

# Электронные уровни и люминесценция дислокационных сеток, полученных гидрофильным сращиванием пластин кремния

© А.С. Бондаренко<sup>¶</sup>, О.Ф. Вывенко, И.А. Исаков

Научно-исследовательский институт физики им. В.А. Фока  
Санкт-Петербургского государственного университета,  
198504 Санкт-Петербург, Россия

(Получена 17 июля 2012 г. Принята к печати 20 июля 2012 г.)

Локальные энергетические уровни, обусловленные дислокациями на интерфейсе сращённых пластин кремния *n*- и *p*-типа проводимости, исследованы методами DLTS, а также новым методом детектирования примесной люминесценции, стимулированной заполнением электронных состояний (Pulsed-TREL) электрическими импульсами. Установлено, что за полосу *D1* дислокационной люминесценции как в *n*-, так и в *p*-образцах ответственны только мелкие уровни дислокационной сетки с энергиями активации около  $\sim 0.1$  эВ. Заполнение глубоких уровней не оказывает влияния на интенсивность полосы *D1*. Предложена модель парных нейтральных центров захвата носителей, объясняющая разницу между энергетическим положением полосы *D1* (0.8 эВ) и межуровневым энергетическим расстоянием (0.97 эВ) кулоновским взаимодействием между захваченными на них носителями.

## 1. Введение

Дислокационные сетки (ДС) в кремнии, формирующиеся на границе сращённых кремниевых пластин, вызывают большой практический интерес ввиду целого ряда приложений для современной микроэлектронной промышленности [1]. Кроме того, подобные структуры являются превосходными объектами для исследования электронных свойств дислокаций в кремнии, среди которых особое место занимает дислокационная люминесценция (ДЛ). Выделяют четыре основные характеристические полосы ДЛ, традиционно обозначаемые *D1*, *D2*, *D3*, *D4* [2]. Наибольший интерес для электроники представляет полоса *D1* ( $\sim 0.8$  эВ), природа которой не установлена полностью, несмотря на многочисленные исследования последних более чем тридцати лет.

Одной из ключевых задач является установление электронных уровней, обнаруживаемых методами емкостной спектроскопии глубоких уровней (DLTS, MCTS), ответственных за ДЛ. Действительно, из данных DLTS/MCTS можно определить положение уровней относительно краев запрещенной зоны, а из спектров люминесценции — энергию межуровневых оптических переходов, но установить прямое соответствие между этими результатами и построить схему оптических переходов при достаточно сложном спектре электронных состояний в запрещенной зоне невозможно. Недавно нами был предложен новый подход к решению этой задачи, основанный на контроле заселенности электронных уровней дислокационной сетки, помещенной в область пространственного заряда диода Шоттки, приложением заполняющих электрических импульсов смещения (pulsed trap refilling enhanced luminescence, Pulsed-TREL) [3].

В настоящей работе были исследованы образцы сращённых кремниевых пластин *n*- и *p*-типа проводимости

с различной плотностью дислокаций методами DLTS и катодолюминесценции (КЛ/CL) в режиме Pulsed-TREL.

## 2. Методика эксперимента

Образцы были вырезаны из гидрофильно сращённых кремниевых пластин *n*- и *p*-типа проводимости с ориентацией поверхности (100). Исходные пластины изготовлены из кристалла, выращенного по методу Чохральского, и легированы бором до концентрации  $10^{15}$  см<sup>-3</sup> для получения *p*-типа, фосфором до концентрации  $10^{14}$  см<sup>-3</sup> для *n*-типа. Углы разориентации сращённых пластин составляли  $\sim 3^\circ$  для поворота относительно нормали к поверхности и  $0.5^\circ$  для наклона относительно плоскости (100). После сращивания одна из пластин подвергалась уточнению при помощи процедуры Smart Cut® до толщины  $\sim 180$  нм. Более детально процедура сращивания описана в [4].

Структурные исследования дислокационных сеток, образующихся на границах сращённых пластин, проводимые методами просвечивающей электронной микроскопии [5], выявили наличие регулярной сетки ортогональных винтовых дислокаций, компенсирующих поворотную разориентацию, прерываемую параллельным набором линий 60-градусных дислокаций, вызванных наклонной разориентацией пластин.

Для исследования электронных состояний ДС приготавливались диоды Шоттки напылением с утонченной стороны образца золотого и титанового контакта для *n*- и *p*-типа соответственно. Омический контакт создавался втиранием с тыльной стороны InGa-эвтектики.

Характеризация электронных состояний ДС в запрещенной зоне проводилась методом DLTS с использованием спектрометра SULA, оборудованного гелиевым криостатом замкнутого цикла Janis, в диапазоне температур  $T = 20\text{--}300$  К. Для расчета концентрации

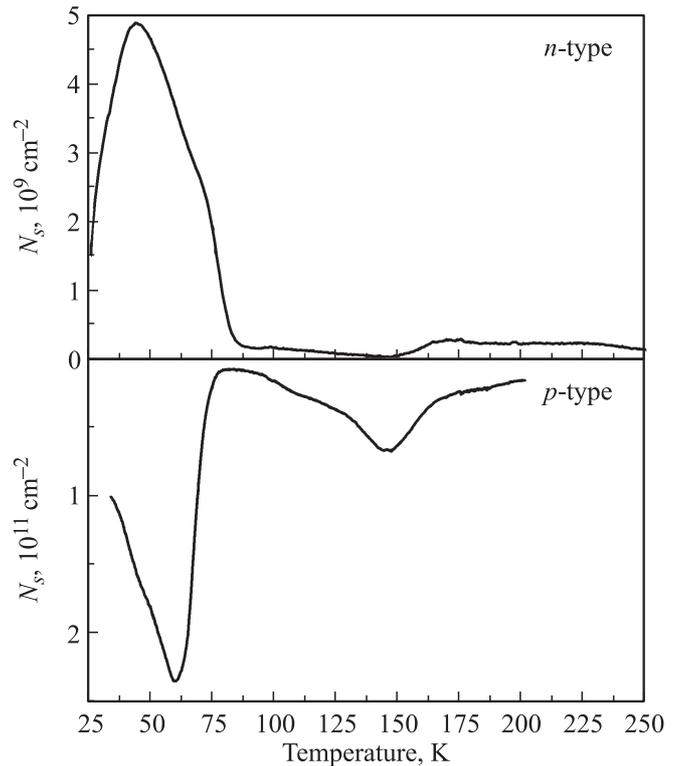
<sup>¶</sup> E-mail: bondarenko@nano.spbu.ru

электронных состояний на единицу площади интерфейса с ДС применялась следующая формула:

$$N_s = \frac{A\epsilon\epsilon_0}{x_d} eN_d \frac{\Delta C_0}{C^3}, \quad (1)$$

где  $A$  — площадь контакта,  $x_d$  — глубина залегания ДС,  $N_d$  — концентрация легирующей примеси,  $C$  — емкость,  $\Delta C_0$  — амплитуда сигнала релаксации емкости.

Уровни, участвующие в оптических переходах, ответственных за полосу D1 ДЛ, определялись с помощью методики Pulsed-TREL. Основной особенностью данной методики является контролируемое заполнение электронных состояний интерфейса, помещенного в область пространственного заряда (ОПЗ) диода Шоттки, с последующей регистрацией спектров излучательной рекомбинации, стимулированной поставкой неосновных носителей в ОПЗ по окончании заполняющего импульса. Детали экспериментальной последовательности метода Pulsed-TREL подробно изложены в [3]. В данной работе поставка неосновных носителей осуществлялась за счет генерации электронно-дырочных пар при возбуждении образца с тыльной стороны диода электронным лучом. Генерированные неравновесные носители за счет диффузии достигают границы ОПЗ, неосновные носители затягиваются полем ОПЗ и рекомбинируют с захваченными на ДС основными носителями. Перед подачей следующего заполняющего импульса электронный луч уводится с поверхности образца, чтобы обеспечить равновесную заселенность состояний ДС соответственно величине импульса. Варьированием амплитуды заполняющего импульса достигается последовательное заполнение состояний ДС в запрещенной зоне, и по величине импульса, при которой наступает насыщение интенсивности люминесценции, определяется энергия уровня, участвующего в ДЛ. Калибровка амплитуды импульса по энергии производится предварительным измерением зависимостей интенсивности пиков DLTS от амплитуды заполняющего импульса. Температура образца и период следования заполняющих импульсов подбираются таким образом, чтобы постоянная времени термоэмиссии захваченных носителей была много больше времени стимулированной током неосновных носителей рекомбинации и чтобы к моменту подачи следующего заполняющего импульса все состояния ДС были полностью опустошены. В данной работе образец охлаждался до температуры 70 К, длительность заполняющего импульса равнялась 1.5 мкс, а частота следования импульсов составляла 5 мкс. Исследования Pulsed-TREL проводились в камере сканирующего электронного микроскопа Zeiss Supra 40, оборудованного проточным криостатом и системой параллельной регистрации спектра КЛ Gatan MonoCL. Использовались следующие параметры электронного пучка: энергия 30 кэВ, ток пучка 30 нА, диаметр пучка ~ 50 мкм.



**Рис. 1.** Спектры DLTS образцов  $n$ - и  $p$ -типа проводимости. Пики концентрации электронных состояний  $N_s$  при 50 и в диапазоне 140–180 К соответствуют мелким и глубоким уровням ДС.

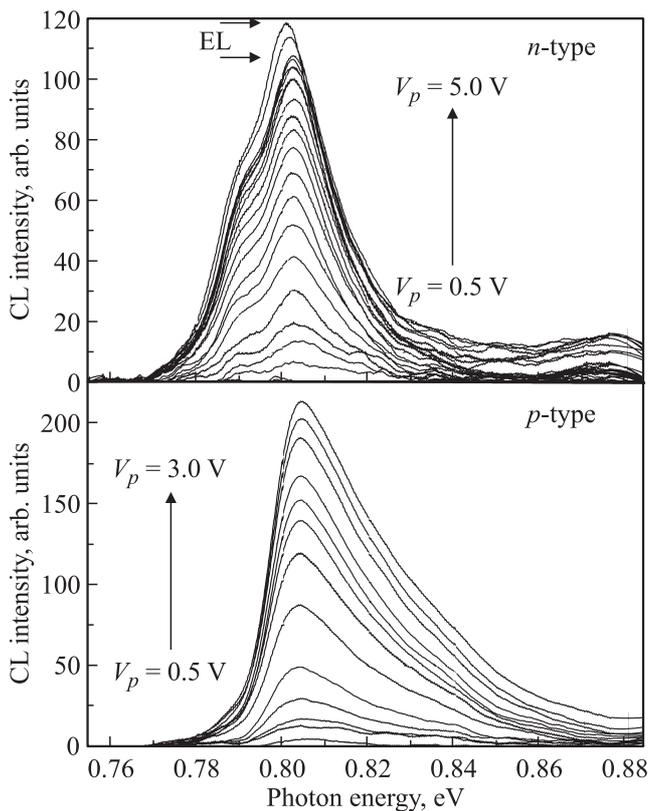
### 3. Экспериментальные результаты

#### 3.1. Емкостная спектроскопия глубоких уровней

На рис. 1 представлены типичные спектры DLTS для образцов  $n$ - (верхняя кривая) и  $p$ - (нижняя кривая) типа проводимости. Полученные спектры содержат по два основных пика в верхней и нижней половинах запрещенной зоны, являющихся характерными для состояний ДС [5]. Пик при температуре ~ 60 К соответствует мелкому состоянию с энергией  $E_c - 0.1$  эВ для  $n$ -образца и  $E_v + 0.07$  эВ для  $p$ -образца. Менее выраженный пик при температуре в диапазоне 140–180 К соответствует глубоким уровням с энергией  $E_c - 0.35$  эВ и  $E_v + 0.3$  эВ для  $n$ - и  $p$ -типа соответственно. Приведенные выше энергии уровней определены по наклонам прямых на графиках Аррениуса, построенных для каждого пика DLTS, для краткости опущенных в данном изложении.

#### 3.2. Катодолюминесценция

На рис. 2 приведены спектры Pulsed-TREL образцов  $n$ - и  $p$ -типа проводимости в зависимости от амплитуды заполняющего импульса. Оба набора спектров имеют доминирующую полосу люминесценции с энергией ~ 0.805 эВ, которая может быть определена как линия D1 ДЛ. Спектры  $n$ -образца имеют ярко выраженное



**Рис. 2.** Спектры Pulsed-TREL в зависимости от амплитуды заполняющего импульса  $V_p$  для образцов  $n$ - и  $p$ -типа проводимости. Температура измерений 70 К.

плечо с энергией 0.795 эВ, а также уширение, переходящее в плато со стороны более высоких энергий. В  $p$ -образце также наблюдается неоднородное уширение с высокоэнергетической стороны спектра.

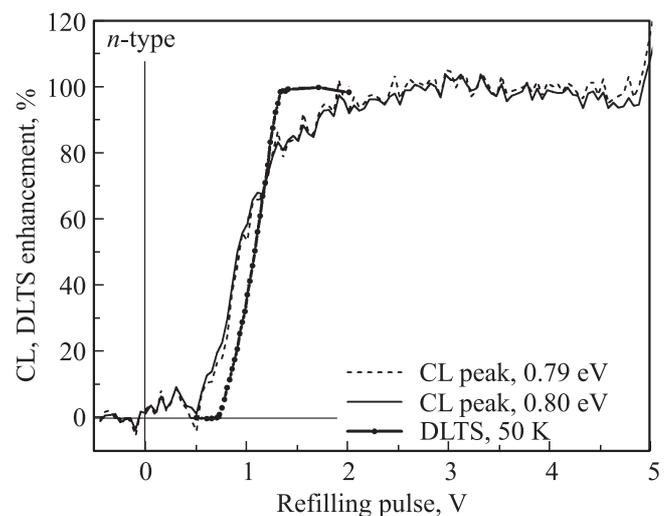
На рис. 3 представлен процентный рост интенсивности люминесценции образца  $n$ -типа для двух наблюдаемых линий в зависимости от амплитуды заполняющего импульса, а также зависимость от импульса величины пика DLTS при температуре  $T = 60$  К, соответствующего мелкому уровню. Наблюдается резкий рост сигнала DLTS, начинающийся с амплитуды импульса, равной 0.7 В, что соответствует началу пиннинга уровня Ферми на мелком уровне ДС. Насыщение пика DLTS наступает при величине импульса 1.3 В. Зависимость интенсивности КЛ также имеет интервал резкого роста, сменяющегося при величине импульса 1.3 В медленным нарастанием сигнала. Указанный медленный рост соответствует росту интенсивности высокоэнергетической части спектра КЛ и может быть связан с заполнением еще более мелких состояний ДС, наблюдаемых в спектре DLTS при  $T < 60$  К, что согласуется с установленным недавно [6] зоноподобным поведением пика DLTS ДС, расположенного в диапазоне температур 30–65 К, характерного для протяженных дефектов. Совпадение амплитуд заполняющего импульса, при которых происходит насыщение сигнала DLTS и прекращается рост интенсивности КЛ, означает, что излучательная реком-

бинация, ответственная за полосу  $D1$  ДЛ, проходит с участием мелкого дислокационного уровня с глубиной залегания не более  $E_c - 0.1$  эВ.

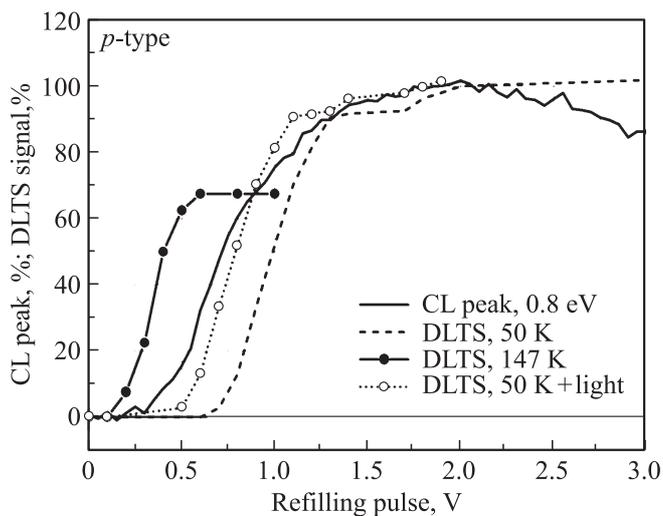
Также следует обратить внимание на то, что при проведении измерений Pulsed-TREL начальные условия перед подачей заполняющего импульса отличны от начальных условий в DLTS-измерениях. Действительно, в случае Pulsed-TREL в результате рекомбинации с неосновными носителями к моменту подачи импульса пустыми являются и мелкие, и глубокие состояния, тогда как в случае DLTS при данной температуре и данном окне скоростей за счет термоэмиссии опустошаются исключительно мелкие уровни, а глубокие все время остаются заполненными. Опустошение глубоких уровней в Pulsed-TREL приводит к уменьшению в начальный момент величины барьера ДС и более раннему началу заполнения мелких уровней. На зависимости интенсивности КЛ от импульса этот эффект проявляется в виде более раннего начала и, как следствие, затянутого периода роста по сравнению с DLTS. Для образца  $n$ -типа проводимости рост интенсивности КЛ начинается при величине импульса, на 200 мВ меньшей, чем рост интенсивности сигнала DLTS. По этой разнице напряжений, соответствующей понижению барьера ДС, можно оценить плотность глубоких состояний, используя следующее уравнение:

$$\Delta V = \frac{qN_s d}{\epsilon_0 \epsilon}, \quad (2)$$

где  $\Delta V$  — изменение барьера из-за перезарядки уровней,  $q$  — элементарный заряд,  $d$  — глубина залегания ДС,  $N_s$  — искомая плотность состояний;  $\epsilon_0$ ,  $\epsilon$  — электрическая постоянная и диэлектрическая проницаемость кремния соответственно. Оценка плотности глубоких состояний, перезаряжающихся за счет рекомбинации с неосновными носителями, для образца  $n$ -типа проводимости дает величину  $7 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , что совпадает по



**Рис. 3.** Зависимости величины сигнала DLTS при  $T = 50$  К (мелкий уровень ДС) и интенсивности пиков люминесценции с энергетическим положением 0.79 и 0.8 эВ от амплитуды заполняющего импульса для  $n$ -образца.



**Рис. 4.** Зависимости величины сигнала DLTS при  $T = 50$  К (мелкий уровень ДС) и  $T = 147$  К (глубокий уровень) и интенсивности пика люминесценции с энергетическим положением  $0.8$  эВ от амплитуды заполняющего импульса для  $p$ -образца.

порядку величины с полученной из DLTS-измерений интегральной плотностью состояний глубоких уровней ДС, дающих отклик в широком температурном диапазоне  $T = 100$ – $180$  К.

Зависимость нормированной амплитуды сигнала КЛ от величины заполняющего импульса для образца  $p$ -типа проводимости представлена на рис. 4. Насыщение наступает при величине заполняющего импульса  $1.3$  В, что совпадает с насыщением сигнала DLTS ( $50$  К) от мелкого уровня  $E_v + 0.07$  эВ. Также для сравнения приведена зависимость заполнения глубокого уровня — пик DLTS при  $T = 147$  К, насыщение которого наступает уже при импульсе  $0.6$  В.

Из-за эффекта опустошения глубоких уровней, описанного выше, зависимость интенсивности КЛ от импульса затянута — начало роста соответствует началу заполнения глубоких уровней, но это не влияет на напряжение, при котором насыщается люминесценция. Оценка концентрации перезаряжаемых глубоких уровней, рассчитанная по формуле (2), дает величину  $8 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , совпадающую с концентрацией глубоких уровней, обнаруженной в ходе DLTS-измерений.

Наблюдать эффект влияния заселенности глубоких уровней на импульсное заполнение мелких можно и на зависимости сигнала DLTS от амплитуды импульса. Для этого используется дополнительная подсветка образца во время измерений (рис. 4). В данной работе для подсветки применялся светодиод. Наблюдается смещение кривой относительно полученной при темновом измерении. Изменяя ток диода, можно варьировать квазиравновесную заселенность глубоких уровней и, следовательно, величину понижения барьера ДС. При использовании постоянной подсветки наблюдается параллельный сдвиг кривой заполнения уровня от величины импульса по сравнению с темновым измерением,

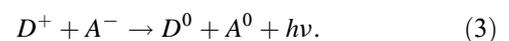
поскольку в этом случае мы получаем некоторую постоянную заселенность глубоких уровней, соответствующую току неравновесных носителей. В экспериментах Pulsed-TREL, напротив, перед подачей заполняющего импульса, электронный луч уходит с образца и заполнение определяется током основных носителей и сечениями захвата мелких и глубоких уровней; они заполняются одновременно и барьер ДС с заполнением глубоких уровней растет динамически, уменьшая ток основных носителей через ДС и ограничивая тем самым величину заполнения мелких уровней. Именно этот процесс приводит к тому, что кривая интенсивности Pulsed-TREL становится затянутой по шкале напряжений, но при этом получается совпадение величины импульса, при котором наступает насыщение, с кривой темнового DLTS, что позволяет правильно идентифицировать участвующий в люминесценции уровень.

Наличие электролюминесценции (ЭЛ) в измеряемом сигнале, способной исказить полученные зависимости интенсивности КЛ от величины импульса, контролировалось отдельными измерениями и было обнаружено только в образце  $n$ -типа при величине импульса  $> 4.8$  В. На рис. 2 приведены примеры спектров, в которых кроме сигнала Pulsed-TREL присутствует дополнительный сигнал ЭЛ. Наблюдаемое смещение максимума пиков люминесценции в сторону уменьшения энергии можно связать с уменьшением ширины запрещенной зоны, вызванным нагревом образца током заполняющего импульса. При величине импульса  $5$  В смещение составляет  $1.6$  мэВ, что соответствует нагреву от начальной температуры образца  $70$  до  $86$  К.

## 4. Обсуждение

Представленные выше результаты измерений показывают, что в образцах  $n$ - и  $p$ -типа проводимости рекомбинация, ответственная за линию  $D1$  ДЛ, проходит через мелкие уровни с энергиями  $E_c - 0.1$  эВ и  $E_v + 0.07$  эВ соответственно. Межуровневое энергетическое расстояние для этих уровней при температуре  $70$  К составляет  $0.97$  эВ, что превышает наблюдаемую энергию оптического перехода, равную  $0.8$  эВ, на  $170$  мэВ.

Для объяснения обнаруженного расхождения в энергиях предлагается модель взаимодействующих нейтральных в незаполненном состоянии уровней. Обозначим уровень в верхней половине запрещенной зоны с энергией  $E_a = E_c - 0.1$  эВ буквой  $A$ , захват электрона приводит к изменению его зарядового состояния с нейтрального  $A^0$  на отрицательное  $A^-$ . Уровень в нижней половине запрещенной зоны  $E_d = E_v + 0.07$  эВ обозначим  $D$ . Захват дырки переводит уровень  $D$  из нейтрального состояния  $D^0$  в состояние с положительным зарядом  $D^+$ . Реакцию излучательной рекомбинации тогда можно записать как



В начальном состоянии энергия заряженных центров захвата меньше за счет электростатического взаимодействия, чем энергия в конечном состоянии, и эта до-

полнительная энергия уменьшает энергию испущенного фотона  $h\nu$ :

$$h\nu = E_g - E_d - E_a - \frac{q^2}{4\pi\epsilon r} \quad (4)$$

на величину  $q^2/4\pi\epsilon r$  ( $E_g$  — ширина запрещенной зоны). Обнаруженная нами разность межуровневой энергии и энергии испущенных фотонов 0.17 эВ дает расстояние между взаимодействующими центрами  $r = 0.76$  нм, т.е. порядка 1.5 постоянных решетки кремния. Из формулы (4) следует, что самые близко расположенные центры дают наименьшую энергию фотона. Исходя из этой модели, уширение пика  $D1$  ДЛ в высокоэнергетическую сторону можно объяснить переходами между более удаленными центрами. Еще одним следствием предложенной модели является возможность объяснить разнообразие наблюдаемых дополнительных пиков люминесценции, сопутствующих основному с энергией фотона 0.8 эВ, не только разнообразием энергетического положения самих этих центров люминесценции, но и разнообразием расстояний между взаимодействующими центрами.

Ранее предположение о возможном взаимодействии излучательных центров было предложено в работе [7] для объяснения наблюдавшегося при регистрации фотoluminesценции смещения максимума линии  $D1$  в зависимости от интенсивности лазерного возбуждения. Однако была предложена классическая модель донорно-акцепторных переходов, в которой донор и акцептор ионизованы и после рекомбинации энергия конечного состояния ниже, чем начального. Переход рассматривался между мелким уровнем (донорным) в верхней половине запрещенной зоны и глубоким уровнем (акцепторным) в нижней половине, что не согласуется с приведенными выше результатами.

Некоторый свет на пространственное положение предложенных в нашей модели нейтральных центров люминесценции проливают недавние DLTS-исследования электронных состояний ДС [6,8], свидетельствующие о наличии эффекта Пула-Френкеля у мелких состояний, которые, как было показано в данной работе, ответственны за линию  $D1$  ДЛ. Расчеты коэффициента эффекта Пула-Френкеля показали, что данные состояния находятся в поле напряжений 60-градусных дислокаций, вызванных наклонной разориентацией сращенных пластин.

## 5. Заключение

Образцы сращенных кремниевых пластин  $n$ - и  $p$ -типа проводимости были исследованы методами DLTS, а также новым методом Pulsed-TREL с целью выявления уровней, ответственных за линию  $D1$  ДЛ. Было обнаружено, что как в  $n$ -, так и в  $p$ -образцах в люминесценции участвуют только мелкие уровни ДС с энергией активации  $\sim 0.1$  эВ. Заполнение обнаруженных в DLTS-измерениях глубоких уровней не оказывает влияния на интенсивность полосы  $D1$ . Предложена модель парных нейтральных центров, объясняющая разницу между энергетическим положением полосы  $D1$  (0.8 эВ)

и межуровневым энергетическим расстоянием (0.97 эВ) за счет кулоновского взаимодействия между захваченными на них носителями. В рамках предложенной модели оценено расстояние между такими центрами.

Работа выполнена с использованием оборудования МРЦ по направлению „Нанотехнологии“ СПбГУ (<http://nano.spbu.ru>).

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 10-02-01010) и исследовательского гранта СПбГУ.

За предоставленные образцы сращенных кремниевых пластин авторы выражают особую благодарность О.В. Конончуку.

## Список литературы

- [1] M. Kittler, X. Yu, T. Mchedlidze, T. Arguirov, O.F. Vyvenko, W. Seifert, M. Reiche, T. Wilhelm, M. Seibt, O. Voß, A. Wolff, W. Fritzsche. *Small*, **3**, 964 (2007).
- [2] N.A. Drozdov, A.A. Patrin, V.D. Tkachev. *JETP Lett.*, **23**, 597 (1976).
- [3] A. Bondarenko, O. Vyvenko, I. Kolevatov, I. Isakov, O. Kononchuk. *Sol. St. Phenomena*, **178–179**, 233 (2011).
- [4] O. Kononchuk, F. Boedt, F. Allibert. *Sol. St. Phenomena*, **131–133**, 113 (2008).
- [5] I. Isakov, A. Bondarenko, O. Vyvenko, V. Vdovin, E. Ubyivovk, O. Kononchuk. *J. Phys.: Conf. Ser.*, **281**, 012010 (2011).
- [6] I. Kolevatov, M. Trushin, O. Vyvenko, M. Kittler, O. Kononchuk. In: *Proc. Intern. Conf. Extended Defects in Semicond., EDS-2012* (Thessaloniki, Greece, 2012).
- [7] E.A. Steinman. *Phys. Status Solidi C*, **2**, 1837 (2005).
- [8] M. Trushin, O. Vyvenko, V. Vdovin, M. Kittler. *J. Phys.: Conf. Ser.*, **281**, 012009 (2011).

Редактор Л.В. Шаронова

## Electronic levels and luminescence of dislocation network at hydrophilically bonded silicon wafers interface

A.S. Bondarenko, O.F. Vyvenko, I.A. Isakov

V.A. Fok Institute of Physics,  
St. Petersburg State University,  
198504 St. Petersburg, Russia

**Abstract** Hydrophilically bonded  $n$ - and  $p$ -type silicon wafers are investigated by means of DLTS and recently developed pulsed trap refilling enhanced luminescence technique (Pulsed-TREL). The shallow and deep dislocation related electronic states in both upper and lower parts of the band gap are determined and characterized. It is shown that dislocation related  $D1$  luminescence occurs via shallow dislocation related states located close to the conduction and valence bands with thermal activation energy of about 0.1 eV, whereas deep levels do not participate in  $D1$ . The model of the coupled neutral shallow electronic states, explaining the difference between the  $D1$  energy position (0.8 eV) and interlevel energy (0.97 eV) as the result of Coulomb interaction between the captured excess carriers is suggested.