

Гетероструктуры $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$, выращенные методом молекулярно-пучковой эпитаксии на подложках кремний-на-сапфире

© С.А. Денисов^{**}, С.А. Матвеев^{*†}, В.Ю. Чалков^{*}, В.Г. Шенгуров^{**}, Ю.Н. Дроздов^{*},
М.В. Степихова⁺, Д.В. Шенгуров⁺, З.Ф. Красильник⁺

* Научно-исследовательский физико-технический институт
Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского,
603950 Нижний Новгород, Россия

⁺ Институт физики микроструктур Российской академии наук,
607680 Нижегородская обл., Кстовский район, д. Афоново, Россия

(Получена 11 июня 2013 г. Принята к печати 19 июня 2013 г.)

Продемонстрирован рост гетероструктур со слоями $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ на подложках сапфира ($1\bar{1}02$) при использовании метода молекулярно-пучковой эпитаксии с сублимационным источником кремния и газовым (GeH_4) источником германия. Систематические исследования влияния температуры подложки и толщины буферного слоя кремния показали, что успешный рост эпитаксиальных слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ происходит при $T_S = 375\text{--}400^\circ\text{C}$. Имеются значительные различия в ориентации слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ в зависимости от толщины буферного слоя Si: $d \geq 100$ нм. Они имеют ориентацию (100), а при более тонких — (110). Гетероструктуры с толстыми (~ 1 мкм) слоями $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$, легированными атомами эрбия, характеризуются интенсивной фотолюминесценцией на $\lambda = 1.54$ мкм.

1. Введение

Выращивание гетероструктур (ГС) SiGe/Si (100) вызывает повышенный интерес не только в связи с созданием на их основе микроэлектронных приборов, но и приборов оптоэлектроники, что открывает новые возможности интеграции на одном кремниевом чипе устройств с электронными и оптическими функциями.

Ранее было показано, что изготовленные на основе ГС SiGe/Si модулированно-легированные полевые транзисторы (MODFET) перспективны для целого ряда микроэлектронных применений [1,2]. Однако наличие проводящей Si-подложки в этих приборах приводит к потерям и проблемам изоляции. Возможным решением этих проблем является использование изолирующих подложек, таких как сапфир. Более поздние исследования свидетельствуют о перспективах применения слоев SiGe , выращенных на подложках кремний-на-сапфире (КНС), для изготовления приборов p -MODFED [3]. Однако из-за высокой плотности структурных дефектов в исходных КНС подложках такие структуры имеют высокую плотность микродвойников (в интервале $10^4\text{--}10^5$ см⁻², после улучшения КНС-структур). Выращенные на них методом UHV-CVD слои SiGe имеют такую же плотность фасетированных ямок, что существенно ухудшает качество слоев. Кроме того, известно, что для снижения напряжений в слоях SiGe целесообразно выращивать буферные слои SiGe толщиной 600–800 нм [4]. Последнее в свою очередь снижает преимущества использования сапфировых подложек.

С другой стороны, возможности обработки информации на оптическом уровне требуют создания эффективных преобразователей, интегральных источников света и чувствительных фотодетекторов с быстрым временным откликом. Среди различных используемых подходов, легирование слоев кремния атомами эрбия оказывается

наиболее перспективным для создания эффективных светодиодов на $\lambda = 1.54$ мкм. Данная длина волны совпадает с окном прозрачности кварцевого волокна, что обуславливает ее коммерческую важность. Светоизлучающие диоды, работающие при комнатной температуре, как правило, изготавливаются на базе структур, выращенных методом молекулярно-пучковой эпитаксии (МПЭ) [5,6].

Схемы оптических соединений и обработки (усиления) сигнала могут быть реализованы на базе волноводных слоев твердого раствора SiGe [7,8]. Как показывают результаты исследований, в структурах $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x:\text{Er}/\text{Si}$ с толщиной слоя твердого раствора ~ 1 мкм, при значительном содержании Ge ($x \approx 0.3$) обеспечивается высокая степень локализации излучения в гетерослое при достаточно высокой квантовой эффективности фотолюминесценции (ФЛ) ($\eta_{\text{ext}} \approx 0.2\%$) [9]. Более того, в структурах такого типа удается реализовать условие инверсной населенности энергетических уровней эрбия [10].

Цель данной работы — исследование условий выращивания методом МПЭ ГС $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ со слоями SiGe , в том числе и легированными атомами Er, на подложках КНС, анализ их структурного совершенства и фотолюминесцентных свойств.

2. Методики роста гетероструктур и их исследование

Выращивание ГС методом МПЭ проводилось в сверхвысоковакуумной установке с базовым давлением $P \leq 5 \cdot 10^{-9}$ Торр. Эпитаксиальный рост слоев Si и твердого раствора SiGe на Si (100) и КНС-подложках осуществлялся путем соосаждения атомов Si из сублимационного источника, нагреваемого пропусканием тока до $T_S = 1330\text{--}1380^\circ\text{C}$, и атомов Ge, поток ко-

[†] E-mail: matveevsa.sou@gmail.com

торых формировался при разложении в камере роста моногермана (GeH_4) на Si-источнике. Температура роста слоев Si составляла $\sim 500\text{--}600^\circ\text{C}$, а слоев SiGe — $350\text{--}500^\circ\text{C}$. Легирование слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ атомами эрбия (Er) осуществлялось в процессе роста из кремниевого источника, легированного этой примесью [11].

Подготовка подложки сапфира ($1\bar{1}02$) является критичной для роста качественных слоев Si и SiGe. Перед ростом эпитаксиального слоя кремния подложку отжигали при $T_S = 1400^\circ\text{C}$ в течение 30 мин. Такая подготовка поверхности сапфировой подложки позволяет не только удалить с поверхности загрязнения, но и способствует формированию на ней ступеней атомной высоты, которые обеспечивают в дальнейшем послойный эпитаксиальный рост слоев Si. Буферные слои Si толщиной $50\text{--}100$ нм осаждали при $T_S = 570^\circ\text{C}$. Последующее осаждение слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ толщиной $300\text{--}1300$ нм с разным содержанием Ge ($x = 0.05\text{--}0.25$) проводилось при варьировании давления в камере роста от $9 \cdot 10^{-5}$ до $4 \cdot 10^{-4}$ Торр при напуске моногермана. В случае ГС со слоями SiGe:Er их рост завершался осаждением покровного слоя Si толщиной 0.1 мкм. Для сравнения характеристик ГС в отдельных случаях их растили на подложках Si (100) *n*-типа проводимости с $\rho = 4.5$ Ом·см.

Выращенные ГС исследовались методами электронографии, рентгеновской дифракции (РД), атомно-силовой микроскопии (АСМ) и фотолюминесценции (ФЛ) высокого разрешения.

Электронограммы исследуемых образцов снимались на электронографе ЭМР-102 при ускоряющем напряжении, равном 50 кВ, в режиме „на отражение“. Рентгеновские дифракционные спектры снимались на дифрактометре Bruker D8 Discover с фокусирующим зеркалом Гебеля и монохроматором $2\text{Ge}(220)$ на $\text{CuK}\alpha_1$ -излучении (оборудование Центра коллективного пользования „Физика и технология микро- и наноструктур“ ИФМ РАН). Морфологию поверхности слоев исследовали с использованием АСМ на приборе „Solver PRO-M“. Исследования спектров ФЛ проводились на фурье-спектрометре BOMEM DA3 с разрешением до 0.1 см $^{-1}$ в диапазоне волновых чисел от 5000 до $10\,000$ см $^{-1}$. В качестве источника возбуждения использовался Nd:YAG-лазер, излучающий на длине волны 532 нм, мощность излучения 200 мВт. Детектирование сигнала осуществлялось при помощи охлаждаемого жидким азотом германиевого фотодетектора модели EO-817A (Edinburgh Instruments). Люминесцентные измерения проводились при $T = 77$ К.

3. Результаты исследования и их обсуждение

3.1. Структурные свойства

На рис. 1 приведены электронограммы, снятые от поверхности слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ толщиной ~ 325 нм, которые осаждались на КНС-подложках при напуске GeH_4 до давления $P = 2 \cdot 10^{-4}$ Торр при разных температурах.

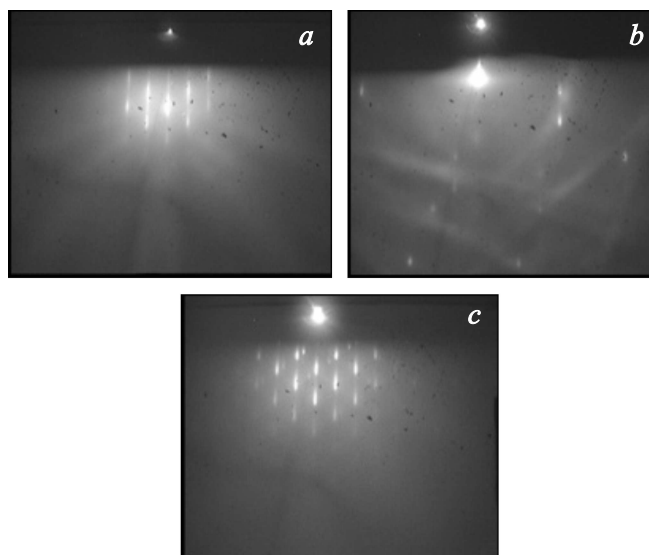


Рис. 1. Электронограммы, измеренные с поверхности слоев SiGe, выращенных на КНС-подложках при температуре T_S , °C: *a* — 360 , *b* — 390 , *c* — 410 . Давление моногермана $P_{\text{GeH}_4} = 2 \cdot 10^{-4}$ Торр.

Содержание Ge (x) в слоях при этом давлении составляло ~ 0.15 . Видно, что слои, выращенные при $T_S = 360$ и 410°C , имеют структуру мозаичного монокристалла (рис. 1, *a, b*), а слои, выращенные при $T_S = 390^\circ\text{C}$, имеют более совершенную структуру: на электронограммах наблюдаются кичуи-линии (рис. 1, *b*). При более низких ($T_S < 360^\circ\text{C}$) и при более высоких ($T_S \geq 500^\circ\text{C}$) температурах роста слои росли со структурой текстурированного поликристалла.

Исследование слоев методом РД подтвердило немонотонный характер зависимости их структурного совершенства от температуры роста. Наименьшее значение ширины кривой качания на полувысоте максимума интенсивности рентгеновского пика $\text{GeSi}(004)$, равное $\text{FWHM}_w = 16'$, наблюдалось для слоев SiGe, которые выращивались при $T_S = 400^\circ\text{C}$.

Немонотонный характер изменения структурного совершенства слоя $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$:Er от температуры роста можно объяснить следующим образом. Поскольку подвижность адатомов сильно зависит от температуры подложки при низких температурах роста из-за малой ее величины адатомам трудно занимать более энергетически выгодное положение на поверхности, поэтому слои растут со структурой поликристалла. С повышением температуры роста подвижность адатомов увеличивается и структура слоев улучшается. Однако при дальнейшем повышении температуры роста происходит, вероятно, смена послойного механизма роста на трехмерный, что ухудшает структурное совершенство слоев.

С целью выявления влияния толщины буферного слоя кремния на структуру слоев SiGe в работе был проведен следующий эксперимент. Перед осаждением буферного слоя подложку сапфира смещали относительно источника кремния так, чтобы он был расположен вблизи

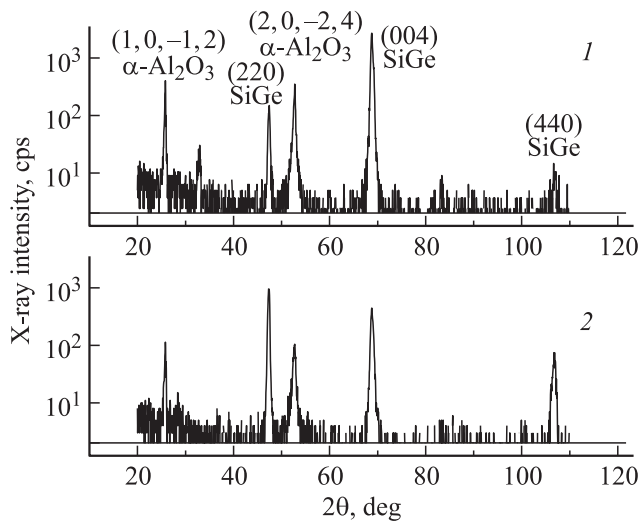


Рис. 2. Рентгеновские спектры (2θ - ω) сканирования структуры $\text{SiGe}/\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$ в областях с толщиной буферного слоя Si 100 нм (область 1, спектр 1) и 50 нм (область 2, спектр 2).

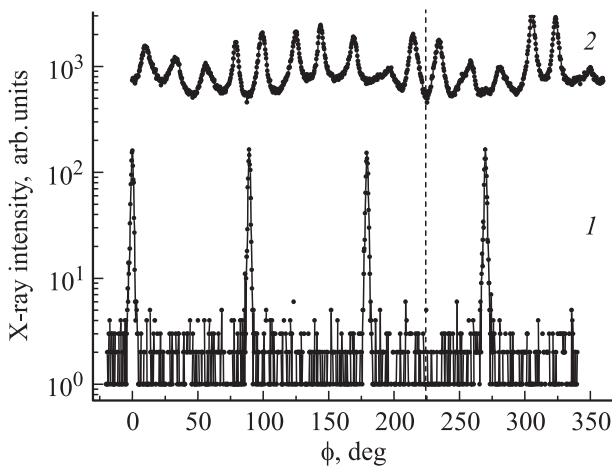


Рис. 3. Спектры ϕ -сканирования наклонных плоскостей: 1 — SiGe (224) для кристаллитов ориентации (001); 2 — SiGe (111) для кристаллитов (110). Пунктиром показано положение пика (00012) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ по углу ϕ .

одного края подложки. В результате при осаждении слоя кремния его толщина на одном краю сапфира составляла ~ 100 нм, а на другом ~ 50 нм. Затем центр подложки вновь совмещали с центром источника и осаждали слой SiGe при $T_S = 375^\circ\text{C}$.

По данным электронографии выращенный слой SiGe в обеих областях оставался монокристаллическим. По данным РД, в слоях SiGe присутствуют кристаллиты, ориентированные плоскостями (001) и (110) параллельно поверхности подложки. Об этом свидетельствуют спектры (2θ - ω) сканирования в симметричной геометрии (рис. 2). Кроме пиков подложки ($1\bar{1}02$) и (2204) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, регистрируются пики (220), (004) и (440) SiGe . Положение пиков кристаллитов отвечает содержанию Ge в слое $x \sim 0.15 \pm 0.03$ в случае релаксированного

слоя $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$. Ширина кривой качания на полувысоте максимума пика рентгеновской интенсивности (FWHM) (ω -сканирование) составила для $\text{SiGe}(004) \sim 25.2'$, для $\text{SiGe}(220) \sim 26.4'$. Ориентация кристаллитов в плоскости подложки проанализирована по спектрам ϕ -сканирования наклонных плоскостей: $\text{SiGe}(224)$ — для кристаллитов ориентации (001) и $\text{SiGe}(111)$ — для кристаллитов (110) (рис. 3). Видно, что кристаллиты (001) упорядочены как в монокристаллическом слое: пики идут через 90° , смещение от ϕ -положения пика (00012) $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ составляет 45° . Кристаллиты (110) дают на ϕ -скане в 8 раз больше пиков, чем должно быть для плоскостей (111) слоя (110), 16 пиков вместо 2. Это указывает на полидоменный характер компоненты $\text{SiGe}(110)$.

Наличие в слоях SiGe кристаллитов (110) в случае роста на тонком (~ 50 нм) буферном слое Si можно связать с низкой температурой роста последнего. Нами было установлено, что у тонких слоев Si , осажденных при низкой температуре на сапфире ($1\bar{1}02$), по данным РД, наблюдается ориентация (110). При увеличении толщины слоя она меняется на (100). Поэтому при осаждении на тонком Si буферном слое слоя твердого раствора SiGe в нем так же проявляется эта ориентация.

Некоторые расхождения в результатах исследований структурного совершенства методами электронографии и РД можно объяснить тем, что методом РД анализируется слой на всю глубину, а отражение электронов происходит от тонкого приповерхностного слоя.

Следует отметить, что морфология поверхности ГС $\text{SiGe}/\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ($1\bar{1}02$) достаточно гладкая: по данным АСМ, величина RMS для слоев с толщиной $d \approx 325$ нм составляла 1–2 нм.

3.2. Люминесцентные свойства структур $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x : \text{Er}/\text{Si}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ($1\bar{1}02$)

Исходя из полученных данных о зависимости структурного совершенства слоев SiGe на КНС-подложках от температуры роста в работе были выращены ГС со слоями $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x : \text{Er}$ при температуре подложки $T_S = 375^\circ\text{C}$. Для сравнения аналогичные ГС с близкими параметрами роста также были выращены на подложках Si (100). Для достижения интенсивного сигнала ФЛ толщина слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x : \text{Er}$ была увеличена до 1 мкм. Кроме того, в структурах дополнительно осаждался покровный слой кремния толщиной ~ 0.1 мкм. Толщина буферного слоя Si составляла 100 нм.

Типичный спектр ФЛ ГС $\text{Si}/\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x : \text{Er}/\text{Si}$, выращенной на подложке сапфира при $T_S = 375^\circ\text{C}$, приведен на рис. 4 (кривая 1). Выращенная структура характеризуется интенсивным сигналом ФЛ, обусловленным присутствием в слое $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ примеси Er . В люминесцентном отклике структуры наблюдается характерная „тонкая структура“ линий ФЛ, соответствующая внутриатомным переходам в $4f$ оболочке иона Er^{3+} . В наблюдаемом спектре ФЛ можно выделить серии линий оптически активных центров иона Er^{3+} низкой симметрии, в частности, кислород- и германийсодержащих центров иона

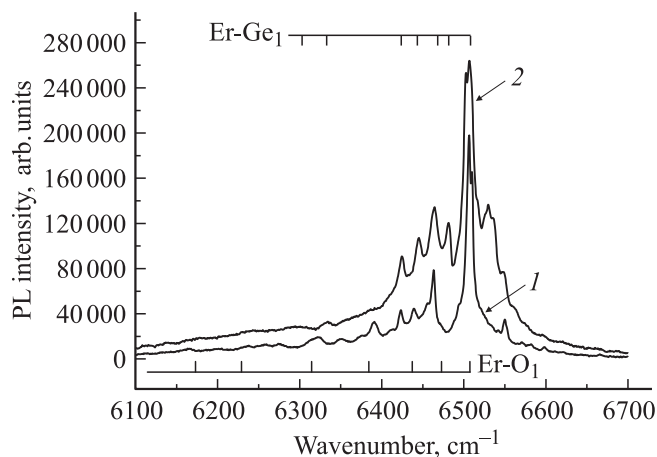


Рис. 4. Спектры фотолюминесценции гетероструктур со слоями $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x:\text{Er}$, выращенных на КНС подложке (спектр 1) и подложке Si (100) (спектр 2). В нижней и верхней частях рисунка схематически показано положение линий ФЛ оптически активных центров иона Er^{3+} — центров Er-O_1 и Er-Ge_1 , являющихся соответственно кислород- и германийсодержащими центрами редкоземельного иона [12].

Er^{3+} (см. рис. 4), формирование которых типично для слоев $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x:\text{Er}$, выращенных на кремниевых подложках [12]. Как видно из рисунка, сигналы ФЛ ГС, выращенных при одинаковых условиях на подложках сапфира и Si (100), сравнимы по интенсивности.

4. Заключение

Таким образом, в представленной работе показано, что метод МПЭ с сублимационным источником кремния и газовым источником германия позволяет выращивать при температурах подложки $T_S = 375\text{--}400^\circ\text{C}$ в едином технологическом цикле ГС $\text{SiGe/Si/Al}_2\text{O}_3$ ($1\bar{1}02$), достаточно совершенные по своей структуре. Выращиваемые слои SiGe имеют преимущественную ориентацию SiGe (100) при толщинах буферного слоя Si $d \geq 100$ нм, а при более тонких — ориентацию (110). ГС со слоями SiGe:Er характеризуются интенсивной фотолюминесценцией на длине волны 1.54 мкм, сравнимой по интенсивности и характеру спектра с люминесцентным откликом ГС, выращенных в близких условиях на подложках Si(100).

Авторы выражают благодарность Е.А. Питиримовой за исследование структурного совершенства слоев методом электронографии.

Работа выполнена при поддержке проекта ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2013 годы (грант № 14.В37.21.0337) и при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации, соглашение 8735.

Список литературы

- [1] K. Ismail. IEDM Techn. Digest., 509 (1995).
- [2] U. König, M. Glück, G. Höck. J. Vac. Sci. Technol. B, **16**, 2609 (1998).
- [3] S.J. Koester, R. Hammond, J.O. Chu, P.M. Mooney, J.A. Ott, L. Perraud, K.A. Jenkins, C.S. Webster, I. Lagnado, P.R. de la Houssaye. IEEE Electron. Dev. Lett., **22** (2), 92 (2001).
- [4] P.M. Mooney, J.O. Chu, J.A. Ott. J. Electron. Mater., **29** (7), 921 (2000).
- [5] J. Stimmer, A. Reittinger, J.F. Nützel, G. Abstreiter, H. Holzbrecher, Ch. Buchal. Appl. Phys. Lett., **68**, 3290 (1996).
- [6] В.Г. Шенгуров, С.П. Светлов, В.Ю. Чалков, Г.А. Максимов, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, М.В. Степихова, Д.В. Шенгуров, L. Palmeshofer, H. Ellmer. ФТП, **35** (8), 954 (2001).
- [7] R.A. Soref, F. Namavar, J.P. Lorenzo. Optics Lett., **15**, 270 (1990).
- [8] F. Namavar, R.A. Soref. J. Appl. Phys., **70**, 3370 (1991).
- [9] M.V. Stepikhova, L.V. Krasil'nikova, Z.F. Krasil'nik, V.G. Shengurov, V.Yu. Chalkov, S.P. Svetlov, D.M. Zhigunov, V.Yu. Timoshenko, P.K. Kashkarov. J. Cryst. Growth, **288**, 65 (2006).
- [10] М.В. Степихова, Д.М. Жигунов, В.Г. Шенгуров, В.Ю. Тимошенко, Л.В. Красильникова, В.Ю. Чалков, С.П. Светлов, О.А. Шальгина, П.К. Кашкаров, З.Ф. Красильник. Письма ЖЭТФ, **81**, 614 (2005).
- [11] С.П. Светлов, В.Г. Шенгуров, В.Ю. Чалков, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, Ю.Н. Дроздов. Изв. РАН. Сер. физ., **65** (2), 204 (2001).
- [12] Л.В. Красильникова, М.В. Степихова, Н.А. Байдакова, Ю.Н. Дроздов, З.Ф. Красильник, В.Ю. Чалков, В.Г. Шенгуров. ФТП, **43** (7), 909 (2009).

Редактор Т.А. Полянская

$\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ heterostructures on silicon-on-sapphire substrates, grown by molecular-beam epitaxy

S.A. Denisov^{*†}, S.A. Matveev^{*}, V.Yu. Chalkov^{*}, V.G. Shengurov^{*†}, Yu.N. Drozdov⁺, M.V. Stepikhova⁺, D.V. Shengurov⁺, Z.F. Krasilnik⁺

^{*} Physico-Technical Research Institute of N.I. Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, 603950 Nizhny Novgorod, Russia
[†] Institute for Physics of microstructures, Russian Academy of Sciences, GSP-105, 603950 Nizhny Novgorod, Russia

Abstract Growth of heterostructures with $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ layers on sapphire ($1\bar{1}02$) wafers is demonstrated by use of the molecular-beam epitaxy with sublimation source of silicon and gas source of germanium. Systematic studies of the effects of substrate temperature and thickness of the buffer Si layer show that the successful growth of epitaxial $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ films was at $T_S = 375\text{--}400^\circ\text{C}$. Grown layers have a preferred orientation (100) at the thickness of the Si buffer layer $d \geq 100$ nm, and with less thickness — (110). Heterostructures with thick ($\sim 1\mu\text{m}$) SiGe:Er layers are characterized by intense photoluminescence signal in the wavelength range 1.54 μm .