

СУБЛИМАЦИОННЫЙ ИСТОЧНИК ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ Si-Ge-ПЛЁНОК

*П.И. Глушко, А.Ю. Журавлёв, В.Л. Капустин, В.В. Левенец, Н.А. Семенов,
Н.А. Хованский, В.И. Шеремет, Б.М. Широков, А.В. Шиян*
*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*
E-mail: shirokov@kipt.kharkov.ua

Разработан и изготовлен сублимационный источник атомов для нанесения плёнок методом молекулярно-лучевой эпитаксии. С использованием сублимационного источника получены эпитаксиальные кремний-германиевые пленки с различным содержанием германия.

В последнее время гетероэпитаксиальные структуры на основе легированных твердых растворов кремний-германий вызывают значительный интерес в связи с возможным их использованием для создания оптоэлектронных приборов на основе кремниевой технологии [1].

Наилучшими возможностями для создания тонких бездефектных монокристаллических плёнок, а также структур с гетеропереходами, имеющими резкие границы раздела, обладает метод молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [2]. Суть его заключается в осаждении вещества на нагретую подложку из атомных или молекулярных потоков в вакууме.

Источник молекулярного потока атомов является одним из основных элементов установок для МЛЭ [3]. Обычно им является эффузионная ячейка – квазизамкнутый сосуд (тигель) из графита, керамики Al_2O_3 монокристаллического кварца или пиролитического нитрида бора, окружённый танталовой или вольфрамовой спиралью, служащей резистивным нагревателем. Молекулярный поток создаётся за счёт термического испарения расплавленного в ячейке элемента или соединения. Для приблизительной оценки рабочей температуры испарителя служит давление испаряемого вещества ~ 1 Па, при котором обеспечивается приемлемая скорость осаждения.

Для кремния, который имеет высокую температуру плавления ($1410^\circ C$) и высокую химическую активность в расплавленном состоянии, молекулярные потоки из эффузионных ячеек Кнудсена не являются достаточно чистыми из-за взаимодействия с материалом тигля. Поэтому для испарения кремния обычно применяют электронно-лучевой нагрев. Однако получаемые таким образом пленки не обладают высоким качеством, так как в потоке паров Si содержатся капли и многоатомные молекулы (кластеры), конденсация которых в некогерентную позицию приводит к зарождению дефектов в эпитаксиальных слоях. Для того чтобы уменьшить количество дефектов, эпитаксиальное наращивание плёнок проводят при небольших скоростях их роста ($0,1 \dots 0,2$ мкм/ч). Однако при таких скоростях не удается получить резкие профили легирования из-за так называемого эффекта накопления примесей на поверхности роста [4].

Для успешной эпитаксии необходимое давление паров кремния (около 1 Па) достигается при температуре ниже температуры плавления, что дало возможность использовать сублимацию для получения молекулярных потоков атомов Si [5]. Сублимационный источник представляет собой прямоугольный брусок или пластину, вырезанные из кремния, к торцам которых через кремниевые прокладки прижимаются водоохлаждаемые электрические токоподводы. Пропусканием постоянного тока брусок нагревают до предплавильной температуры ($\sim 1380^\circ C$), при которой обеспечивается достаточно интенсивный поток атомов кремния высокой чистоты [6].

Сублимационные источники для МЛЭ позволяют легировать плёнки непосредственно в процессе осаждения. Для этого пластину вырезают из легированного заданной примесью кремния. Это существенно облегчает процесс легирования слоев по сравнению с традиционной МЛЭ и позволяет работать с более широким набором легирующих примесей, в том числе и с теми, испарение которых в элементарном состоянии затруднительно (В, Р).

Недостатком описанного сублимационного источника является то, что в случае невысокой начальной электропроводности необходимо предусматривать его предварительный подогрев с помощью дополнительного нагревателя. Кроме того, возможность нанесения слоя заданного состава ограничена имеющимися в наличии образцами монокристаллического кремния. К тому же источники, вырезаемые из монокристаллического кремния, представляют собой либо прямоугольные стержни, либо пластины. Придание источнику более сложной формы сопряжено с определенными трудностями.

Разработанный нами сублимационный источник можно нагревать прямым пропусканием тока независимо от начальной электропроводности сублимируемого вещества. Состав же сублимируемого вещества задается в процессе изготовления источника. В частности, можно получить источник для нанесения кремний-германиевого сплава заданного состава, в том числе и легированного.

Сублимационный источник представляет собой электропроводящую подложку определенной конфигурации, на которую методом газофазного осаждения нанесен слой необходимого состава, толщи-

ной 100...300 мкм (рис. 1). Подложка может быть выполнена из кремния с высокой электропроводностью, просилицированного графита или же из тугоплавкого металла. Важно то, что подложке можно заранее придать форму, наиболее удобную для нанесения плёнок. Например, ее можно выполнить из проволоки, изогнутой в виде спирали с утолщенными концами, и т. п.



Рис. 1. Сублимационный источник, изогнутый в виде двухвитковой спирали

Простым и доступным методом выращивания слоев из сплавов $Si_{1-x}Ge_x$ является метод совместного водородного восстановления тетрахлоридов кремния и германия. При этом слои $Si_{1-x}Ge_x$ можно легировать непосредственно в процессе их получения, вводя в реакционную камеру хлориды фосфора или бора в необходимом количестве.

Эксперименты по осаждению кремний-германиевых сплавов проводились следующим образом. Установку [7] откачивали до вакуума 10^{-2} Торр, затем пропускали через нее очищенный водород для промывки камеры. Подложку нагревали и выдерживали при температуре $1350^{\circ}C$ в течение 20 мин. Затем температуру снижали до требуемого значения.

В процессе осаждения контролировались расходы реагентов, температура подложки и давление в реакционной камере. Время процесса осаждения составляло 1...2 ч в зависимости от параметров процесса. По истечении времени для осаждения слоя необходимой толщины подача хлоридов кремния и германия прекращалась, образец выдерживался в течение 10 мин в атмосфере водорода, после чего производилось постепенное снижение температуры со скоростью $50...100^{\circ}C$ в минуту. Подача водорода прекращалась после полного остывания подложки.

Исследования равномерности осаждения германия в кремнии по длине и глубине конденсатов, выполненные на микроанализаторе РЭММА-200, свидетельствуют о высокой гомогенности сплава.

Содержание германия в осажденном слое определялось ядерно-физическим методом на комплексе «Сокол» по регистрации характеристического рентгеновского излучения, возбуждаемого ускоренными протонами. Как правило, оно превышает отношение

тетрахлорида германия к тетрахлориду кремния в газовой смеси, поэтому при использовании образцов в качестве источников МЛЭ вводились необходимые коррективы.

Молибденовые образцы с покрытиями из поликристаллических кремний-германиевых сплавов толщиной 100...300 мкм с различным содержанием германия (2...30 ат.%) были использованы в качестве сублимационных источников.

Эксперименты по нанесению плёнок из кремния и кремний-германиевых сплавов с использованием разработанного сублимационного источника проводились на установке для молекулярно-лучевой эпитаксии. Подложка, представляющая собой монокристаллическую пластину из кремния или кремний-германиевого сплава, размещалась внутри вакуумной камеры на пьедестале, который нагревался электрическим током (рис. 2). Нагрев подложки осуществлялся нагревателем, размещенным с тыльной стороны. Для предотвращения возможного перегрева стенок предусмотрена система защитных экранов с окнами для измерения температуры подложки. Сублимационный источник, нагреваемый прямым пропусканием тока, располагался в ячейке, экранированной шестью слоями вольфрамовой фольги. Промежуток между источником и подложкой мог перекрываться заслонкой.



Рис. 2. Пьедестал для Si- и SiGe-подложек

Нанесение эпитаксиальных слоев производили в следующем порядке. После загрузки подложки и источника в камеру она откачивалась до давления $10^{-6}...10^{-7}$ Па. Далее источник закрывался заслонкой, и проводилась термическая обработка подложки при температуре $950^{\circ}C$ в течение 20 мин.

За 5 мин до окончания термообработки включали нагрев источника и разогревали его до рабочей температуры. Температура подложки измерялась пирометром типа «Смотрич», а также контролировалась термопарой, прикрепленной с тыльной стороны. Температуру сублимационного источника измеряли оптическим пирометром «Проминь». Стабильность нагрева дополнительно контролировалась по измерению параметров питания (напряжения и тока). После этого заслонку открывали и производили нанесение пленки.

Вначале параметры осаждения предварительно определяли на пленках кремния, которые наносили на кремниевую подложку. Температуру подложки изменяли в пределах 400...700 °С, температуру сублимационного источника – в пределах 1350...1400 °С, расстояние между подложкой и источником – 10...50 мм. Предварительную оценку качества и отбор плёнок производили визуальными методами. Наиболее качественные плёнки Si/Si получались при температуре подложки 600 °С и расстоянии между подложкой и источником ~ 30 мм. Плёнки SiGe/Si и SiGe/SiGe с различным содержанием германия (до 10 ат.%), нанесенные при аналогичных параметрах, выглядели такими же гладкими и блестящими, как и плёнки Si/Si. Рентгенографическое исследование отобранных SiGe-плёнок подтвердило их монокристалличность.

ВЫВОДЫ

Разработан и изготовлен сублимационный источник атомов для нанесения плёнок методом молекулярно-лучевой эпитаксии.

С помощью полученного сублимационного источника на кремниевые подложки нанесены высококачественные эпитаксиальные Si-Ge-плёнки.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Hermann G. Grimmeiss. Silicon-germanium – a promise into the future? // *Физика и техника полупроводников*. 1999, т. 33, в. 9, с. 1032-1034.
2. З.Ф. Красильник. Полупроводниковые наноструктуры: оптические свойства и применения // *Известия Академии наук. Серия физическая*. 2001, т. 65, №2, с. 168-170.
3. З.П. Вишнякова. Молекулярно-лучевая эпитаксия в полупроводниковом производстве // *Обзоры по электронной технике. Сер. 2*. 1985, в. 7.
4. А.Г. Денисов и др. Молекулярные источники установок для молекулярно-лучевой эпитаксии // *Обзоры по электронной технике. Сер. 7*. 1986, в. 12.
5. В.Г. Шенгуров, Д.В. Шенгуров. Устройство для сублимационного молекулярно-лучевого осаждения плёнок кремния // *ПТЭ*. 2001, №1, с. 154-156.
6. С.П. Светлов, В.Г. Шенгуров, В.А. Толочасов и др. Установка для сублимационной молекулярно-лучевой эпитаксии кремния // *ПТЭ*. 2001, №5, с. 137-140.
7. А.Ф. Корж, Ю.Ф. Лонин, Ю.О. Пилипец, Н.А. Хованский, В.И. Шеремет, Б.М. Широков. Установка для осаждения материалов из газовой фазы // *ФИП*. 2007, т. 5, №1-2, с. 98-100.

Статья поступила в редакцию 02.12.2013 г.

СУБЛІМАЦІЙНЕ ДЖЕРЕЛО ДЛЯ НАНЕСЕННЯ ЕПІТАКСІЙНИХ Si-Ge-ПЛІВОК

П.І. Глушко, О.Ю. Журавльов, В.Л. Капустін, В.В. Левенець, М.О. Семенов, М.О. Хованський, В.І. Шеремет, Б.М. Широков, О.В. Шиян

Розроблено і виготовлено сублимаційне джерело атомів для нанесення плівок методом молекулярно-променевої епітаксії. З використанням сублимаційного джерела отримано епітаксійні кремній-германієві плівки з різним вмістом германію.

SUBLIMATION SOURCE FOR APPLICATION THE EPITAXIAL Si-Ge FILMS

P.I. Glushko, A.Yu. Guravlev, V.L. Kapustin, V.V. Levenets, N.A. Semenov, N.A. Hovanskiy, V.I. Sheremet, B.M. Shirokov, A.V. Shijan

The atom sublimation source for application the films by molecular beam epitaxy method is developed and made. The epitaxial silicon-germanium films with different germanium content were obtained with the help of sublimation source.