

Спектроскопия сечения неупругого рассеяния электронов наногетероструктур $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$

© А.С. Паршин*, Е.П. Пьяновская*, О.П. Пчеляков+, Ю.Л. Михлин*, А.И. Никифоров+, В.А. Тимофеев+, М.Ю. Есин*

* Сибирский государственный аэрокосмический университет им. академика М.Ф. Решетнева, 660014 Красноярск, Россия

+ Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук, 630090 Новосибирск, Россия

• Институт химии и химической технологии Сибирского отделения Российской академии наук, 660036 Красноярск, Россия

(Получена 23 апреля 2013 г. Принята к печати 23 мая 2013 г.)

Двухкомпонентные структуры $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ ($0 \leq x \leq 1$) исследованы методами электронной спектроскопии. Атомный состав структур определен из спектров рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Спектры потерь энергии отраженных электронов получены для серии образцов с разными значениями x при энергии первичных электронов в интервале от 200 до 3000 эВ. Из этих экспериментальных спектров вычислены зависимости произведения средней длины неупругого пробега и дифференциального сечения неупругого рассеяния электронов от потерь энергии электронов. Показано, что количественные характеристики этих зависимостей могут быть использованы для определения атомных концентраций элементов данной системы.

1. Введение

Двухкомпонентные структуры $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ интенсивно исследуются в последние годы как важный материал для разработки на их основе устройств нано- и оптоэлектроники. Напряженные слои твердых растворов германия и кремния, выращенные в процессе эпитаксиального роста на кремниевых подложках, находят применение в конструировании устройств сверхвысокочастотной электроники, фотодетекторов инфракрасного диапазона на квантовых ямах, комплементарных структур металл–оксид–полупроводник [1]. Фотоприемники на основе гетероструктур Si/Ge с встроенными квантовыми точками (КТ) германия способны работать в широком диапазоне длин волн, начиная с ближней инфракрасной области и заканчивая дальним инфракрасным диапазоном спектра [2]. Исследования полупроводниковых гетероструктур с КТ не только открывают перспективы создания принципиально новых устройств наноэлектроники и нановольтаики, но и приведут к уменьшению сложности и стоимости будущей высокоэффективной электроники [3,4].

Твердые растворы $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ с различным содержанием Ge используются в качестве буферных слоев при формировании островков германия на Si(100). Вариации состава и толщины непрерывного слоя твердого раствора $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$, являющегося потенциальной ямой для носителей заряда, позволяют контролировать энергетическую структуру системы „квантовая точка–слой твердого раствора“ [5,6]. Результаты изучения механизмов роста и морфологии поверхности островков германия, выращенных на буферных слоях системы GeSi, приведены в работе [7]. Обзор современных теоретических представлений и экспериментальных результатов по самоорганизации квантовых точек системы GeSi на кремниевых подложках приведен в [8].

В данной статье приведены результаты исследования методом спектроскопии сечения неупругого рассеяния электронов структур $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ с разными значениями x . Дополнительно для определения элементного состава исследуемых структур использованы спектры рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС).

2. Методика эксперимента

Для синтеза структур $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ использована установка молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) Катунь-С, оснащенная двумя электронными испарителями для Si и Ge. Аналитическая аппаратура камеры — квадрупольный масс-спектрометр, кварцевый измеритель толщины и дифрактометр электронов высокой энергии (20 кэВ). В качестве подложек использовались (100) кремниевые пластины p -типа диаметром ~ 75 мм с разориентацией менее 0.5° .

После предварительной химической обработки методом, подобным тому, что предложен в [9], подложки помещались в ростовую камеру и очищались в слабом потоке кремния при 800°C в течение 5 мин. Процесс очистки контролировался по картинам дифракции отраженных быстрых электронов (ДОБЭ) до появления присутствующей Si(100)-(2 × 1) сверхструктуры. Слои $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ выращивались при температуре 500°C , скорости роста Ge и Si контролировались кварцевым измерителем толщины.

Для исследований методами электронной спектроскопии были приготовлены образцы системы Ge-Si с разным соотношением атомных концентраций германия и кремния. Эксперименты проведены как на образцах с постоянным по содержанию составом, так и на образцах с меняющимися по толщине атомными концентрациями Ge и Si.

РФЭС-спектры и интегральные спектры потерь энергии отраженных электронов регистрировались с помощью сверхвысоковакуумного электронного спектрометра компании SPECS (Германия), который укомплектован MgK_{α} и AlK_{α} источниками рентгеновского излучения, электронной пушкой для записи спектров потерь энергии отраженных электронов и ионной пушкой для очистки поверхности образца ионным травлением и послойного анализа элементного состава. С помощью РФЭС-спектроскопии методом коэффициентов элементной чувствительности в программном пакете CasaXPS контролировался элементный состав образцов после очистки поверхности и в процессе послойного анализа. Из экспериментальных спектров потерь энергии отраженных электронов с помощью программного пакета QUASESTM XS REELS (Quantitative Analysis of Surfaces by Electron Spectroscopy cross section determined by REELS) [10], согласно алгоритму, предложенному в [11], получены спектры сечения неупругого рассеяния электронов — произведение средней длины неупругого пробега электронов λ и дифференциального сечения неупругого рассеяния $K(E_0, E_0 - E)$. Здесь E_0 — энергия, а $E_0 - E$ — потери энергии электронов.

3. Экспериментальные результаты

На рис. 1 представлены концентрационные зависимости элементов для одного из образцов с переменной концентрацией Ge вблизи поверхности. Из этих результатов видно, что при времени травления ~ 20 мин концентрации примесей углерода и кислорода становятся близкими к нулю. Концентрация германия практически линейно возрастает от времени травления от 0% на поверхности структуры до значения приблизительно 35% при времени травления 90 мин и затем остается практически постоянной. Это значение концентрации германия хорошо согласуется с концентрацией 30%, полученной из технологических параметров. При скорости

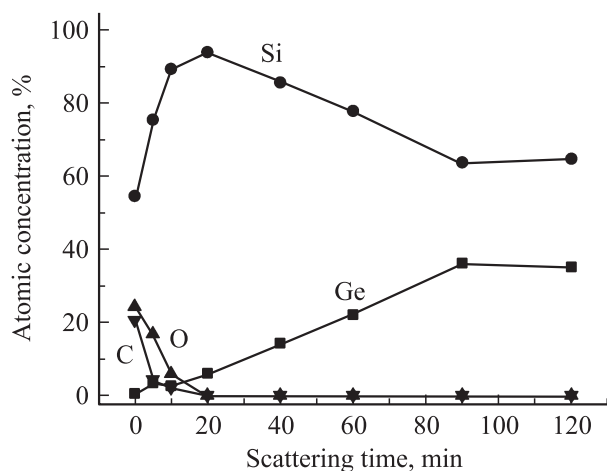


Рис. 1. Профили концентраций элементов в структуре Ge-Si.

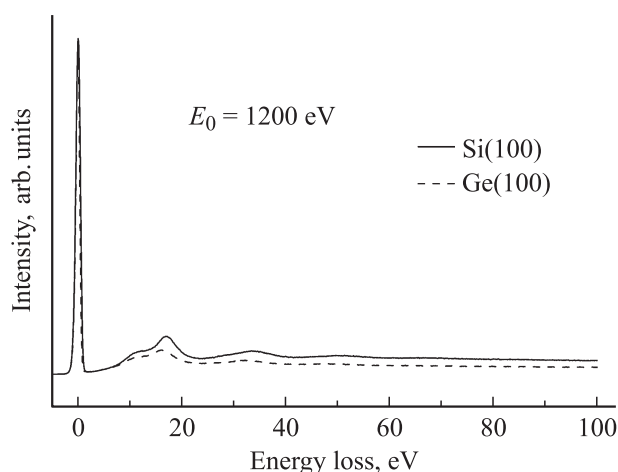


Рис. 2. Нормированные на упругий пик спектры потерь энергии отраженных электронов эталонных образцов кремния и германия.

травления приблизительно 0.15 нм/мин глубина слоев поверхностных загрязнений в образцах не превышала 3 нм. Аналогичные результаты получены и для других образцов с переменной по глубине концентрацией атомов германия и кремния.

Поскольку градиент концентраций достаточно мал (увеличение концентрации германия от 0 до 35% происходит, как следует из рис. 1, на толщине более 10 нм), для каждого этапа ионного травления, соответствующего разным соотношениям атомных концентраций элементов структуры Ge-Si, кроме РФЭС-спектров, также записаны спектры потерь энергии отраженных электронов, из которых затем были получены по методике, изложенной выше, спектры сечения неупругого рассеяния электронов. Для изучения влияния элементного состава гетероструктур Ge_xSi_{1-x} на спектры сечения неупругого рассеяния электронов исследованы также спектры монокристаллических подложек Ge (100) и Si (100).

Спектры потерь энергии Ge (100) и Si (100) (рис. 2) имеют подобные структуры. Наибольшую интенсивность имеют потери, связанные с возбуждением объемных и поверхностных плазмонов. В том и другом материале заметны также пики кратных потерь. Трудности количественной интерпретации спектров потерь энергии отраженных электронов наноструктур системы Ge/Si связаны с тем, что спектры чистого кремния и германия имеют подобную энергетическую структуру, значения энергетических потерь одинаковой природы в этих материалах имеют близкие значения, в ряде случаев их разница лежит в пределах погрешности измерений.

Эти же недостатки характерны и для спектров сечения неупругого рассеяния электронов, вычисленных из экспериментальных спектров потерь энергии отраженных электронов (рис. 3). Основными характеристиками этих спектров являются значения максимума спектра $\lambda K_{\max}(E_0 - E)$, определяющие интенсивность возбужде-

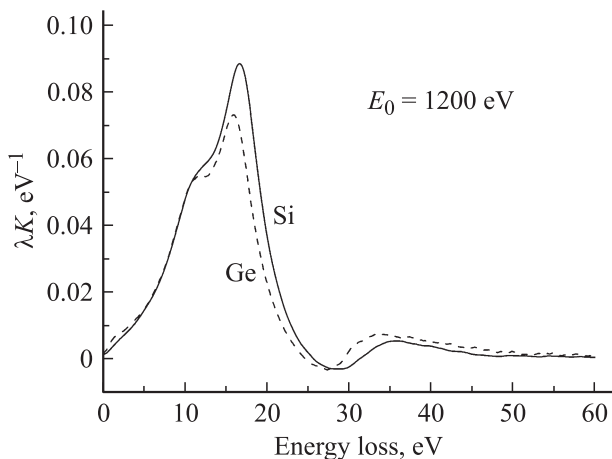


Рис. 3. Спектры сечения неупругого рассеяния электронов в эталонных образцах Ge и Si.

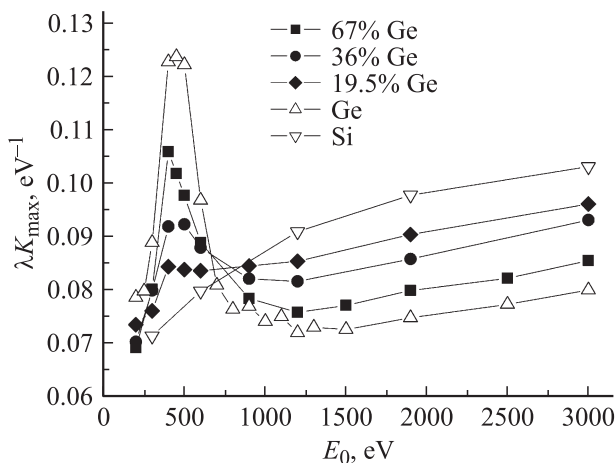


Рис. 4. Зависимости максимальных значений спектров сечений неупругого рассеяния электронов от энергии первичных электронов для образцов с разным содержанием Ge.

ния плазмонов в образце, и его энергетическое положение, соответствующее при достаточно больших значениях энергии первичных электронов энергии потерь на возбуждение объемного плазмона. Как следует из результатов, представленных на рис. 3, для системы Ge_xSi_{1-x} трудно ожидать существенных изменений этих параметров в зависимости от соотношения в ней атомных концентраций Ge и Si.

Детальные исследования спектров сечения неупругого рассеяния электронов в зависимости от энергии первичных электронов E_0 в диапазоне 200–3000 эВ в эталонных образцах Ge и Si показали, что для германия и кремния зависимости $\lambda K_{\max}(E_0)$ существенно отличаются (рис. 4). Если для Si зависимость максимального значения спектра сечения неупругого рассеяния электронов от энергии первичных электронов имеет монотонный характер и увеличивается с возрастанием E_0 , то аналогичная зависимость для Ge имеет ярко

выраженный максимум при энергии первичных электронов ~ 400 эВ. Предварительные исследования спектров сечения неупругого рассеяния электронов при разных углах падения и выхода электронов относительно плоскости образца показали, что максимум $\lambda K_{\max}(E_0)$ при $E_0 = 400$ эВ наблюдается при разной ориентации образца относительно падающих и выходящих электронов. Поэтому необычную зависимость $\lambda K_{\max}(E_0)$ для Ge нельзя связать со значительным возрастанием средней длины свободного неупругого пробега электронов λ , как это имеет место при каналировании быстрых заряженных частиц в монокристаллах [12]. Возможно, возрастание сечения неупругого рассеяния электронов в германии связано с включением дополнительных механизмов рассеяния электронов, как это имеет место в пороговых методах электронной спектроскопии [13].

В композитных структурах Ge_xSi_{1-x} также наблюдается необычный ход зависимости $\lambda K_{\max}(E_0)$, причем величина эффекта однозначно связана с концентрацией Ge в структуре (рис. 4). На рис. 5 приведена зависимость λK_{\max} при энергии первичных электронов 400 эВ от атомной концентрации Ge в структуре Ge_xSi_{1-x} . Эта зависимость достаточно хорошо аппроксимируется прямой, которая приведена на этом же рисунке. Среднеквадратичное отклонение экспериментальных значений от прямой составляет приблизительно 0.001 эВ $^{-1}$.

В диапазоне энергий первичных электронов от 1200 до 3000 эВ, в котором зависимости $\lambda K_{\max}(E_0)$ имеют обычный монотонный характер, для количественного анализа элементного состава в системе Ge-Si может быть использована методика, впервые апробированная нами для двухкомпонентной системы Fe_xSi_{1-x} [14], а позднее показана ее применимость и для системы Mn_xSi_{1-x} [15]. Согласно этой методике, градуировочные прямые в концентрационных зависимостях максимумов спектров сечения неупругого рассеяния по потерям энергии отраженных электронов могут быть использованы для количественного анализа элементного состава

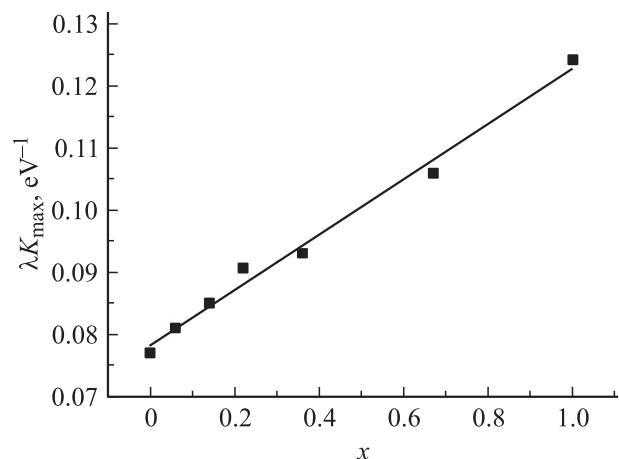


Рис. 5. Зависимость λK_{\max} от содержания Ge при энергии первичных электронов 400 эВ.

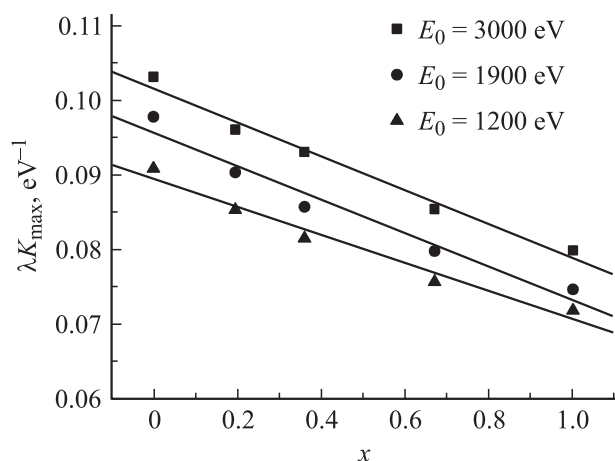


Рис. 6. Зависимость λK_{\max} от содержания Ge для трех значений энергии первичных электронов от 1200 до 3000 эВ.

в двухкомпонентной композитной структуре. Действительно, как показывают экспериментальные результаты (рис. 6), для энергий первичных электронов 1200, 1900 и 3000 эВ концентрационные зависимости $\lambda K_{\max}(E_0 - E)$ хорошо описываются линейными зависимостями для каждой энергии первичных электронов. Среднеквадратичные отклонения экспериментальных значений от градуировочных прямых не намного отличаются от аналогичных величин на рис. 5. Однако разность в абсолютных значениях λK_{\max} для эталонных образцов Ge и Si при энергиях 1200–3000 эВ в ~ 2.5 раза меньше, чем для энергии первичных электронов 400 эВ, при которой наблюдается максимум в зависимости для Ge. Этот факт делает предпочтительным количественный анализ элементного состава системы $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ по градуировочным прямым, представленным на рис. 5.

4. Заключение

Результаты исследований спектров сечения неупругого рассеяния электронов гетероструктур $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ показывают, что спектроскопия сечения неупругого рассеяния электронов может быть использована для количественного анализа элементного состава в наноструктурах системы Si-Ge. Для определения атомных концентраций для энергий первичных электронов в интервале 1200–3000 эВ могут быть использованы градуировочные прямые для соответствующих энергий первичных электронов эталонных образцов чистых элементов Ge и Si. Другой способ количественного анализа элементного состава структур $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}$ связан с необычным поведением зависимости максимума спектров сечения неупругого рассеяния электронов в интервале 200–1200 эВ в структурах, содержащих Ge. Показано, что максимальное значение зависимости $\lambda K_{\max}(E_0)$ может служить количественной мерой содержания германия в наногетероструктурах.

Работа выполнена в рамках проекта ФЦП „Научные и научно-педагогические кадры инновационной России“ на 2009–2013 годы (ГК № 02.740.11.0517).

Список литературы

- [1] W. Cao, M. Masnadi, S. Eger, M. Martinson, Q-F. Xiao, Y-F. Hu, J.M. Baribeau J.C. Woicik, A.P. Hitchcock, S.G. Ugruhart. *Appl. Surf. Sci.*, **265**, 358 (2013).
- [2] А.И. Якимов, А.В. Двуреченский, А.И. Никифоров, С.В. Чайковский, С.А. Тийс. *ФТП*, **37**, 1383 (2003).
- [3] О.П. Pchelyakov, A.V. Dvurechensky, A.V. Latyshev, A.L. Asev. *Semicond. Sci. Technol.* **26**, 014027 (2011).
- [4] Ж.И. Алфёров. *ФТП*, **32**, 3 (1998).
- [5] Z. Tao, N. Zhan, H. Yang, Y. Ling, Z. Zhong, F. Lu. *Appl. Surf. Sci.*, **255**, 3548 (2009).
- [6] A.I. Nikiforov, V.A. Timofeev, S.A. Teys, A.K. Gutakovsky, O.P. Pchelyakov. *Thin Sol. Films*, **520**, 3319 (2012).
- [7] Н.В. Востоков, Ю.Н. Дроздов, З.Ф. Красильник, Д.Н. Лобанов, А.В. Новиков, А.Н. Яблонский, М. Stoffel, U. Denker, O.G. Schmidt, O.M. Горбенко, И.П. Сошников. *ФТТ*, **47**, 29 (2005).
- [8] J.-N. Aqua, I. Berbezier, L. Favre, T. Frish, A. Ronda. *Phys. Rep.*, **522**, 59 (2013).
- [9] A. Ishisaka, Y. Shiraki. *J. Electrochem. Soc.*, **133**, 666 (1986).
- [10] S. Tougaard. [http:// www.quases.com](http://www.quases.com).
- [11] S. Tougaard, I. Chorkendorff. *Phys Rev. B*, **35**, 6570 (1987).
- [12] Л. Фельдман, Д. Майер. *Основы анализа поверхности и тонких пленок*, пер. с англ. (М., Мир, 1989).
- [13] Ю.А. Кухаренко, С.А. Фридрихов. *Поверхность. Физика, химия, механика*, **1**, 43 (1982).
- [14] А.С. Паршин, Г.А. Александрова, А.Е. Долбак, О.П. Пчеляков, Б.З. Ольшанецкий, С.Г. Овчинников, С.А. Кушечков. *Письма ЖТФ*, **34**, 41 (2008).
- [15] А.С. Паршин, О.П. Пчеляков, А.Е. Долбак, Б.З. Ольшанецкий. *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, **6**, 5 (2013).

Редактор Т.А. Полянская

Spectroscopy of inelastic electron scattering in nanoheterostructure

A.S. Parshin*, E.P. P'yanovskaya*, O.P. Pchelyakov⁺,
Yu.L. Mikhlin[•], A.I. Nikiforov⁺, V.A. Timofeev⁺,
M.Yu. Esin*

* Siberia State Aerocosmic University,
660014 Krasnoyarsk, Russia

⁺ Institute of Physics of semiconductors,
Siberia department of Russian Academy of Sciences,
630090 Novosibirsk, Russia

[•] Institute of chemia and chemical technolugy,
Siberia department of Russian Academy of Sciences,
660036 Krasnoyarsk, Russia

Abstract Two-component structures Ge_xSi_{1-x} ($1 \leq x \leq 0$) were studied with the help of electron spectroscopy methods. The atomic composition structures were determined from X-ray photoelectron spectra. The reflection electron energy loss spectra were registered for series of samples with different x at primary electron energy in the range from 200 to 3000 eV. Dependences of the electrons energy losses have been calculated from these experimental spectra product of the inelastic mean free path and differential inelastic electron scattering cross section dependence on the electrons energy losses have been calculated. It has been demonstrated that quantitative characteristics of these dependences may be used to determine the atomic concentrations of the elements in this system.