

# Светоизлучающие структуры Si:Er, полученные методом молекулярно-лучевой эпитаксии: влияние условий эпитаксиального роста на концентрацию примесей и фотолюминесценцию

© Н.А. Соболев, Д.В. Денисов, А.М. Емельянов, Е.И. Шек, Б.Я. Бер, А.П. Коварский, В.И. Сахаров, И.Т. Серенков, В.М. Устинов, Г.Э. Цырлин, Т.В. Котерева\*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Институт химии высокочистых веществ Российской академии наук, 603600 Нижний Новгород, Россия

E-mail: nick@sobolev.ioffe.rssi.ru

Исследована технология и свойства светоизлучающих структур на основе легированных эрбием в процессе молекулярно-лучевого эпитаксиального роста слоев кремния. В процессе эпитаксии на подложках, изготовленных из выращенного методом Чохральского кремния, происходит легирование растущего слоя примесями кислорода и углерода. Это позволяет упростить процесс легирования слоя Si:Er примесями-активаторами люминесценции, исключив встраивание в ростовую камеру специального капилляра для введения их из газовой фазы. В фотолюминесцентных спектрах всех исследуемых слоев при 78 К доминирует Er-содержащий центр с длиной волны в максимуме излучения  $1.542 \mu\text{m}$ . Зависимости интенсивности этой линии в исследуемых интервалах температур подложки ( $400\text{--}700^\circ\text{C}$ ) и источника примеси эрбия ( $740\text{--}800^\circ\text{C}$ ) представляют собой кривые с максимумами. Наблюдавшиеся в спектрах ФЛ линии краевой люминесценции и *P*-линия главным образом возбуждаются в подложке. Измеренная методом обратного резерфордского рассеяния протонов концентрация атомов эрбия в выращенных при температуре подложки  $600^\circ\text{C}$  эпитаксиальных слоях характеризуется экспоненциальной зависимостью от температуры источника эрбия с энергией активации  $\sim 2.2 \text{ eV}$ .

Работа частично поддержана INTAS (грант N 2001-0194), Российским фондом фундаментальных исследований (гранты № 02-02-16374 и 04-02-16935) и Отделением физических наук РАН в рамках Научной программы „Новые материалы и структуры“.

## 1. Введение

Для создания светоизлучающих структур на основе монокристаллических слоев Si:Er широко используются методы ионной имплантации и молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [1]. Основное достоинство МЛЭ-технологии заключается в возможности прецизионного регулирования концентрационных профилей различных примесей. В то же время достаточно сложное оборудование, отличающееся различными конструктивными реализациями метода МЛЭ, приводит к ряду особенностей в свойствах светоизлучающих структур. Цель настоящей работы состоит в исследовании влияния условий эпитаксиального роста на концентрацию примесей в растущем МЛЭ-слое Si:Er и спектры фотолюминесценции (ФЛ) при низкой по сравнению с эрбием концентрации примесей кислорода и углерода.

## 2. Экспериментальные условия

МЛЭ-слои Si:Er выращивались на установке SUPRA-32 (RIBER). Для получения потока Si использовался электронно-лучевой испаритель с мишенью из выращенного методом бестигельной зонной плавки кремния *n*-типа проводимости (*n*-FZ-Si) с удельным сопротивлением  $\rho = 2 \Omega \cdot \text{cm}$ . Поток атомов редкоземельного элемента создавался с помощью

эффузионной ячейки, содержащей металлический Er. В качестве подложек применялись полированные пластины *n*-Cz-Si с (100) ориентацией поверхности и  $\rho = 4.5 \Omega \cdot \text{cm}$ . Эпитаксиальный рост проводился при постоянной температуре подложки в интервале  $T_{\text{Si}} = 400\text{--}700^\circ\text{C}$ , скорости осаждения  $0.26\text{--}0.70 \text{ \AA/s}$  и давлении остаточных газов в ростовой камере не выше  $8 \cdot 10^{-9}$  Торр. Для максимального выглаживания исходной поверхности предварительно выращивался тонкий ( $100\text{--}300 \text{ \AA}$ ) буферный слой нелегированного Si. Концентрация Er в МЛЭ-слое изменялась путем варьирования рабочей температуры источника эрбия ( $T_{\text{Er}}$ ) от  $740$  до  $800^\circ\text{C}$ . Анализ динамики картин дифракции быстрых электронов на отражение показал, что при выбранных технологических условиях наблюдается двумерный характер роста слоев Si:Er. Толщина слоев достигала  $1.3 \mu\text{m}$ . МЛЭ-слои имели *n*-тип проводимости.

Концентрации примесей кислорода в межузельном положении ( $O_i$ ) и углерода в узельном положении ( $C_s$ ) в пластине-источнике кремния для МЛЭ и пластине-подложке перед эпитаксиальным ростом определялись по максимуму поглощения линий 1107 и  $605 \text{ cm}^{-1}$  в спектрах ИК-поглощения, снятых с разрешением  $1 \text{ cm}^{-1}$  на Фурье-спектрометре IFS-113 Bruker с  $\text{Cd}_x\text{Hg}_{1-x}$ -Te-детектором в диапазоне  $500\text{--}1600 \text{ cm}^{-1}$  при комнатной температуре. Использовались калибровочные коэффициенты  $3.14 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  для кислоро-

да [2] и  $8.2 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  для углерода [3]. Оказалось, что  $[O_i] < 8 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$  и  $[C_s] < 5 \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  в FZ-Si и  $[O_i] = (1.1 \pm 0.3) \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  и  $[C_s] = (5 \pm 3) \cdot 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  в Cz-Si. Концентрационные профили примесей Er, C и O измерялись методом вторичной ионной масс-спектрометрии (SIMS) на установке Cameca IMF 4F. Обратное резерфордовское рассеяние (RBS) протонов с энергией 231 keV в случайном и каналирующем режимах использовалось для изучения структурного совершенства эпитаксиальных слоев и концентрации атомов Er. Измерение спектров ФЛ с разрешением 7 nm проводилось при температуре 78 K. ФЛ возбуждалась видимым излучением от галогенной лампы мощностью  $\sim 50 \text{ mW}$ , механически прерываемым с частотой 36 Hz. Излучение от образца собиралось линзой и после прохождения через монохроматор МДР-23 регистрировалось InGaAs-фотоприемником, работающим при 300 K.

### 3. Результаты и обсуждение

О высоком структурном качестве МЛЭ-слоев свидетельствуют данные RBS: относительный выход рассеяния протонов (отношение отсчетов в каналирующем и случайном режимах RBS-измерений для каналов за поверхностным пиком) находится на уровне значений в Si-монокристаллах. Зависимость измеренной RBS-методом концентрации атомов эрбия от температуры эффузионной ячейки в МЛЭ-слоях, выращенных при температуре подложки  $600^\circ\text{C}$ , приведена на рис. 1. Вычисленное значение энергии активации этой зависимости составило  $\sim 2.2 \text{ eV}$ . Близкое значение энергии наблюдалось в работе [4], в которой использовалась существенно более высокая ( $800\text{--}1200^\circ\text{C}$ ) температура эффузионной ячейки при МЛЭ-росте слоев Si:Er.

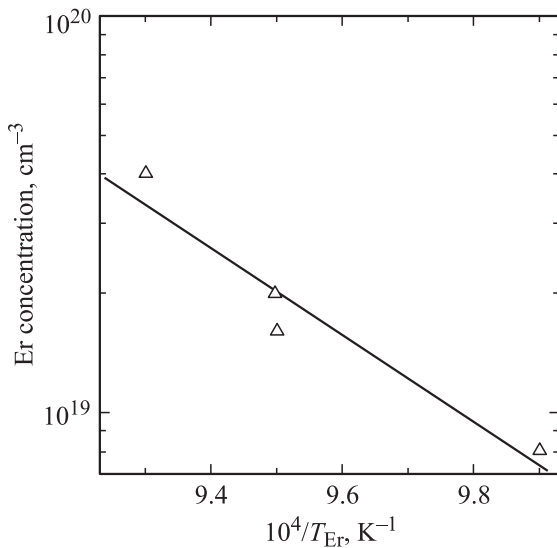


Рис. 1. Зависимость концентрации Er от температуры эффузионной ячейки.

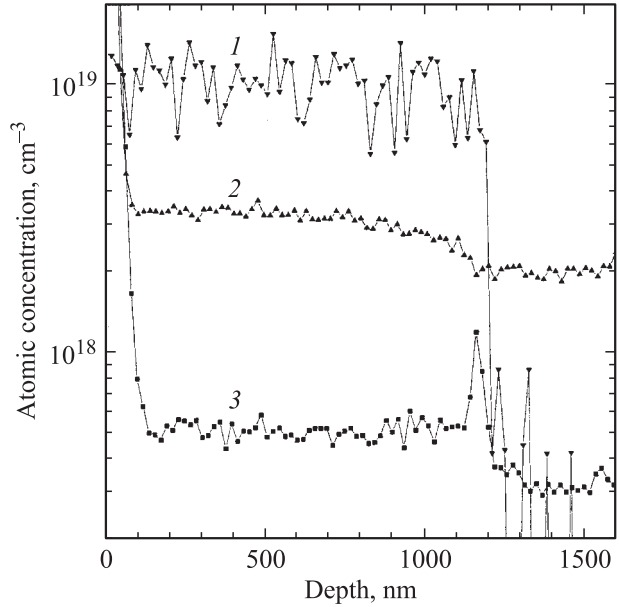
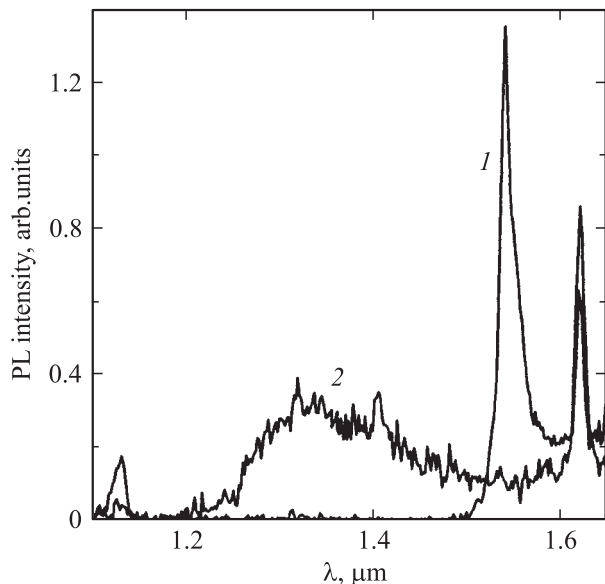


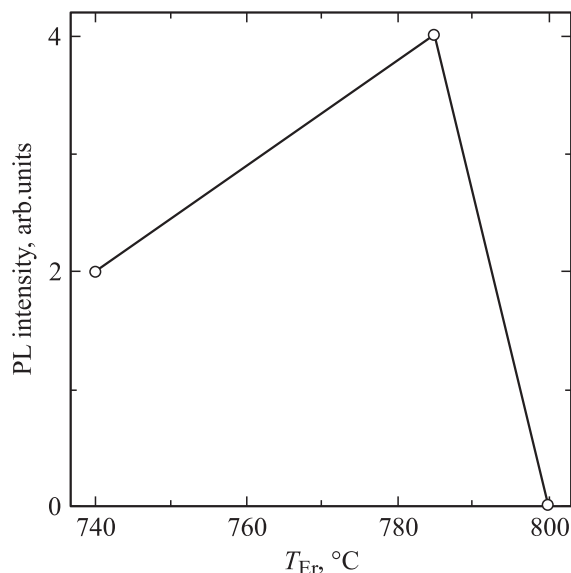
Рис. 2. SIMS-концентрационные профили примесей Er (1), O (2) и C (3).

На рис. 2 приведены измеренные методом SIMS концентрационные профили примесей Er, C и O для МЛЭ-образца № 167, выращенного при  $T_{Si} = 600^\circ\text{C}$  и  $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$ . Обращает на себя внимание тот факт, что концентрации примесей  $[O] \cong 2.0 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  и  $[C] \cong 3.0 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  в подложке несколько выше значений, используемых при производстве микроселектронных приборов. Не удивительно, что измеренные методами SIMS и ИК-поглощения концентрации примесей кислорода и углерода в подложках различаются, поскольку методом SIMS определяется полная концентрация примесей, а при ИК-поглощении — лишь концентрация примесей в межузельном ( $O_i$ ) или узельном ( $C_s$ ) положении в решетке кремния. Кислород и углерод могли попасть в эпитаксиальный слой как из газовой среды внутри ростовой камеры, так и из кремниевой подложки. Факторы, ответственные за увеличение в  $\sim 1.6$  раза концентрации этих примесей в эпитаксиальном слое Si:Er по сравнению с подложкой, предстоит выяснить.

На рис. 3 (кривая 1) приведен спектр ФЛ в МЛЭ-структуре Si:Er № 189, выращенной при  $T_{Si} = 600^\circ\text{C}$  и  $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$ . В спектре ФЛ доминируют три пика: пик с длиной волны в максимуме излучения  $\lambda_m \cong 1.542 \mu\text{m}$ , обусловленный излучательными переходами ионов  $\text{Er}^{3+}$  из первого возбужденного состояния  $^4I_{13/2}$  в основное состояние  $^4I_{15/2}$ ; пик при  $\lambda_m \cong 1.62 \mu\text{m}$  и пик краевой люминесценции с  $\lambda_m \cong 1.13 \mu\text{m}$ . В спектрах ФЛ всех наших МЛЭ-образцов максимальная интенсивность наблюдается для линий с  $\lambda_m = 1.542 \mu\text{m}$ . Аналогичные Er-содержащие спектры наблюдались в образцах, имплантированных ионами эрбия и углерода [5,6] или выращенных методом сублимационной МЛЭ [7]. Отметим, что в спектрах имплантированных ионами эрбия и кислорода образцов обычно наблю-



**Рис. 3.** Спектры ФЛ в МЛЭ-структуре Si:Er ( $T_{Si} = 600^\circ\text{C}$  и  $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$ ) (1) и в имплантационной Si:Ho-структуре (2).



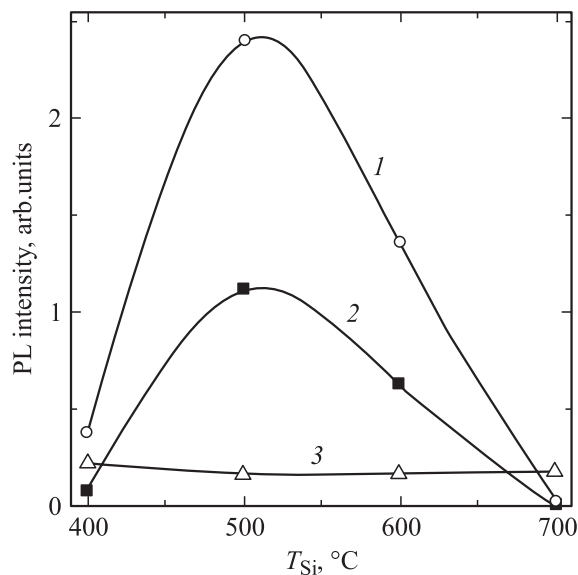
**Рис. 4.** Зависимость интенсивности ФЛ Er-содержащей линии от температуры источника эрбия при фиксированной  $T_{Si} = 600^\circ\text{C}$ .

даются Er–O-содержащие центры с  $\lambda_m = 1.537\ \mu\text{m}$  [1]. Приведенные выше данные SIMS-измерений являются дополнительным аргументом в пользу того, что в исследуемых МЛЭ-слоях образуются Er–C-содержащие оптически активные центры.

Зависимость интенсивности ФЛ Er-содержащей линии от температуры источника эрбия при фиксированной температуре подложки  $T_{Si} = 600^\circ\text{C}$  представлена на рис. 4. Интенсивность нарастает с увеличением концентрации редкоземельного элемента и достигает максимального значения при  $[\text{Er}] \sim 2 \cdot 10^{19}\ \text{cm}^{-3}$

( $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$ ). При дальнейшем увеличении концентрации эрбия в спектре ФЛ линий Er-содержащих центров и краевой люминесценции не наблюдается. В этих образцах методом просвечивающей электронной микроскопии выявлены дефекты очень необычной формы, природу которых предстоит установить. Интенсивность ФЛ Er-содержащего центра в МЛЭ-слоях сопоставима с интенсивностью Er–O-содержащего центра в имплантированных ионами Er и O образцах.

Зависимости интенсивностей ФЛ трех доминирующих линий в спектрах исследуемых образцов от температуры подложки при фиксированной температуре источника эрбия  $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$  показаны на рис. 5. Отсутствие зависимости интенсивности краевой ФЛ от температуры подложки в процессе эпитаксиального роста свидетельствует об одинаковом уровне возбуждения люминесценции в МЛЭ-слоях. Линия с  $\lambda_m \cong 1.62\ \mu\text{m}$ , получившая в литературе название P-линии (или линии 0.767 eV), принадлежит центру, содержащему углерод и кислород и образуемому после отжига кремния при температуре  $\sim 450^\circ\text{C}$  [8,9]. Наблюдаемая корреляция интенсивностей Er-содержащей и P-линий является дополнительным свидетельством в пользу того, что примесь углерода принимает непосредственное участие в образовании этих центров. P-линия нами ранее наблюдалась после имплантации в n-Cz-Si ионов гольмия с энергиями  $E = 2.0$  и  $1.6\ \text{MeV}$  и дозой  $D = 1 \cdot 10^{14}\ \text{cm}^{-2}$  и кислорода с  $E = 290$  и  $230\ \text{keV}$  и  $D = 1 \cdot 10^{15}\ \text{cm}^{-2}$  и последующего отжига в режиме  $620^\circ\text{C}/1\ \text{h}$  (кривая 2 на рис. 3). После удаления эпитаксиального слоя в структуре с интенсивными краевой, Er-содержащей и P-линиями ФЛ Er-содержащая линия не наблюдается, а интенсивности двух других линий практически не изменяются. Данное обстоятельство свидетельствует о том, что ФЛ этих двух линий главным образом возбуждается в подложке.



**Рис. 5.** Зависимости интенсивностей ФЛ линий с  $\lambda_m \cong 1.542$  (1),  $1.62$  (2) и  $1.13\ \mu\text{m}$  (3) от температуры подложки при фиксированной  $T_{Er} = 785^\circ\text{C}$ .

## 4. Заключение

Разработана технология получения светоизлучающих структур на основе легированных эрбием в процессе МЛЭ-роста слоев кремния и исследованы их свойства. Энергия активации зависимости концентрации атомов эрбия в эпитаксиальном слое от обратной температуры эффузионной ячейки, содержащей металлический Er, составляет  $\sim 2.2$  eV. Установлено, что в процессе МЛЭ-роста происходит легирование эпитаксиального слоя Si:Er примесями углерода и кислорода. Это, по-видимому, способствует формированию Er-содержащих оптически активных центров в процессе эпитаксиального роста слоя Si:Er. В спектрах ФЛ всех образцов доминирует Er-содержащий центр с длиной волны в максимуме излучения  $1.542 \mu\text{m}$ . Наблюдаемые в спектре ФЛ линии красной люминесценции и центра, содержащего примеси углерода и кислорода (*P*-линия), возбуждаются в подложке.

Авторы выражают благодарность В.И. Вдовину за проведение исследований структурных дефектов методом просвечивающей электронной микроскопии и Д.И. Крыжкову за обсуждение полученных результатов.

## Список литературы

- [1] Н.А. Соболев. ФТП **29**, 1153 (1995).
- [2] DIN 50 438. Pt 1 (1993).
- [3] ASTM F1391-92 (1992). P. 646.
- [4] H. Efeoglu, J.H. Evans, T.E. Jackman, B. Hamilton, D.C. Houghton, J.M. Langer, A.R. Peaker, D. Perovic, I. Poole, N. Ravel, P. Hemment, C.W. Chen. *Semicond. Sci. Technol.* **8**, 236 (1993).
- [5] J. Michel, J.L. Benton, R.F. Ferrante, D.C. Jacobson, D.J. Eaglesham, E.A. Fitzgerald, Y.-H. Xie, J.M. Poate, L.C. Kimerling. *J. Appl. Phys.* **70**, 5, 2672 (1991).
- [6] F. Priolo, S. Coffa, G. Franzo, C. Spinella, A. Carnera, B. Bellany. *J. Appl. Phys.* **74**, 8, 4936 (1993).
- [7] В.Г. Шенгуров, С.П. Светлов, В.Ю. Чалков, Е.А. Ускова, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, М.В. Степихова. *Изв. РАН Сер. физ.* **64**, 2, 353 (2000).
- [8] N.S. Minaev, A.V. Mudryi. *Phys. Stat. Sol. (a)* **68**, 561 (1981).
- [9] G. Davies. *Phys. Rep.* **176**, 176 (1989).