Фотолюминесценция в области 1.5 мкм механически обработанных слоев монокристаллического кремния

© Р.И. Баталов, Р.М. Баязитов[¶], Б.А. Андреев*, Д.И. Крыжков*, Е.И. Теруков+, В.Х. Кудоярова+

Казанский физико-технический институт Казанского научного центра Российской академии наук,

420029 Казань, Россия

* Институт физики микроструктур Российской академии наук,

603950 Нижний Новгород, Россия

⁺ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,

194021 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 17 июня 2003 г. Принята к печати 18 июня 2003 г.)

Исследована фотолюминесценция слоев монокристаллического кремния (100), подвергнутого механической обработке (шлифовка и полировка). Обнаружен интенсивный сигнал фотолюминесценции при 77 К с максимумом при 0.83 эВ (1.5 мкм) и шириной линии 50 мэВ, появляющийся в результате термического отжига кристалла (800°С). Обсуждаются возможные причины возникновения этого сигнала, связанные с декорированием дислокаций примесными атомами.

1. Введение

Вследствие непрямой запрещенной зоны (ширина запрещенной зоны $E_g = 1.1 \, \mathrm{sB})$ монокристаллический кремний (Si) является неэффективным излучателем света при комнатной температуре, что препятствует созданию оптоэлектронных приборов на его основе (светодиодов, лазеров) и их интеграции с существующими микроэлектронными приборами. В последние 10-15 лет интенсивные усилия исследователей направлены на создание новых светоизлучающих структур на основе Si, и данное направление исследований получило устойчивый термин — кремниевая оптоэлектроника. Наибольший интерес представляет создание эффективных излучателей на основе Si, работающих на длине волны 1.5 мкм, соответствующей области прозрачности Si и двуокиси кремния (SiO₂) и используемой в волоконно-оптических линиях связи. Основными подходами к созданию таких излучателей являются легирование Si ионами эрбия (Si:Er) [1,2], синтез прямозонного дисилицида железа $(\beta$ -FeSi₂) [3,4] и формирование дислокационных структур в Si, дающих ряд эмиссионных линий D1-D4, из которых линия D1 (~0.81 эВ) представляет особый интерес для оптоэлектроники [5,6].

Основными путями введения протяженных дефектных структур в Si, излучающих в области 1.5 мкм (линия D1), являются пластическая деформация кристалла Si [5,6], рост слоев SiGe на подложке Si [7,8], имплантация в Si тяжелых ионов с последующим отжигом [9,10], плавление поверхности Si лазерным излучением [11]. В [7,12,13] было показано, что для возникновения интенсивной фотолюминесценции (ФЛ) в области 1.5 мкм необходимым условием является декорирование дислокаций и дефектов упаковки атомами переходных и благородных металлов (Cu, Fe, Ni, Ag, Au, Pt), причем существует оптимальный уровень декорирования дефектов, ~ 10^{13} см⁻², при котором

сигнал ФЛ имеет максимальную интенсивность. При повышении уровня декорирования до 10^{15} см⁻² формируются металлические силицидные преципитаты (Cu₃Si, NiSi₂), которые полностью гасят эмиссию фотонов в области 1.5 мкм.

Эффект накопления металлических атомов на структурных дефектах в Si в процессе высокотемпературного отжига (геттерирование) широко используется в микроэлектронной технологии с целью удаления нежелательных металлических примесей из активных приборных областей, находящихся на лицевой стороне монокристалла Si, в неактивные области кристалла [14]. Для этого обратная сторона пластины Si подвергается механической обработке (шлифовка, полировка), после которой остается поврежденный слой толщиной до 10 мкм, содержащий большое число структурных нарушений, основными из которых являются дислокации [15-17]. К настоящему времени отсутствуют систематические данные об исследовании ФЛ поврежденного слоя Si, декорированного атомами металлов в процессе геттерирования, несмотря на то что данный объект в принципе может дать интенсивную ФЛ при невысоких уровнях декорирования дислокаций примесными атомами $(10^{12}-10^{14} \text{ см}^{-2})$, что может быть реализовано в процессе термического отжига.

В данной работе нами исследовалась ФЛ кремниевых пластин, подвергнутых стандартной механической обработке (шлифовка и полировка) с обратной стороны. В результате последующего термического отжига наблюдался интенсивный сигнал ФЛ с максимумом при 0.83 эВ (1.5 мкм), отличающийся по спектральному положению и форме от хорошо известной линии D1, обусловленной дислокациями.

2. Эксперимент

В работе использовались стандартные пластины монокристаллического кремния (фирма ЭЛМА, диаметр пластин 75 мм), выращенного по методу Чохральско-

[¶] E-mail: bayaz@kfti.knc.ru

го с содержанием кислорода 5 · 10¹⁷ см⁻³. Пластины толщиной 380 мкм и ориентацией (100) имели *п*-тип проводимости (легированы фосфором до концентрации $\sim 10^{15} \,\mathrm{cm}^{-3})$ и удельное сопротивление 4–5 Ом \cdot см. Обратная (нерабочая) сторона пластин была механически шлифована и полирована, тогда как лицевая (рабочая) сторона была дополнительно полирована химически до зеркального блеска с целью устранения поврежденного слоя. Термический отжиг (ТО) образцов площадью S = 1.0-1.5 см² проводился в кварцевой трубе в атмосфере азота при температуре 800°C в течение 20 мин. Кремниевые образцы загружались в печь при комнатной температуре. Скорости нагрева и охлаждения образцов составляли 30 и 50 град/мин соответственно. Спектры ФЛ исходных и термически отожженных образцов Si измерялись при температуре 77 К в ближней инфракрасной (ИК) области (1.0-1.7 мкм). Сигнал ФЛ возбуждался излучением аргонового лазера (линия 514.5 нм, мощность 300 мВт) и регистрировался фурье-спектрометром Вотет, оснащенным охлаждаемым германиевым p-i-n-фотодиодом, с той же стороны, на которую падало излучение лазера.

3. Результаты и обсуждение

Спектры ФЛ, снятые с обратной (механически шлифованной и полированной) стороны исходной пластины Si до TO (рис. 1, кривая *I*), не содержали каких-либо спектральных особенностей в области 0.75–1.2 эВ. Отсутствие пика в области 1.1 эВ (собственное излучение Si) объясняется сильным нарушением и механическими напряжениями слоев Si, гасящими излуча-



Рис. 1. Спектры фотолюминесценции при 77 К, снятые с обратной стороны пластины *n*-Si (100) в исходном состоянии (1), после термического отжига в режиме 800° C/20 мин (2), после термического отжига 800° C/20 мин и стравливания слоя толщиной 3 мкм (3).



Рис. 2. Спектры фотолюминесценции при 77 К, снятые с лицевой стороны пластины *n*-Si (100) в исходном состоянии (1) и после термического отжига в режиме 800° C/20 мин (2).

тельную рекомбинацию неравновесных электронно-дырочных пар. После ТО (800°С, 20 мин) спектр ФЛ, снятый с обратной стороны пластины, кардинально изменился (кривая 2). При этом наблюдалось появление интенсивной и симметричной по форме линии ФЛ с максимумом при 0.83 эВ (1.5 мкм) и шириной 50 мэВ и появление сигнала собственного излучения Si при 1.1 эВ с интенсивностью, почти в 7 раз меньшей. Появление краевой люминесценции Si свидетельствует о кристаллизации аморфных приповерхностных слоев Si толщиной до 100 нм [17], снятии механических напряжений и устранении различных точечных дефектов, введенных механической обработкой и являющихся эффективными центрами безызлучательной рекомбинации.

Для выяснения природы интенсивного сигнала ФЛ при 0.83 эВ проводилось стравливание слоя толщиной ~ 3 мкм с обратной стороны пластины Si в растворе плавиковой и азотной кислот (HF:NHO₃ = 1:4) с последующим измерением ФЛ при температуре 77 К (кривая 3). При этом наблюдалось сильное падение интенсивности сигнала при 0.83 эВ без значительного изменения его спектрального положения, а интенсивность собственного излучения Si увеличивалась, что свидетельствует об удалении наиболее поврежденного механической полировкой слоя.

В отличие от спектров с обратной стороны, спектры ФЛ, снятые с лицевой (химически полированной) стороны исходной пластины (рис. 2, кривая 1), показывают достаточно интенсивную краевую люминесценцию Si в области 1.1 эВ. После ТО (кривая 2) интенсивность краевой люминесценции Si возрастает и дополнительно появляется линия с максимумом при 0.83 эВ, однако ее интенсивность почти в 5 раз меньше интенсивности сигнала, снятого с обратной стороны. Существенно меньшая интенсивность сигнала ФЛ при 0.83 эВ, наблюдающаяся с лицевой стороны пластины, вероятно, обусловлена значительно меньшей плотностью дефектов обработки, оставшихся после дополнительной химической полировки лицевой поверхности пластины.

Обнаруженная в данной работе интенсивная полоса $\Phi Л$ при 0.83 эВ существенно отличается по своему спектральному положению от хорошо известной линии D1 (0.807–0.810 эВ), связанной с дислокациями в Si [5]. Проведенные нами эксперименты по травлению Si показывают, что оптически активный слой Si локализован на обратной стороне пластины на глубине до 5 мкм от поверхности и обусловлен дефектами, введенными механической обработкой, которые трансформировались в процессе высокотемпературного отжига. Укажем на возможные причины возникновения интенсивного сигнала $\Phi Л$ с обратной стороны пластины.

Известно, что поврежденный механической обработкой слой Si на обратной стороне пластины является стоком для быстро диффундирующих атомов переходных и благородных металлов (Cu, Ni, Fe, Au, Pt) в Si. Кроме того, известно, что поврежденный слой является геттерирующим центром и для межузельного кислорода в Si, который накапливается на структурных дефектах и образует окисные преципитаты SiO_x после длительного ТО [16]. Известно также, что зона ФЛ в области 0.83-0.84 эВ наблюдалась ранее как на дефектах упаковки (окислительных и эпитаксиальных), декорированных атомами золота (Au) [13], так и в Si, содержащем кислородные преципитаты [18]. Следует отметить, что зарождение и рост кислородных преципитатов происходит в процессе многостадийного (450-1050°С) и продолжительного (до 120ч) ТО, каковой в наших экспериментах не проводился. Наиболее вероятной причиной возникновения интенсивного сигнала ФЛ при 0.83 эВ может быть геттерирование дефектами механической обработки металлических примесей, изначально присутствующих в объеме монокристалла Si на уровне концентрации $< 10^{14}$ см⁻³. Работа по исследованию влияния остаточных примесей в кристалле Si на ФЛ в области 1.5 мкм проводится в настоящее время с применением методов релаксационной спектроскопии глубоких уровней (DLTS) и нейтронно-активационного анализа (NAA).

4. Заключение

Пластины монокристаллического кремния Si (100), подвергнутые стандартной механической обработке (шлифовка и полировка), были исследованы методом фотолюминесцентной спектроскопии при 77 К в ближней ИК области (1.0–1.7 мкм). После термического отжига (800° С, 20 мин) обнаружено появление интенсивного сигнала ФЛ в виде линии симметричной формы с максимумом при 0.83 эВ (1.5 мкм) и шириной 50 мэВ. Химическое удаление механически обработанного и термически отожженного слоя Si толщиной 3 мкм приводило к почти полной потере сигнала ФЛ. Предполагается, что причиной появления интенсивного сигнала ФЛ является декорирование дефектов полировки Si примесными атомами из объема монокристалла.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 02-02-16838) и программы Президиума РАН "Низкоразмерные квантовые структуры" (4В19).

Список литературы

- H. Ennen, K. Schneider, G. Pomrenke, A. Axmann. J. Appl. Phys. Lett., 43, 943 (1983).
- [2] H. Ennen, G. Pomrenke, A. Axmann, K. Eisele, W. Haydl, J. Schneider. Appl. Phys. Lett., 46, 381 (1985).
- [3] M.C. Bost, J.E. Mahan. J. Appl. Phys., 58, 2696 (1985).
- [4] D. Leong, M. Harry, K.J. Reeson, K.P. Homewood. Nature, 387, 686 (1997).
- [5] Н.А. Дроздов, А.А. Патрин. Письма ЖЭТФ, 23 (11), 651 (1976).
- [6] V.V. Kveder, E.A. Steinman, S.A. Shevchenko, H.G. Grimmeiss. Phys. Rev. B, 51, 10 520 (1995).
- [7] V. Higgs. Sol. St. Phenomena, **32-33**, 291 (1993).
- [8] E.A. Steinman, V.I. Vdovin, T.G. Yugova, V.S. Avrutin, N.F. Izyumskaya. Semicond. Sci. Technol., 14, 582 (1999).
- [9] M.G. Grimaldi, S. Coffa, C. Spinella, F. Marabelli, M. Galli, L. Miglio, V. Meregalli. J. Luminecs., 80, 467 (1999).
- [10] N.A. Sobolev, O.B. Gusev, E.I. Shek, V.I. Vdovin, T.G. Yugova, A.M. Emel'yanov. J. Luminecs., 80, 357 (1999).
- [11] E.O. Sveinbjornsson, J. Weber. Appl. Phys. Lett., 69, 2686 (1996).
- [12] V. Higgs, E.C. Lightowlers, G. Davies, F. Schaffler, E. Kasper. Semicond. Sci. Technol., 4, 593 (1989).
- [13] V. Higgs, M. Goulding, A. Brinklow, P. Kightley. Appl. Phys. Lett., 60, 1369 (1992).
- [14] A.A. Istratov, H. Hieslmair, E.R. Weber. Appl. Phys. A, 70, 489 (2000).
- [15] Я.А. Угай, И.В. Кириченко, К.Р. Курбанов. Изв. АН СССР, 8 (2), 209 (1972).
- [16] T.J. Magee, C. Leung, H. Kawayoshi, B.K. Furman, C.A. Evans. Appl. Phys. Lett., 38, 891 (1981).
- [17] J. Chen, I. De Wolf. Semicond. Sci. Technol., 18, 261 (2003).
- [18] S. Binetti, S. Pizzini, E. Leoni, R. Somaschini, A. Castaldini, A. Cavallini. J. Appl. Phys., 92, 2437 (2002).

Редактор Л.В. Шаронова

Photoluminescence in the range $1.5\,\mu$ m from the layers of single-crystalline silicon subjected to mechanical processing

R.I. Batalov, R.M. Bayazitov, B.A. Andreev*, D.I. Krizhkov*, E.I. Terukov+, V.Kh. Kudoyarova+

Kazan Physicotechnical Institute, Kazan Scientific Center, Russian Academy of Sciences, 420029 Kasan, Russia * Institute for Physics of Microstructures, 603950 Nizhny Novgorod, Russia + Ioffe Physicotechnical Institute, Russian Academy of Sciences, 194021 St. Petersburg, Russia

Abstract Photoluminescence from layers of single-crystalline silicon (100) subjected to mechanical processing (grinding and polishing) was investigated. Intense photoluminescence signal at 77 K with a peak maximum at 0.83 eV (1.5μ m) and full width at half maximum (FWHM) 50 meV was observed as a result of thermal annealing (800°C). Possible reasons for the appearance of this signal related to decoration of dislocations by impurity atoms are discussed.