

О зарождении дислокаций несоответствия с поверхности при выращивании пленок GeSi/Si(001) методом низкотемпературной (300–400°C) молекулярной эпитаксии

© Ю.Б. Болховитянов[¶], А.С. Дерябин, А.К. Гутаковский, М.А. Ревенко, Л.В. Соколов

Институт физики полупроводников Сибирского отделения Российской академии наук,
630090 Новосибирск, Россия

(Получена 29 июня 2005 г. Принята к печати 13 июля 2005 г.)

Методом низкотемпературной молекулярно-лучевой эпитаксии (300–400°C) выращены пленки Ge_xSi_{1-x}/Si(001) постоянного состава с $x = 0.19–0.32$, а также двухступенчатые гетероструктуры с долей Ge в верхней ступени до 0.41. С помощью просвечивающей электронной микроскопии показано, что основной причиной повышения плотности пронизывающих дислокаций с ростом доли Ge в пластически релаксированных пленках является зарождение дислокационных полупетель с поверхности, обусловленное в свою очередь образованием трехмерного рельефа на поверхности растущей или отжигаемой пленки.

PACS: 81.05.Cy, 81.15.Ni, 68.55.Ac, 68.55.Jk

1. Введение

Пластически релаксированные гетероструктуры GeSi/Si(001) со ступенчатым изменением доли Ge более 0.15, выращенные при температуре 550°C (назовем их классическими), имеют плотность пронизывающих дислокаций на уровне $10^8–10^9 \text{ см}^{-2}$ [1]. В то же время использование низкотемпературного (400–450°C) буферного слоя кремния (LT-Si), осаждаемого на подложку Si непосредственно перед ростом твердого раствора GeSi, позволяет выращивать релаксированные пленки Ge_xSi_{1-x} с низкой плотностью пронизывающих дислокаций ($10^5–10^6 \text{ см}^{-2}$) вплоть до доли Ge ступенчато изменяемых составов 0.3 [2–8]. Однако при $x > 0.3$ понижение температуры роста буферного и основного слоев не дает желаемого эффекта, и с ростом доли Ge выше 0.3 плотность понизывающих дислокаций возрастает [9,10], достигая тех же величин $10^8–10^9 \text{ см}^{-2}$. Причины ограниченного действия низкотемпературного буферного слоя Si в литературе до настоящего времени не обсуждались и невыясненными оставались следующие вопросы.

— Почему при $x \leq 0.30$ релаксированные пленки Ge_xSi_{1-x}/LT-Si/Si(001) имеют более низкую плотность пронизывающих дислокаций по сравнению с классическими?

— Почему плотность пронизывающих дислокаций возрастает при $x > 0.3$ даже при использовании низкотемпературных условий роста?

Ответ на первый вопрос был получен в наших предыдущих работах [9–11]. Было показано, что основными причинами уменьшения плотности пронизывающих дислокаций в выращенных при таких условиях гетероструктурах Ge_xSi_{1-x}/Si(001) с $x \leq 0.3$ является действие следующих двух факторов: а) уменьшение начальной плотности пронизывающих дислокаций и б) увеличение скорости их скольжения по сравнению со скоростью в классических гетеросистемах, выращиваемых при тем-

пературе 550°C без буферных слоев. Какой из этих двух факторов перестает работать в гетеросистемах с $x > 0.3$, исследовалось в настоящей работе.

Как известно [12], пластическая релаксация напряженной пленки начинается путем зарождения дислокационных полупетель, фрагменты которых, лежащие в границе раздела пленка-подложка, представляют собой дислокации несоответствия, а наклонные сегменты, выходящие на поверхность — пронизывающие дислокации. В рамках таких представлений начальная плотность пронизывающих дислокаций определяется плотностью дислокационных полупетель, т.е. плотностью источников генерации дислокаций несоответствия на начальных стадиях релаксации напряжений. Одним из наиболее часто декларируемых механизмов образования дислокаций несоответствия в гетеросистемах типа Ge_xSi_{1-x}/Si является зарождение дислокационных полупетель с поверхности растущей пленки. Такой механизм был предложен еще в 1975 г. Matthews [13] и затем регулярно воспроизводился в обзорах на эту тему (см., например, [12,14]). Однако в конце 80-х годов в ряде работ было показано, что на гладкой поверхности растущей пленки Ge_xSi_{1-x} при $x \leq 0.5$ зарождение таких полупетель маловероятно вследствие большой величины энергетического барьера, составляющего десятки и сотни эВ [15,16].

Энергетический запрет снимается, если предположить образование на растущей поверхности трехмерного (3D) рельефа, края элементов которого становятся концентраторами напряжений и соответственно местами зарождения дислокационных полупетель. Движущей силой формирования шероховатой поверхности напряженной пленки является понижение свободной энергии системы за счет уменьшения упругих деформаций в области вершин 3D рельефа [17], а механизм реализации — поверхностная миграция атомов. Было показано, что структурные дефекты действительно могут вводиться с поверхности по такому механизму [18], однако вводящиеся с поверхности дислокационные полупетли до сих пор экспериментально не были обнаружены. Наблюда-

[¶] E-mail: bolkhov@isp.nsc.ru

Таблица 1. Основные параметры роста пленок GeSi

Образец	Доля Ge, %	Толщина пленки, нм	Температура роста / отжига, °C	Степень релаксации, %
B9	19	100	400	6
E9	32	200	300	0
F9	22	100	350	0
F39	23	100	350	0
Z2	25	500	350 / 700*	85
D31	19 (1-й слой)	550	350 / 800*	88
	39 (2-й слой)	50	350	10
H25	20 (1-й слой)	550	350 / 700*	70–80
	41 (2-й слой)	500	550	75

Примечание. * Продолжительность отжига 1 ч.

лись только довольно сложные дефекты, находящиеся в углублениях грубо шероховатой поверхности пленок InGaAs/GaAs [19], а также гетероструктур GeSi/Si, отожженных при 800°C [20].

Таким образом, источники введения дислокаций несоответствия при пластической релаксации пленок GeSi в зависимости от их состава и условий роста по-прежнему находятся в стадии обсуждения. В настоящей работе анализируются эксперименты, демонстрирующие реальность введения дислокаций несоответствия с поверхности даже при низких температурах (~ 350°C) при росте и отжиге пленок GeSi с долей Ge, близкой к 0.25–0.3.

2. Детали эксперимента

Эпитаксиальные слои твердого раствора $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ выращивались в установке молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) „Катунь“, оснащенной электронно-лучевым испарителем для создания молекулярного потока Si и тигельным источником для испарения Ge. Температура роста низкотемпературного буферного слоя Si (LT-Si) и основной пленки GeSi составляла 300–400°C. Скорости роста составляли 0.07 нм/с для Si и 0.09 нм/с для GeSi. Пленки GeSi сразу после роста, будучи псевдоморфными, покрывались слоем Si толщиной 5 нм, так называемым *cap*-слоем. В случае роста двухступенчатых гетероструктур типа $\text{Ge}_y\text{Si}_{1-y}/\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}(001)$, $y > x$, первая ступень $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ после роста отжигалась в установке МЛЭ при температуре 700–800°C в течение 1 ч и затем закрывалась низкотемпературным буферным слоем $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ толщиной 50 нм.

Отжиг псевдоморфных образцов, извлеченных из установки МЛЭ, осуществлялся в специализированных установках в атмосфере аргона или водорода. Тип структурных дефектов и их пространственное распределение изучались просвечивающей электронной микроскопией (ПЭМ) на микроскопе JEM-4000EX. Состав слоев и степень релаксации механических напряжений определялись из рентгеновских кривых качения, записанных для отражений (004), (115), (224) и (113). В случае, если степень пластической релаксации была мала (< 1%), ее

величина определялась по среднему расстоянию между дислокациями несоответствия на ПЭМ-изображениях. Исследования микроморфологии ростовой поверхности проводились с использованием атомно-силовой микроскопии (АСМ) на микроскопе Solver P-47H, NT-MDT полуконтактным методом.

Основные параметры анализируемых пленок GeSi представлены в табл. 1.

3. Экспериментальные результаты

3.1. Внутренние гетерогенные источники

Как видно из табл. 1, толщина однослойных пленок B9, E9, F9, F39 существенно превышает критическую толщину для начала процесса пластической деформации, которая для $x = 0.2–0.3$ находится в пределах 10–8 нм [12]. Однако по данным рентгеновской дифрактометрии только в образце B9 процесс пластической деформации имел место при эпитаксии. В остальных отмеченных выше образцах степень пластической деформации после роста при температурах 300–350°C была равна нулю. (Однослойная пленка Z2 была выращена при температуре 350°C до толщины 500 нм и затем отожжена в вакууме при температуре 700°C с целью получения максимально возможной степени пластиче-

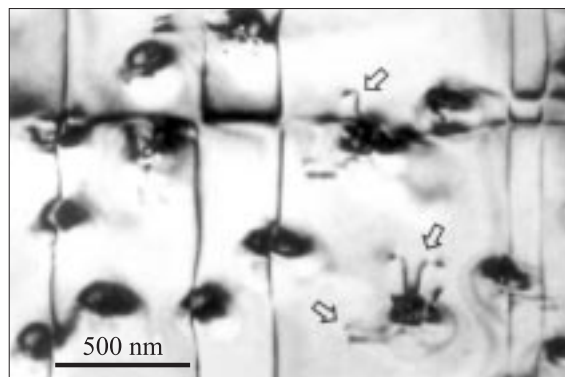


Рис. 1. ПЭМ-изображение фольги образца B9.

Таблица 2. Плотность пронизывающих дислокаций (ПД) и степень пластической релаксации в образцах гетероструктуры $\text{Ge}_{0.32}\text{Si}_{0.68}$ (Е9), отожженных при 350°C в аргоне или водороде

Время отжига, мин	0	10 (Ar)	20 (Ar)	30 (Ar)	30 (H_2)	90 (Ar)
Плотность ПД, см^{-2}	–	$1.1 \cdot 10^8$ *		$(4-8) \cdot 10^8$ *	$1 \cdot 10^8$ *	$2 \cdot 10^9$ **
Степень релаксации, %	0	1*	3***	9***	2*	12***

Примечание. * Определено из ПЭМ-изображений продольных срезов. ** Определено из ПЭМ-изображений поперечных срезов. *** Определено по рентгеновским кривым качания для отражения $\langle 224 \rangle$.

ской релаксации. Этот образец является характерным представителем первой ступени двухступенчатых гетероструктур, анализ структурных свойств которых будет приведен далее).

При исследовании структуры образца В9 с помощью ПЭМ была обнаружена сетка дислокаций несоответствия (рис. 1). Дифракционный анализ дислокаций показал, что они имеют вектора Бюргера типа $(a/2)\langle 110 \rangle$, лежащие в наклонных плоскостях (111) и $(\bar{1}\bar{1}1)$, пересекающихся по общему направлению $[\bar{1}10]$, которое совпадает с направлением залегания одного из ортогональных семейств дислокаций несоответствия. Помимо дислокаций несоответствия, на рис. 1 видны области с темным дифракционным контрастом. Изучение поперечных срезов аналогичных гетероструктур методом высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) показало [21], что эти области расположены на границе раздела подложка–высокотемпературный буферный слой Si и имеют форму дисков толщиной 5–10 нм и диаметром 50–100 нм. По данным ВРЭМ они являются когерентными или частично-когерентными кристаллическими включениями, искажающими вокруг себя кристаллическую решетку пленки, т.е. эти области являются концентраторами напряжений. Плотность их составляет $\sim 10^9 \text{ см}^{-2}$. Такие концентраторы напряжений являются внутренними источниками дислокаций несоответствия. На рис. 1 стрелками показаны зарождающиеся на этих концентраторах дислокации. Подробно модель генерации дислокаций несоответствия на внутренних источниках была рассмотрена нами ранее в работе [21]. Согласно приведенным экспериментальным данным внутренние источники генерации дислокаций несоответствия начинают работать уже в процессе роста даже при эпитаксии при пониженных температурах. Наличие внутренних гетерогенных источников дислокаций несоответствия в нашем случае было связано с остаточными загрязнениями поверхности подложки. Оптимизация процесса предэпитаксиальной подготовки позволила устранить внутренние источники генерации дислокаций несоответствия (образцы Е9, F9, F39). В результате пленки после роста были псевдоморфными (табл. 1).

3.2. Поверхностные источники

Современные методики очистки поверхности подложки кремния перед ростом позволяют существенно уменьшить концентрацию остаточных загрязне-

ний [22], а применение низкотемпературного буферного слоя Si — дополнительно снизить эффективность внутренних концентраторов напряжений [9]. Поэтому логично ожидать, что в процессе релаксации гетероэпитаксиальных напряжений основную роль будут играть поверхностные источники дислокаций несоответствия.

При выращивании пленок GeSi при 350°C и с долей Ge, близкой к 0,3, мы наблюдали значительное изменение картины дифракции быстрых электронов, отраженных от поверхности пленки, по достижению толщины 40–50 нм, свидетельствующее о переходе от двумерного к трехмерному механизму роста [9]. Появившийся трехмерный поверхностный рельеф может способствовать зарождению дислокаций [23]. Понижение температуры роста препятствует формированию 3D рельефа, однако, как будет видно из дальнейшего, зарождение дислокаций несоответствия в поверхностной области оказывается возможным даже при 350°C .

Работа поверхностных источников дислокаций несоответствия изучалась нами при отжиге гетеросистемы $\text{Ge}_{0.32}\text{Si}_{0.68}/\text{Si}(001)$ (образец Е9). Выращенная гетероструктура $\text{Ge}_{0.32}\text{Si}_{0.68}/\text{Si}(001)$ была разрезана на несколько отдельных образцов, после чего осуществлялся их отжиг в атмосфере аргона, а также водорода при температуре 350°C , что всего на 50°C превышает температуру роста.

В табл. 2 представлены характеристики образцов пленки Е9 в зависимости от времени их отжига, полученные как на основе рентгеновских измерений, так и по данным ПЭМ. На рентгеновской кривой качания не отожженной (as-grown) гетероструктуры угловое положение пика (224) соответствовало полностью когерентному состоянию упруго деформированной пленки, а вблизи пика наблюдались периодические осцилляции интенсивности, так называемые „thickness fringes“, являющиеся признаком высокого структурного совершенства объема пленки и границы раздела пленка–подложка. На АСМ-изображении такой поверхности ступени, характерные для релаксирующей пленки, не наблюдались. Следовательно, эта пленка после роста была псевдоморфной. На рентгеновской кривой качания образца, отожженного при 350°C в течение 10 мин, изменения в положении пиков не было обнаружено, однако осцилляции интенсивности вблизи пика исчезли, а сам пик уширился, что свидетельствует о начале пластической релаксации.

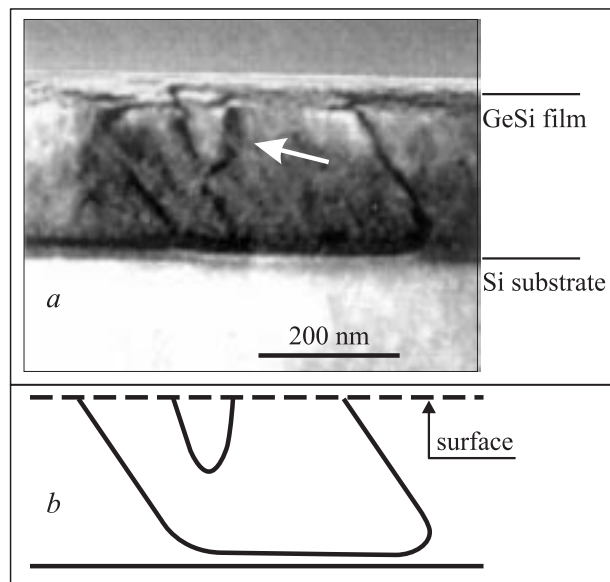


Рис. 2. ПЭМ-изображение поперечного среза образца E9 после его отжига при 350°C в течение 10 мин (*a*) и схематическое изображение дислокаций (*b*).

Анализ поперечных срезов методом ПЭМ позволил установить, что источники дислокаций несоответствия локализованы в приповерхностной области эпитаксиальной пленки. На рис. 2 представлены фрагмент изображения поперечного среза гетероструктуры GeSi/Si и соответствующая конфигурация дислокационных линий. На этом изображении видна дислокационная полупетля, распространяющаяся с поверхности в глубь пленки (отмечена стрелкой), а также полупетля, уже достигшая границы раздела и сформировавшая отрезок дислокации несоответствия. Более подробные ПЭМ-изображения поперечного и продольного срезов этого образца и их анализ приведены в [24].

После 10 мин отжига в Ar плотность поверхностных центров — источников дислокаций несоответствия в этом образце по данным ПЭМ была оценена как равная $(2-3) \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$. Как видно из табл. 2, при увеличении длительности отжига от 10 до 90 мин плотность пронизывающих дислокаций возрастает примерно на порядок величины, что свидетельствует о продолжающемся действии уже существующих центров зарождения и (или) появлении новых источников во время отжига.

Обращает на себя внимание факт уменьшения степени пластической релаксации, а также плотности понизывающих дислокаций в образце, отожженном в водороде, по сравнению с отжигом образца в аргоне при прочих равных условиях (см. табл. 2, отжиг в аргоне или водороде 30 мин). Известно, что водород, пассивируя поверхность, затормаживает поверхностную миграцию адатомов, которая при определенных условиях отжига может приводить к огрублению поверхности и формированию микрорельефа [25–27]. Обра-

зование микрорельефа в свою очередь способствует возникновению гетерогенных поверхностных центров для зарождения дислокаций. Поэтому логично ожидать, что в случае более гладкой поверхности темп генерации дислокаций в напряженной структуре будет меньше. Именно этот эффект наблюдается в нашем случае. Этот экспериментальный результат является дополнительным подтверждением влияния перестройки поверхностного рельефа на зарождение дислокационных полупетель.

Подавление развития 3D рельефа в процессе отжига напряженной пленки может быть также осуществлено за счет покрытия поверхности псевдоморфной пленки сразу после роста тонким слоем Si — так называемым *cap*-слоем. Основываясь на этом предположении, мы выполнили следующий сравнительный эксперимент. Были выращены две пленки близких составов ($x = 0.22-0.23$) и толщин ($h \sim 100 \text{ нм}$). Поверхность гетероструктуры F9 была оставлена свободной, в то время как гетероструктура F39 была закрыта пленкой Si толщиной 20 нм. Оба образца после роста были псевдоморфными, что подтверждается рентгеновскими исследованиями: степень пластической релаксации оценивается равной нулю, на кривых качания наблюдаются четко выраженные осцилляции („thickness fringes“) (рис. 3, *a, b*, верхние кривые). После отжига при 700°C в течение 10 мин образца F9 (без *cap*-слоя) пик от пленки уширился, а осцилляции на рентгеновской кривой качания исчезли (рис. 3, *a*, нижняя кривая), что свидетельствует о начале пластической релаксации. В то же время рентгеновские характеристики образца F39, отожженного в идентичных условиях, оставались неизменными (рис. 3, *b*, нижняя кривая).

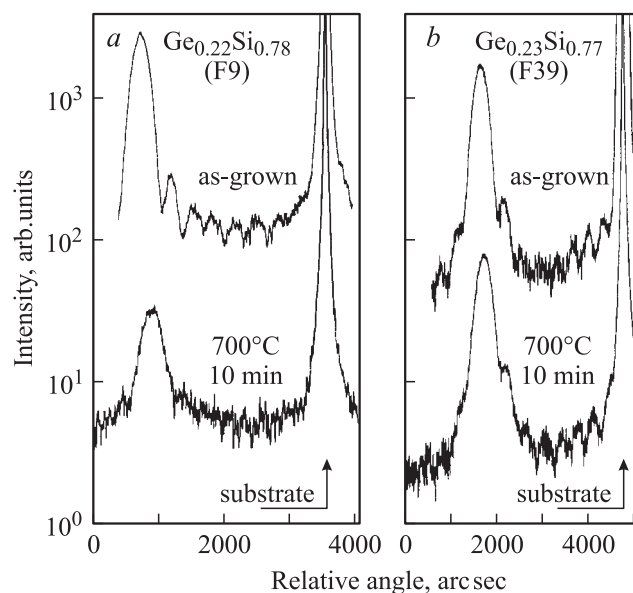


Рис. 3. Рентгеновские кривые качания (113) гетероструктур F9 (*a*) и F39 (*b*). Верхние кривые — свежевыращенные образцы, нижние — после отжига в аргоне при 700°C в течение 10 мин.

Таким образом, приведенные выше результаты исследований и их анализ показывают, что при росте и релаксации слоев $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}(001)$ с $x \approx (0.2-0.3)$ основной вклад в зарождение дислокаций несоответствия вносит поверхность растущего слоя, а именно переход от двумерного к трехмерному механизму роста (2D \rightarrow 3D) и образование поверхностных концентраторов напряжений.

3.3. Поверхность 1-го релаксированного слоя и ее влияние на рост последующих напряженных слоев

Одним из способов выращивания совершенных гетероструктур $\text{GeSi}/\text{Si}(001)$ с большим содержанием германия в приповерхностном слое является рост многослойной композиции со ступенчатым увеличением доли Ge в каждой последующей ступени. Так, например, в работе [5] показана возможность получения совершенных гетероструктур $\text{GeSi}/\text{Si}(001)$ в трехступенчатом варианте с долей Ge до 0.9 в верхней ступени. По данным разных авторов [2–7] (также и по нашим данным [10,21]), по крайней мере первая ступень GeSi с долей Ge до 0.3 может быть выращена с плотностью пронизывающих дислокаций, не превышающей 10^6 см^{-2} , если используется низкотемпературный буферный слой Si и (или) рост проводится при низких температурах.

Ранее нами было показано [10,28], что при низкотемпературном (350°C) выращивании гетероструктур $\text{GeSi}/\text{Si}(001)$ с двухступенчатым изменением доли Ge характер пластической релаксации 1-го и 2-го слоев существенно различается. Первый слой растет на практически бездислокационной подложке Si и при температурах роста $300-350^\circ\text{C}$ остается псевдоморфным до больших толщин (например, образец E9 из табл. 1). Перед ростом второй ступени первый слой должен быть отожжен при более высокой температуре для прохождения пластической релаксации. Второй слой с сопоставимым с первым возрастанием доли Ge, выращиваемый также при низкой температуре 350°C , начинает релаксировать практически сразу же после преодоления критической толщины. Так, например, образец D31 (табл. 1), ранее исследованный в нашей работе [28], имел толщину второго слоя всего 50 нм, а величина пластической релаксации этого слоя после роста при 350°C составила $\sim 10\%$. Предполагалось [28], что такое раннее начало и величина пластической релаксации 2-го слоя при 350°C могут быть объяснены наличием пронизывающих дислокаций плотностью $\sim 10^6 \text{ см}^{-2}$, переходящих из первого пластически релаксированного слоя. Однако после того, как нами была оценена скорость скольжения пронизывающих дислокаций в пленках GeSi при этой температуре, составившая не более 10^{-6} см/с [11] (хотя и превышающая на порядок скорости скольжения, прогнозируемые на основе экспериментальных данных, полученных на классических образцах, выращенных при 550°C), стало понятным, что наблюдаемая степень пластической релаксации 2-го слоя может быть достигнута только при

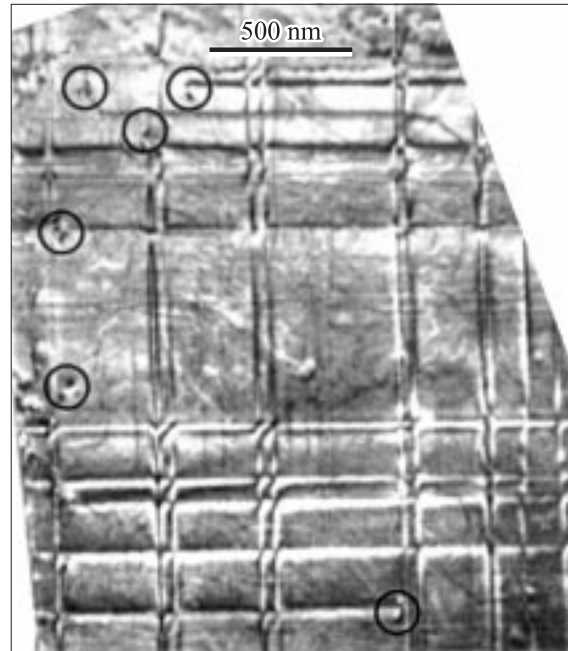


Рис. 4. ПЭМ-изображение фолги образца D31. Окружностями отмечены пронизывающие дислокации.

существенно более высокой плотности пронизывающих дислокаций. Плотность пронизывающих дислокаций в верхнем слое этого образца по данным ПЭМ составила $\sim 10^8 \text{ см}^{-2}$ (рис. 4). Прорастающие дислокации на рис. 4 отмечены окружностями. Помимо пронизывающих дислокаций на рис. 4 видны две дислокационные сетки, расположенные на различном расстоянии от ростовой поверхности (об этом свидетельствует различие контраста на изображениях дислокаций несоответствия). Плотность дислокаций несоответствия в этих сетках различается примерно на 2 порядка величины и соответствует степени релаксации $\sim 80\%$ в плотной сетке и менее 10% в редкой сетке. Отсюда следует, что плотная сетка дислокаций несоответствия расположена в гетерогранице $\text{Si}-\text{Ge}_{0.19}\text{Si}_{0.81}$, а редкая сетка дислокаций несоответствия — в гетерогранице $\text{Ge}_{0.19}\text{Si}_{0.81}-\text{Ge}_{0.39}\text{Si}_{0.61}$. Данные ПЭМ о плотности дислокаций несоответствия согласуются с данными рентгеновской дифрактометрии о степени пластической релаксации. Возникает вопрос — что является причиной зарождения дополнительного количества пронизывающих дислокаций на ранней стадии пластической релаксации второго слоя?

На основе данных о роли поверхностного рельефа в зарождении дислокаций несоответствия, приведенных в разд. 3.2, можно предложить следующее объяснение. Рост второго слоя происходит не на гладкой поверхности, какую имеет подложка Si, а на поверхности, имеющей ярко выраженную шероховатость в виде ступеней — следов от скольжения пронизывающих дислокаций, возникших при релаксации первого слоя. На рис. 5, а представлено АСМ-изображение поверхности образца Z2, релаксировавшего на 85% (табл. 1). Именно

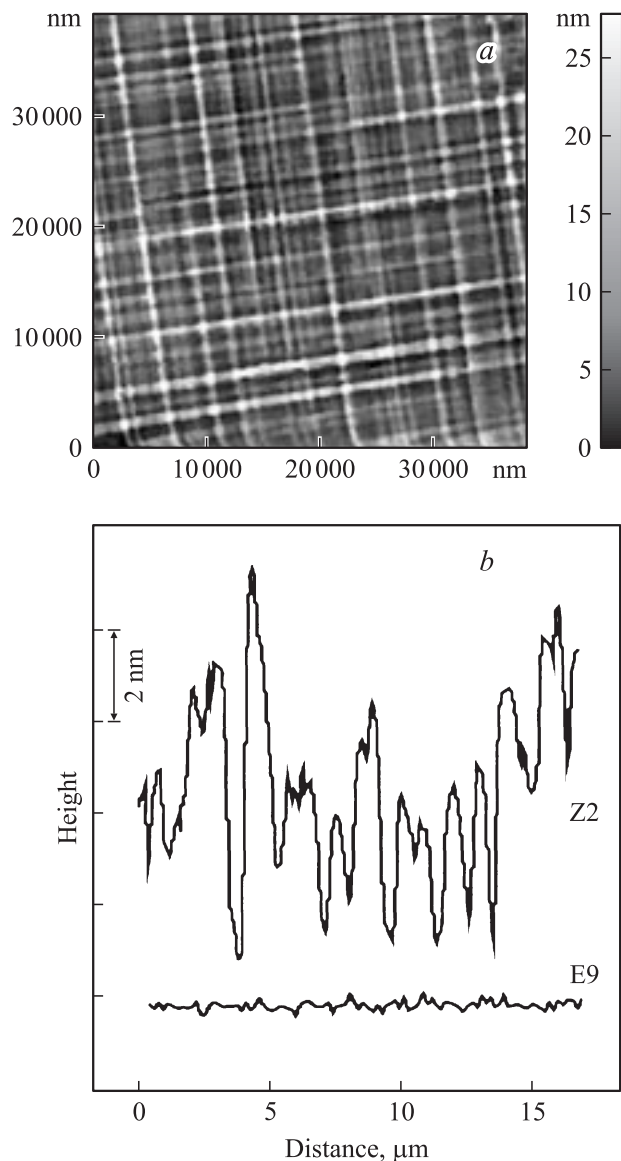


Рис. 5. *a* — АСМ-снимок поверхности пленки Z2; среднеквадратичная шероховатость 2.7 нм; величина пластической релаксации 85%. *b* — примеры профилей неровности поверхности релаксированного образца Z2 и псевдоморфного E9.

такие релаксированные пленки GeSi с содержанием германия 20–30% являются первой ступенью при выращивании гетероструктур со ступенчатым изменением состава [28]. Их поверхность представляет систему протяженных пересекающихся ступеней, так называемых „cross hatches“, и является характерной для релаксированных пленок с малой плотностью пронизывающих дислокаций (10^5 – 10^6 см $^{-2}$). Соответствующий профиль неровностей поверхности этого образца представлен на рис. 5, *b*. Видно, что при величине среднеквадратичной шероховатости поверхности 2.7 нм, определенной по площади 40×40 мкм, отдельные перепады высот достигают 8 нм. (В противоположность пластически релаксированному образцу Z2 псевдоморфная пленка E9 имеет

существенно более низкую шероховатость поверхности, и профиль рельефа ее поверхности в сопоставимом масштабе представлен также на рис. 5, *b*). Огрубление рельефа поверхности напряженной пленки в процессе ее пластической релаксации обусловлено скольжением пронизывающих дислокаций, каждая из которых оставляет на поверхности ступень высотой 0.28 нм [29]. При росте второго слоя шероховатая поверхность первого релаксированного слоя наследуется и, по-видимому, является источником дополнительного количества пронизывающих дислокаций, возникающих на самых ранних стадиях пластической релаксации второй ступени.

Пронизывающие дислокации плотностью $\sim (10^5$ – $10^6)$ см $^{-2}$, переходящие из первой ступени во вторую, образуют сетку дислокаций несоответствия в границе раздела со второй ступенью за счет их изгиба. Скорость скольжения пронизывающих дислокаций при температуре 350°C составляет не более 10^{-6} см/с [11], поэтому суммарное удлинение этих дислокаций несоответствия невелико и соответственно уменьшение упругих деформаций во второй ступени GeSi за счет скольжения этих дислокаций незначительно. Поэтому требуется непрерывная генерация новых дислокаций несоответствия с шероховатой поверхности второй ступени.

При температуре роста второй ступени 550°C скорость скольжения пронизывающих дислокаций составит уже более 10^{-3} см/с [11]. Соответственно дислокации несоответствия во второй границе раздела, появившиеся на самой начальной стадии пластической релаксации второй ступени, удлиняясь с большой скоростью, существенно снизят в растущей пленке величину остаточных упругих деформаций, что в свою очередь понизит скорость зарождения новых дислокаций несоответствия, либо полностью исключит их зарождение. Таким образом, быстрое уменьшение упругих деформаций в растущей пленке будет обеспечено большой скоростью удлинения существующих дислокаций несоответствия при малой их плотности. В результате конечная плот-

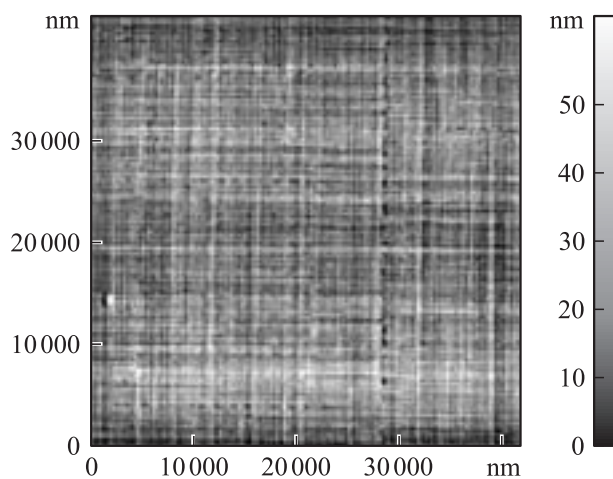


Рис. 6. АСМ-снимок поверхности двухслойной гетероструктуры H25. Среднеквадратичная шероховатость 4.0 нм.

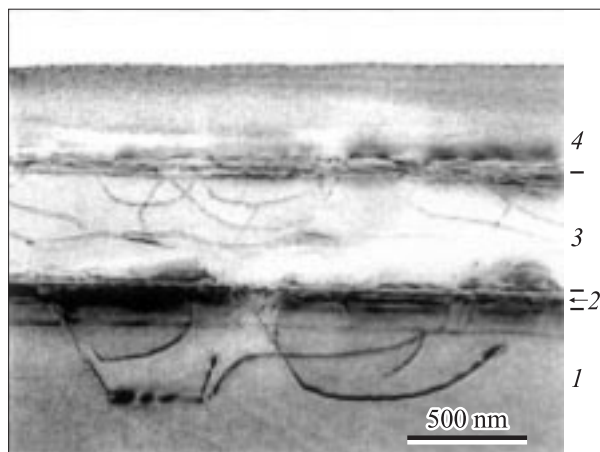


Рис. 7. ПЭМ-изображение поперечного среза образца H25. 1 — подложка Si (001), 2 — высоко- и низкотемпературный буферные слои Si, 3 — пленка $\text{Ge}_{0.2}\text{Si}_{0.8}$, 4 — пленка $\text{Ge}_{0.41}\text{Si}_{0.59}$.

ность пронизывающих дислокаций в релаксированной двухступенчатой гетероструктуре должна уменьшиться по сравнению с ростом второй ступени при температуре 350°C . На рис. 6 приведена картина поверхности гетероструктуры H25, вторая ступень которой выращена при температуре 550°C (табл. 1). Так же, как и для однослойной пленки (рис. 5, а), наблюдается система длинных пересекающихся полос, более плотная, чем на рис. 5, а, вследствие большей доли Ge в верхней релаксированной ступени.

На рис. 7 приведен поперечный срез того же образца. Пронизывающие дислокации в верхней релаксированной ступени не наблюдаются. Видны следы дислокаций в подложке, являющиеся характерным признаком действия механизма MRF (модифицированный механизм Франка–Рида [30]). По утверждению авторов работы [30] инжекция дислокаций в подложку может быть принята как признак мультипликации дислокаций несоответствия с помощью этого механизма и напрямую коррелирует с низкой плотностью дефектов в релаксированной пленке.

Вторая ступень гетероструктуры растет на первой релаксированной ступени как на подложке, и из рис. 7 видно, что и в первой ступени наблюдаются аналогичные следы работы механизма MRF. На основе анализа нескольких снимков поперечного среза данного образца плотность пронизывающих дислокаций в верхнем слое была оценена как не превышающая $3 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$.

Таким образом, если при низкотемпературном ($300\text{--}350^\circ\text{C}$) выращивании пленок GeSi с долей Ge около 0.25 на подложке Si удается вырастить псевдоморфные пленки, по толщине существенно превышающие критическую, то вторая ступень GeSi, выращиваемая при тех же температурах на пластически релаксированной первой ступени, начинает пластически релаксировать практически сразу после превышения критической толщины, что, по нашему мнению, обусловлено шероховатой поверхностью первой ступени и соответственно

облегченным зарождением новых дислокаций несоответствия на неровностях поверхности растущей второй пленки GeSi.

4. Заключение

При пластической релаксации напряженной пленки GeSi можно выделить две группы источников зарождения дислокаций несоответствия: внутренние, связанные в основном с загрязнениями подложки Si, и поверхностные, возникающие при огрублении поверхностного рельефа пленки. Количество первых может быть существенно уменьшено использованием известных к настоящему времени методик предэпитаксиальной обработки поверхности подложки Si, а также наращиванием буферных слоев Si. Развитие 3D рельефа поверхности, происходящее как в процессе роста, так и при отжиге напряженной пленки, является следствием действия фундаментальных механизмов: упругой релаксации напряжений за счет появления шероховатостей на поверхности напряженной пленки, а также образования ступеней из-за пересечения поверхности пронизывающими дислокациями в процессе пластической релаксации напряженной гетероструктуры. В данной работе показано, что при росте и релаксации слоев $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}(001)$ с $x \approx (0.2\text{--}0.3)$ основной вклад в зарождение дислокаций несоответствия вносит поверхность растущего слоя, а именно переход от двумерного к трехмерному механизму роста ($2\text{D} \rightarrow 3\text{D}$). По-видимому, именно возникновение 3D рельефа на поверхности растущей пленки, являющегося причиной появления концентраторов напряжений — источников дислокаций несоответствия, ограничивает выращивание пленок GeSi, релаксирующих с приемлемой плотностью пронизывающих дислокаций, величинами доли Ge, не превышающими 0.3. Для дальнейшего улучшения структуры пленок GeSi со ступенчатым увеличением доли Ge необходимо вводить в процесс их получения факторы, пассивирующие переход $2\text{D} \rightarrow 3\text{D}$ рельефа растущей поверхности. К таким факторам можно отнести сурфактанты — сурьму и атомарный водород.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант № 03-02-16085), а также грантом президента РФ № 00-15-96806.

Список литературы

- [1] Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, Л.В. Соколов, С.И. Чикичев. ФТП, **37**, 513 (2003).
- [2] H. Chen, L.W. Guo, Q. Cui, Q. Hu, Q. Huang, M. Zhou. J. Appl. Phys., **79**, 1167 (1996).
- [3] K.K. Linder, F.C. Zhang, J.-S. Rieh, P. Bhattacharya, D. Houghton. Appl. Phys. Lett., **70**, 3224 (1997).
- [4] J.H. Li, C.S. Peng, Y. Wu, D.Y. Dai, J.M. Zhou, Z.H. Mai. Appl. Phys. Lett., **71**, 3132 (1997).

- [5] C.S. Peng, Z.Y. Zhao, H. Chen, J.H. Li, Y.K. Li, L.W. Guo, D.Y. Dai, Q. Huang, J.M. Zhou, Y.H. Zhang, T.T. Sheng, C.H. Tung. *Appl. Phys. Lett.*, **72**, 3160 (1998).
- [6] J.H. Li, C.S. Peng, Z.H. Mai, J.M. Zhou, Q. Huang, D.Y. Dai. *J. Appl. Phys.*, **80**, 1292 (1999).
- [7] P.I. Gaiduk, A.N. Larsen, J.L. Hansen. *Thin Sol. Films*, **367**, 120 (2000).
- [8] Yu.B. Bolkhovityanov, A.K. Gutakovskii, V.I. Mashanov, O.P. Pchelyakov, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *J. Appl. Phys.*, **91**, 4710 (2002).
- [9] Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *Thin Sol. Films*, **466**, 69 (2004).
- [10] Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *J. Appl. Phys.*, **96**, 7665 (2004).
- [11] Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *J. Cryst. Growth*, **280**, 309 (2005).
- [12] E.A. Fitzgerald. *Mater. Sci. Reports*, **7**, 92 (1991).
- [13] J.W. Matthews. *J. Vac. Sci. Technol.*, **12**, 126 (1975).
- [14] S.C. Jain, M. Willander, H. Maes. *Semicond. Sci. Technol.*, **11**, 641 (1996).
- [15] D.J. Eaglesham, E.P. Kvam, D.M. Maher, C.J. Humphreys, J.C. Bean. *Phil. Mag. A*, **59**, 1059 (1989).
- [16] E.P. Kvam, D.M. Maher, C.J. Humphreys. *J. Mater. Res.*, **5**, 1900 (1990).
- [17] Y. Chen, J. Washburn. *Phys. Rev. Lett.*, **77**, 4046 (1996).
- [18] D.E. Jesson, S.J. Pennycook, J.-M. Baribeau, D.C. Houghton. *Phys. Rev. Lett.*, **71**, 1744 (1993).
- [19] A.G. Cullis, A.J. Pidduck, M.T. Emeny. *J. Cryst. Growth*, **158**, 15 (1996).
- [20] C.S. Ozkan, W.D. Nix, H. Gao. *Appl. Phys. Lett.*, **70**, 2247 (1997).
- [21] Yu.B. Bolkhovityanov, A.K. Gutakovskii, V.I. Mashanov, O.P. Pchelyakov, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *Thin Sol. Films*, **392**, 98 (2001).
- [22] S.Y. Yang, J.R. Abelson. *J. Vac. Sci. Technol. A*, **11**, 1327 (1993).
- [23] J. Godet, L. Pizzagalli, S. Brochard, P. Beaushamp. *Phys. Rev. B*, **70**, 054 109 (2004).
- [24] Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *Appl. Phys. Lett.*, **85**, 6140 (2004).
- [25] Y. Okada, H. Shimomura, M. Kawabe. *J. Appl. Phys.*, **73**, 7376 (1993).
- [26] R.R. LaPierre, B.J. Robinson, D.A. Thompson. *J. Cryst. Growth*, **191**, 319 (1998).
- [27] J.E. Vasek, Z. Zhang, C.T. Salling, M.G. Lagally. *Phys. Rev. B*, **51**, 17 207 (1995).
- [28] Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov. *Appl. Phys. Lett.*, **84**, 4599 (2004).
- [29] Ю.Б. Болховитянов, О.П. Пчеляков, С.И. Чикичев. *УФН*, **171**, 689 (2001).
- [30] F.K. LeGoues, B.S. Meyerson, J.F. Morar, P.D. Kirchner. *J. Appl. Phys.*, **71**, 4230 (1992).

Редактор Л.В. Шаронова

On the nucleation of misfit dislocations from the surface at low-temperature (300–400°C) molecular beam epitaxy of GeSi/Si(001) films

Yu.B. Bolkhovityanov, A.S. Deryabin, A.K. Gutakovskii, M.A. Revenko, L.V. Sokolov

Institute of Semiconductor Physics,
Russian Academy of Sciences, Siberian Branch,
630090 Novosibirsk, Russia

Abstract One-step $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}(001)$ films with $x = 0.19–0.32$ and two-step films with x up to 0.41 were grown by low-temperature (300–400°C) molecular-beam epitaxy. It was shown with the help of transmission electron microscopy that the main reason of threading dislocation density increase with a rise of Ge fraction in the film was the nucleation of dislocation half-loops from a film surface due to formation of a three-dimensional surface relief during film growth or annealing.