

Исследование пластической релаксации в слоях GeSi на подложках Si (001) и (115)

© Ю.Н. Дроздов*[¶], М.Н. Дроздов*, П.А. Юнин*⁺, Д.В. Юрасов*⁺, М.В. Шалеев*, А.В. Новиков*

* Институт физики микроструктур Российской академии наук,
603950 Нижний Новгород, Россия

⁺ Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,
603950 Нижний Новгород, Россия

(Получена 23 мая 2014 г. Принята к печати 15 июня 2014 г.)

Методами рентгеновской дифрактометрии и атомно-силовой микроскопии показано, что релаксация упругих напряжений в слоях GeSi происходит более эффективно на подложках (115)Si, чем на (001)Si. Сделано предположение, что это связано с преимущественной работой одной из плоскостей скольжения типа (111) на срезе (115). На атомно-силовом изображении поверхности GeSi/Si(115) видны однонаправленные линии скольжения в отличие от GeSi/Si(001), где присутствует сетка ортогональных линий и дефекты в местах их пересечения. В результате толстые слои GeSi на (115) имеют пониженную шероховатость поверхности. Описан метод расчета параметров релаксации слоя на подложке (115) по рентгенодифракционным данным.

1. Введение

Релаксированные буферные слои GeSi часто используются в качестве искусственных подложек для управления структурным совершенством и упругонапряженным состоянием выращенных на них рабочих слоев [1]. Основным свойством такой искусственной подложки является изменение периода кристаллической решетки в плоскости поверхности, которое происходит в результате пластической релаксации слоя. Релаксация обусловлена дефектами и представляет собой сложное физическое явление, исследование которого в настоящее время продолжается. Степень релаксации, шероховатость поверхности и плотность проникающих дислокаций зависят от многих факторов, в частности от ориентации среза подложки. Так, например, в работе [2] показано, что на подложке Si(001) + 6°C в эпитаксиальных слоях Ge образуется больше дислокаций и выше шероховатость поверхности, чем на точно ориентированной Si(001). В работе [3] исследовано влияние различных семейств дислокаций на релаксацию и разворот решетки слоя GeSi при отклонении среза подложки Si от (001).

Количественный анализ релаксации обычно проводится методом рентгеновской дифрактометрии (РД). Задача в ее общей постановке состоит в определении концентрации твердого раствора, тензора упругой деформации слоя, коэффициентов анизотропной релаксации слоя в гетеропереходе и углов взаимного разворота решеток слоя и подложки в результате пластической релаксации. Решение существенно усложняется в случае частично релаксированных эпитаксиальных слоев, нанесенных на подложку с несимметричным срезом, когда упругая деформация понижает симметрию слоя, а пластическая релаксация также является анизотропной и может приводить к разворотам решеток слоя и подложки. Методы РД анализа такого типа получили в последние годы

существенное развитие благодаря усилиям нескольких групп исследователей в применении к слоям гексагональных нитридов [4–8]. Гексагональная структура вюрцитоподобных нитридов, в отличие от кубической структуры алмазоподобных кристаллов, заметно усложняет анализ, однако достаточно простой способ описания деформации гексагонального слоя был предложен в [4] и использован в работах [5–7]. В работе [8] развит более общий подход, основанный на представлении гетерогранницы как решетки совпадающих узлов.

В настоящей работе проведено экспериментальное сравнение $Ge_{1-x}Si_x$ слоев, одинаковых по строению, но выращенных на подложках Si двух различных ориентаций (001) и (115).

2. Описание эксперимента

Два исследованных образца содержали по три слоя SiGe с $x(Ge) = 0.1, 0.3$ и 0.5 , толщиной 0.2 мкм каждый ($Si_{0.5}Ge_{0.5}/Si_{0.7}Ge_{0.3}/Si_{0.9}Ge_{0.1}/Si$). Слои выращены методом молекулярно-пучковой эпитаксии на установке Riber SIVA-21. Образец А — на подложке Si(115), образец В — на Si(001). Строение структур по глубине контролировано на вторично-ионном масс-спектрометре (ВИМС) TOFSIMS 5. Качество слоев сравнивали по параметрам: „релаксация“, „выглаживание“ и „выстраивание“. Релаксация измерялась методом рентгеновской дифрактометрии, эксперимент выполнен на дифрактометре Bruker D8 Discover. Морфологию поверхности, степень ее „выглаживания“ характеризовали среднеквадратичной шероховатостью поверхности в двух диапазонах пространственных частот: методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) NTEGRA Prima в поле 7×7 мкм, и методом оптической профилометрии (ОП) с помощью интерферометра белого света Talysurf CCI 2000 в поле 300×300 мкм. „Выстраивание“ микроструктуры слоя оценивалось по ширине рентгенодифракционной кривой качания слоя.

[¶] E-mail: drozdyu@ipmras.ru

3. Метод расчета параметров слоя на подложке (115) по рентгенодифракционным данным

Реализован алгоритм, имеющий несколько отличий от описанных в литературе [4–9]. Исходными данными служат угловые расстояния между пиками подложки и слоями $\Delta\theta$ и $\Delta\omega$. Алгоритм разделен на несколько этапов с целью повышения устойчивости решения: 1) восстановление тензора полной деформации слоя относительно подложки E_{ij} по значениям $\Delta\theta$; 2) восстановление разворотов решетки слоя относительно подложки по значениям $\Delta\omega$; 3) уточнение компонент дисторсии решетки слоя U_{ij} по значениям $\Delta\omega$; 4) определение концентрации твердого раствора исходя из условий механического равновесия системы; 5) вычисление тензора упругой деформации слоя, коэффициентов пластической релаксации в плоскости гетероперехода (R) и пластических разворотов (W).

Период решетки слоя $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ рассчитывали с учетом отклонения от закона Вегарда, а упругие модули — в приближении линейной зависимости от концентрации. Корректность процедуры измерений и обработки эксперимента была протестирована на псевдоморфном слое $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}(115)$ с малым x , для которого состояние решетки слоя целиком определяется условиями механического равновесия. Корректность определения концентрации $x(\text{Ge})$ подтверждалась также сравнением с данными ВИМС.

Устойчивость алгоритма к погрешностям и процесс переноса ошибок проанализированы путем моделирования. Один из результатов состоит в том, что учет сдвиговой компоненты деформации для слоя (115) слабо влияет на результирующую величину $x(\text{Ge})$, но сильно влияет на величину R , поэтому в данной задаче не применимо приближение диагонального тензора упругой деформации слоя. Отсутствие сдвиговых деформаций в системе координат гетероперехода — часто используемое приближение, когда слой считают деформированным с понижением симметрии лишь до тетрагональной или орторомбической. В этом случае тензор деформации — диагональный. Для практики это означает, что в задаче анализа степени релаксации слоев на несимметричных срезах не достаточно измерить брегговские углы двух отражений, а нужно как минимум три, поскольку в число неизвестных входит сдвиговая компонента. Полный набор включает 7 независимых неизвестных параметров, поэтому эксперимент приходится значительно расширять в сравнении с симметричным срезом. В случае образца А использовали 13 отражений и 3 схемы съемки каждого отражения — асимметричные скользящего падения и скользящего отражения, а также наклонно-симметричную.

4. Результаты и обсуждение

Данные ВИМС и РД подтвердили, что образцы А и В имеют примерно одинаковую толщину и состав слоев,

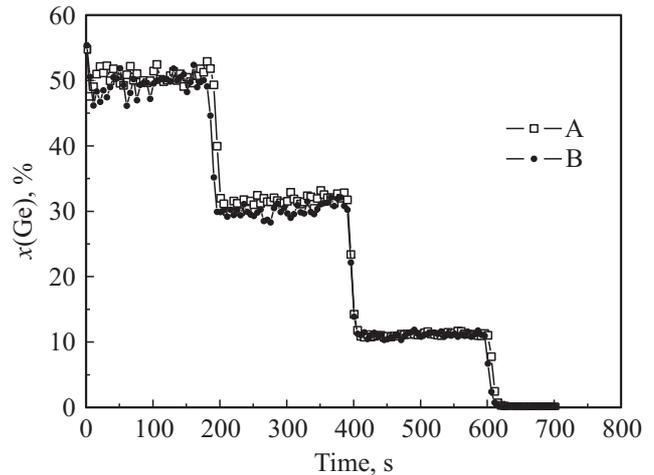


Рис. 1. Профили послойного анализа образцов А и В методом ВИМС. Приведена концентрация Ge в зависимости от времени травления.

различие в пределах 2%, профили ВИМС представлены на рис. 1. Однако рентгеновские данные (см. табл. 1) показали существенное различие в степени релаксации слоев, особенно между слоями № 1 образцов А и В.

Представленный в табл. 1 коэффициент R по своему определению меняется от $R = 0$ для слоя, согласованного по периоду решетки с нижележащим, до $R = 1$ для ненапряженного, полностью релаксированного слоя. Быстрая релаксация упругих напряжений предпочтительна, поскольку позволяет выращивать более тонкие буферные слои с тем же периодом решетки. Результаты РД говорят о том, что релаксация упругих напряжений происходит более эффективно на подложках (115). Это могло бы быть связано с преимущественной работой одной из плоскостей скольжения типа (111) при образовании дислокаций из-за увеличения для нее фактора Шмидта [1] на срезе (115), поскольку ее наклон к поверхности увеличился на 15.8° в сравнении с симметричным срезом (001). Скольжение дислокаций в одной плоскости снижает вероятность их пересечения, торможения и закрепления. Изображения АСМ дают некоторое подтверждение такому предположению (см. рис. 2), где поверхность А покрыта однонаправленными линиями скольжения, направленными вдоль $[\bar{1}10]$, в

Таблица 1. Концентрация твердого раствора $x(\text{Ge})$ и коэффициенты пластической релаксации относительно предыдущего слоя R для слоев по рентгеновским данным. Для слоя 3 приведена ширина кривой качания симметричного отражения на половине высоты пика, $\Delta\omega$

Образец	Подложка	Слой 1		Слой 2		Слой 3		$\Delta\omega$, град
		$x(\text{Ge})$, %	R	$x(\text{Ge})$, %	R	$x(\text{Ge})$, %	R	
А	Si(115)	9.5	0.40	31.2	0.91	49.0	0.78	0.39
В	Si(001)	9.1	0.09	29.7	0.75	48.9	0.56	0.43

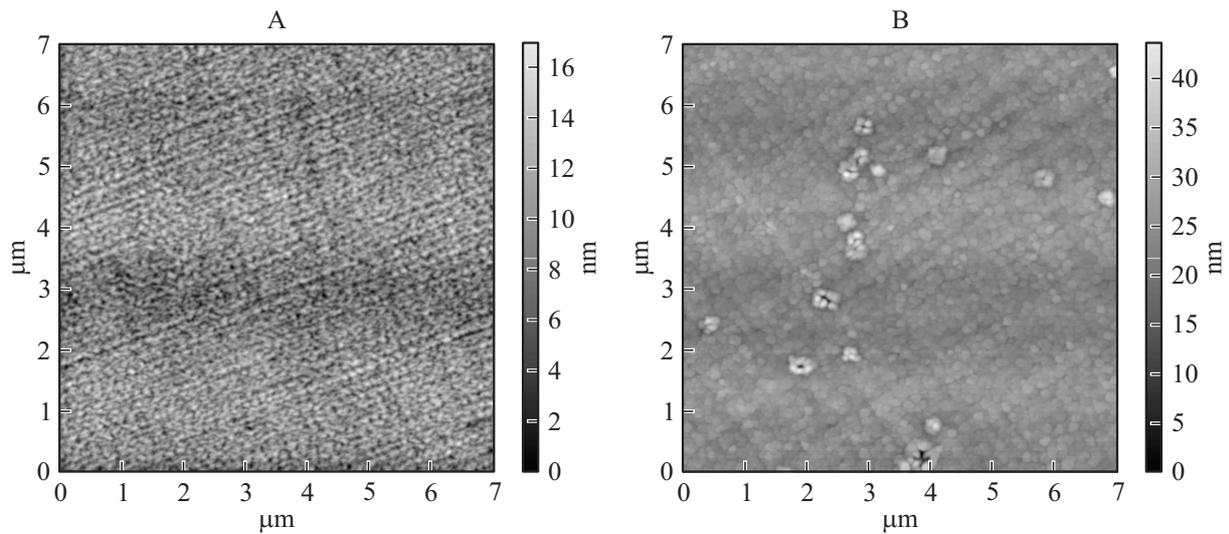


Рис. 2. АСМ изображения поверхности образцов А и В.

отличие от образца В, где видна сетка пересекающихся линий. В местах пересечения возникают крупные дефекты, которые не сильно влияют на среднюю шероховатость, но существенно увеличивают „размах“ высот на поверхности образца В, выращенного на подложке (001)Si (см. табл. 2). Данные оптической профилометрии подтверждают, что шероховатость поверхности образца А ниже, чем образца В. Величина S_q в ОП оказалась несколько ниже, чем в АСМ, что объясняется большим размером области усреднения, 1×1 мкм. Подобная наблюдаемой нами на образце А однонаправленная сетка линий скольжения наблюдалась, например, в работе [5], что объяснялось одной плоскостью скольжения, (0001). В случае гексагональных нитридов эта плоскость скольжения обусловлена самой структурой кристалла. Однако преимущественное скольжение в одной плоскости должно было бы приводить к сильной анизотропии релаксации в гетеропереходе и разворотам решетки слоя [3,5], чего по данным РД не наблюдалось. В табл. 3 показано, что степень релаксации и остаточные упругие напряжения по двум главным направлениям на плоскости (115) — $[5\bar{5}2]$ и $[\bar{1}10]$ не сильно различаются. Видимо, процесс дефектообразования протекает более сложно и не ограничен одной плоскостью скольжения.

Поверхность подложки (115) можно формально рассматривать как (001), отклоненную на 15.8° в сторону $[110]$. Тем не менее наши результаты существенно

Таблица 2. Среднеквадратичная шероховатость поверхности, S_q , по данным АСМ в поле 7×7 мкм и по данным ОП в поле 300×300 мкм. „Размах“ высот, $P-V$, по данным АСМ

Образец	S_q , нм		$P-V$, нм
	АСМ	ОП	
A(115)Si	1.7	0.9	14
B(001)Si	1.9	1.3	43

Таблица 3. Параметры слоев, определенные из рентгенодифракционного эксперимента для образца А: $R1$ и $R2$ — коэффициенты релаксации слоев в направлениях 1 — $[552]$, 2 — $[\bar{1}10]$ в плоскости границы с нижележащим слоем (для слоя А1 — с подложкой); $\sigma 1$ и $\sigma 2$ — упругие напряжения в слое по этим же направлениям; W_x , W_y и W_z — пластические развороты слоя относительно предыдущего вокруг кристаллографических осей x , y и z

Слой	$R1$	$R2$	$\sigma 1$ МПа	$\sigma 2$ МПа	W_x , град	W_y , град	W_z , град
A1	0.34	0.46	-39	-37	0.02	0.002	-0.05
A2	0.94	0.88	-19	-16	0.08	-0.01	-0.03
A3	0.73	0.84	-30	-27	0.03	0.02	0.02

Примечание. Вероятные погрешности, рассчитанные исходя из погрешностей измерений, составляют: $R1 \pm 0.03$, $R2 \pm 0.05$, $\sigma 1 \pm 2$ МПа, $\sigma 2 \pm 3$ МПа; $W_x, W_y \pm 0.01^\circ$, $W_z \pm 0.03^\circ$.

отличаются от [2,3], где исследован случай с 6° отклонением в ту же сторону. Результаты [2] говорят о снижении качества поверхности при одновременном накоплении упругих напряжений в слое. Возможно, что различия связаны со ступенчатым характером изменения концентрации Ge в наших слоях. При большом скачке рассогласования решеток на границе Ge/Si в [2] в процессе роста слоя первой достигается критическая толщина образования самоорганизованных островков [10], а не критическая толщина образования дислокаций несоответствия, после чего происходит рост островков и переход к трехмерному островковому росту. Это существенно изменяет характер протекания релаксационных процессов, регулярная сетка дислокационных линий в таких образцах обычно отсутствует. Сильный наклон решетки слоя, наблюдаемый в [3] на подложке Si(1,1,13), дает основания предположить, что 6° наклон среза к (001) создает вицинальную поверхность подложки, для которой характерен наклон решетки эпитаксиального

слоя как в псевдоморфном, так и в релаксированном состоянии. Поверхность подложки (115), наклоненная на 15.8° , ведет себя в этом отношении как сингулярная, но с другой кристаллографической ориентацией. Тем не менее, детали релаксационных процессов остаются не ясны.

Структурное совершенство, как и качество поверхности слоев, на (115) несколько выше, чем на (001), что видно из сравнения ширины кривых качания верхнего слоя, приведенной в табл. 1.

5. Заключение

Таким образом, эксперимент показывает, что релаксация упругих напряжений в слоях GeSi происходит более эффективно на подложках (115)Si, чем на (001)Si. Кроме того, толстые слои GeSi на (115) имеют пониженную дефектность поверхности, что важно при их использовании в качестве буферных слоев.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ 13-02-01006, 13-02-97077 и 14-02-31046 и частично поддержана Минобрнауки РФ, Соглашение № 02.В.49.21.003. Использовано оборудование Центра коллективного пользования „Физика и технология микро- и наноструктур“.

Список литературы

- [1] Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, С.И. Чикичев. УФН, **171** (7), 689 (2001).
- [2] K.H. Lee, Y.H. Tan, A. Jandl, E.A. Fitzgerald, C.S. Tan. J. Electron. Mater., **42** (6), 1133 (2013).
- [3] Е.М. Труханов. Поверхность РСНИ, № 1, 43 (2010).
- [4] A.E. Romanov, T.J. Baker, S. Nakamura, J.S. Speck. J. Appl. Phys., **100**, 023 522 (2006).
- [5] A.E. Romanov, E.C. Young, F. Wu, A. Tyagi, C.S. Gallinat, S. Nakamura, S.P. DenBaars, J.S. Speck. J. Appl. Phys., **109**, 103 522 (2011).
- [6] F. Oehler, M.E. Vickers, M.J. Kappers, R.A. Oliver. J. Appl. Phys., **114**, 053 520 (2013).
- [7] M. Krysko, J.Z. Domagala, R. Czernecki, M. Leszczynski. J. Appl. Phys., **114**, 113 512 (2013).
- [8] A. Zhylik, A. Benediktovitch, I. Feranchuk, K. Inaba, A. Mikhalychev, A. Ulyanenkov. J. Appl. Cryst., **46**, 919 (2013).
- [9] M. Frentrup, N. Hatui, T. Wernicke, J. Stellmach, A. Bhattacharya, M. Kneissl. J. Appl. Phys., **114**, 213 509 (2013).
- [10] Д.В. Юрасов, Ю.Н. Дроздов. ФТП, **42** (5), 579 (2008).

Редактор А.Н. Смирнов

Investigation of plastic relaxation in GeSi layers on Si(001) and Si(115) substrates

Yu.N. Drozdov, M.N. Drozdov, P.A. Yunin, D.V. Yurasov, M.A. Shaleev, A.V. Novikov

Institute for Physics of Microstructures,
Russian Academy of Sciences,
603950 Nizhny Novgorod, Russia

Abstract Both X-ray diffraction and atomic force microscopy techniques have shown that the relaxation of elastic stresses in the GeSi layers more efficiently runs on (115)Si, than on (001)Si substrates. Perhaps this is due to a preferred work of one of (111) slip planes on the (115) cut. AFM image of the GeSi/Si(115) surface clearly shows unidirectional slip lines unlike GeSi/Si(001), where an orthogonal grid of lines is visible as well as defects in places of their intersection. As a result, thick GeSi layers on a (115) substrate have the reduced surface roughness. A method for calculating the relaxation parameters of the layer on the (115) substrate by XRD data is discussed.