пляцко, А. А. Чуйко, С. А. Шевляков

Резюме

Приведены результаты исследования рентгеновской дифракции напряженных сверхрешеток Si/SiGe, полученных методом молекулярно-лучевой эпитаксии. Рассмотрены режимы роста эпитаксиальных слоев Si, SiGe с разными мольными долями Ge и гетеропереходов Si/Ge по осцилляциям интенсивности центрально отраженного рефлекса для Si-подложек с ориентациями (111) и (100). Структурные характеристики полученных сверхрешеток хорошо согласуются с расчетом, выполненным по скоростям роста для заданных периодов $d = 100 + 300 \text{ \AA}$, и обладают достаточно высокой степенью кристаллического совершенства.

GROWING AND INVESTIGATION OF STRUCTURAL
CHARACTERISTICS $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ EPITAXIAL
LAYERS AND SUPERLATTICES

*F. F. Sizov, Yu. N. Kozirev, V. P. Klad'ko,
S. V. Plyatsko, A. A. Chuiko, S. A. Shevlyakov*

S u m m a r y

The results of X-ray diffraction investigations of Si/SiGe strained superlattices (SLs), which were obtained by molecular beam epitaxy, are

listed. The growth conditions of epitaxial Si and SiGe layers with different mole fractions, and Si/Ge heterostructures are considered using oscillations of the central reflex for Si (100) and (111) substrates.

The periods ($d \approx 100 - 300 \text{ \AA}$) of Si/SiGe SLs deduced from X-ray diffraction spectra agree well with those given by technological regimes. A rather large number of satellites (up to $n = 4 - 5$) in X-ray diffraction spectra of SLs testifies to good structural characteristics of these objects.