

# Влияние температуры отжига на низкотемпературную фотолюминесценцию в светоизлучающих структурах Si:Er, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии

© Б.А. Андреев\*, Н.А. Соболев<sup>†</sup>, Д.В. Денисов, Е.И. Шек

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,  
194021 Санкт-Петербург, Россия

\* Институт физики микроструктур Российской академии наук,  
603600 Нижний Новгород, Россия

(Получена 4 марта 2013 г. Принята к печати 18 марта 2013 г.)

Исследованы спектры фотолюминесценции при 4.2 К в светоизлучающих структурах на основе кремния, легированного эрбием в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии при температуре 500°C, после отжига при 800–900°C. Выявлены три серии линий, принадлежащих излучающим центрам эрбия в кремнии с низкой концентрацией примеси кислорода.

## 1. Введение

Возникшие новые направления исследований излучательных свойств кремния, связанные с кремниевыми наноструктурами, легированными эрбием (nc-Si:Er/Si, nc-Si/SiO<sub>2</sub>:Er), не изменяют того положения, что кристаллический кремний с отличными транспортными характеристиками, производимый по отлаженной технологии, при оптимальном легировании эрбием представляет значительный интерес как излучающая среда и в сочетании с известными успехами в формировании микрорезонаторов и фотонных кристаллов может привести к созданию новых устройств кремниевой фотоники [1]. Указанные обстоятельства побуждают к возобновлению интереса к эпитаксиальным структурам Si:Er, в которых снятие запрета на внутрицентровые переходы в 4f-оболочке иона Er<sup>3+</sup> связано с изменением симметрии кристаллического окружения эрбия в присутствии примесей. Одна из основных задач при формировании светоизлучающих структур Si:Er/Si заключается в получении слоев с возможно большей концентрацией эрбия при сохранении интенсивной излучательной рекомбинации через внутреннюю оболочку редкоземельного иона. Если исходить из значений сечения оптической эмиссии для иона Er<sup>3+</sup> в кремнии [2], для реализации коэффициента усиления на уровне 10 см<sup>-1</sup> необходима концентрация оптически активного эрбия ~ 10<sup>19</sup> см<sup>-3</sup>. Высокая концентрация эрбия характерна для структур, полученных методом ионной имплантации [3] и в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) с металлическим источником [4,5]. При формировании структур методом МЛЭ в качестве примесей, активирующих редкоземельный ион, чаще всего рассматривался кислород, окружение которого приводит к формированию ряда излучающих (оптически активных) центров иона эрбия. В работах [5–7] отмечено также образование излучающих центров иона эрбия, обусловленных наличием примеси углерода. Цель данной работы состояла в исследовании зависимости излучательных свойств кремниевых

структур с высокой концентрацией эрбия, легированных в процессе МЛЭ из металлического источника эрбия, от условий послеростовой термообработки.

## 2. Экспериментальные условия

Исследовались слои Si:Er, выращенные методом МЛЭ при температуре 500°C и в условиях, аналогичных описанным в [5,8]. Слои выращивались на установке SUPRA-32 (RIBER) в вакууме (~ 8 · 10<sup>-9</sup> Торр) на подложках кремния, полученного методом Чохральского, n-Cz-Si(100), с удельным сопротивлением 4.5 Ом · см. Кремний, выращенный методом бестигельной зонной плавки, n-FZ-Si, испарялся с помощью электронно-лучевого испарителя, а металлический Er — из эффузионной ячейки. Концентрация атомов Er в эпитаксиальном слое, измеренная методом обратного резерфордского рассеяния, равнялась [Er] ≈ 2 · 10<sup>19</sup> см<sup>-3</sup>. Измеренные методом вторичной ионной масс-спектрометрии концентрации примесей кислорода и углерода в эпитаксиальном слое составляли [O] ≈ 2.0 · 10<sup>18</sup> см<sup>-3</sup> и [C] ≈ 3.0 · 10<sup>17</sup> см<sup>-3</sup>, т.е. были меньше концентрации атомов эрбия. Толщина эпитаксиальных слоев достигала значений 1.3 мкм.

Изохронные отжига в течение 30 мин проводились при 800–900°C в хлорсодержащей атмосфере, представляющей собой поток кислорода, насыщенный парами четыреххлористого углерода с молярной концентрацией 1%. Спектры фотолюминесценции (ФЛ) регистрировались при температуре 4.2 К с помощью фурье-спектрометра „Bomem DA3“ в диапазоне 5600–10000 см<sup>-1</sup> с разрешением 1 см<sup>-1</sup> и Ge-фотоприемника. ФЛ возбуждалась излучением твердотельного непрерывного лазера на длине волны 532 нм, мощностью до 200 мВт.

## 3. Результаты и обсуждение

Спектр ФЛ при 4.2 К в области переходов <sup>4</sup>I<sub>13/2</sub> → <sup>4</sup>I<sub>15/2</sub> иона Er<sup>3+</sup> для образца после роста в

<sup>†</sup> E-mail: nick@sobolev.ioffe.ru

процессе МЛЭ приведен на рис. 1 (кривая 1). Основная особенность спектра состоит в смещении переходов между возбужденным состоянием  $^4I_{13/2}$  и компонентами основного состояния  $^4I_{15/2}$  иона  $\text{Er}^{3+}$  к низким энергиям по отношению к переходам известных излучательных центров иона эрбия [9]. Близкими энергиями переходов обладает излучательный центр, отнесенный к углероду [5–7], с наиболее интенсивной линией при  $6499 \text{ см}^{-1}$ .

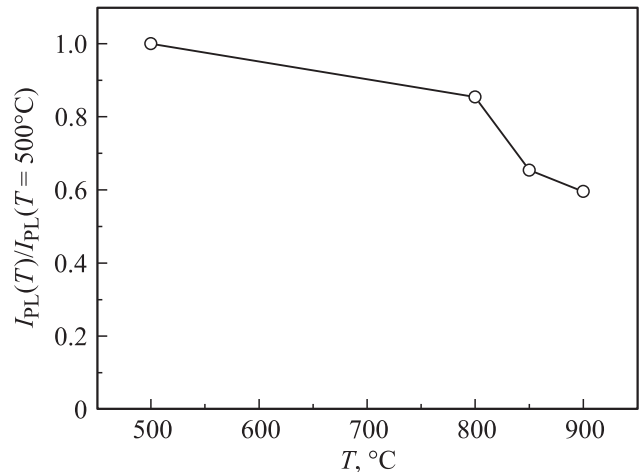
Закономерные изменения интенсивностей спектральных линий при изменении температуры изохронного отжига (рис. 1) позволяют выделить 3 серии наиболее интенсивных переходов с нижнего компонента возбужденного состояния  $^4I_{13/2}$  на уровни мультиплета  $^4I_{15/2}$ , обусловленные расщеплением в кристаллическом поле ближайшего окружения иона эрбия.

**Серия 1:** 6493, 6474, 6463, 6454, 6451, 6449, 6446, 6415, 6411, 6361, 6272,  $6178 \text{ см}^{-1}$  (точки, соответствующие двум последним значениям, находятся за пределами рис. 1). Интенсивность ФЛ в этой серии линий падает до нуля в результате увеличения температуры отжига до  $850$  и  $900^\circ\text{C}$ .

**Серия 2:** 6490, 6435.5 и, возможно,  $6302 \text{ см}^{-1}$  (точка, соответствующая последнему значению, находится за пределами рис. 1). Интенсивность ФЛ падает при увеличении температуры отжига, оставаясь отличной от нуля.

**Серия 3:** 6484, 6487, 6457, 6446,  $6378 \text{ см}^{-1}$ . Интенсивность ФЛ растет с температурой отжига от близкой к нулю в исходной структуре.

У нас нет оснований считать, что каждая из выделенных серий образована только одним излучательным центром иона  $\text{Er}^{3+}$  со структурой штарковских компо-

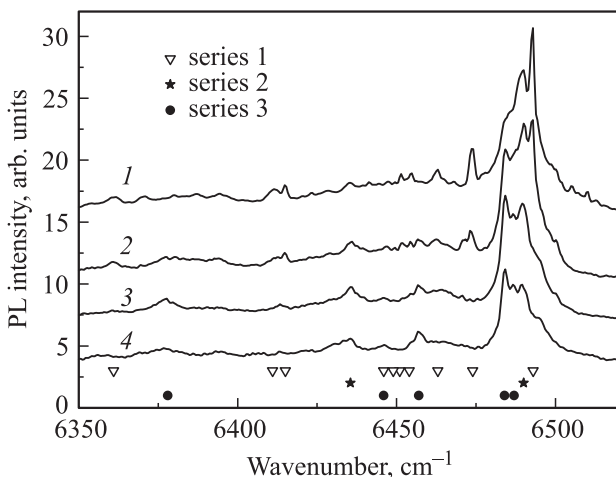


**Рис. 2.** Зависимость интегральной интенсивности фотолюминесценции  $I_{PL}$  от температуры отжига  $T$  структур, нормированная на значение интегральной интенсивности фотолюминесценции после роста в процессе МЛЭ.

нентов расщепления основного и возбужденного состояний, соответствующих одному составу и симметрии кристаллического окружения иона эрбия. На основании экспериментальных и расчетных данных в [9,10], учитывая сравнительно малую ширину линий (до  $1.4 \text{ см}^{-1}$  для линии  $6493 \text{ см}^{-1}$ ) и отмеченные выше различные изменения спектров при отжиге, можно утверждать, что каждая из наиболее интенсивных линий  $6493$ ,  $6490$  и  $6484 \text{ см}^{-1}$  соответствует переходу между нижними уровнями мультиплетов возбужденного и основного состояний в изолированном излучательном центре эрбия с низкой симметрией кристаллического окружения.

Необходимо отметить отсутствие в спектре переходов известных кислородсодержащих излучательных центров ионов эрбия [11] и центров кубической симметрии, характерных для структур с малой концентрацией кислорода [10] (например, для FZ-Si, имплантированного эрбием). Это обстоятельство согласуется с соотношением концентраций эрбия и кислорода в исследуемых образцах. Кроме того, отмеченное в работе [3] геттерирование атомов кислорода редкоземельным элементом может препятствовать образованию кислородсодержащих излучательных центров ионов эрбия в заметных концентрациях.

Низкая концентрация кислорода в эпитаксиальном слое по сравнению с содержанием внедренного эрбия определяет и характер зависимости спектров ФЛ от температуры изохронного отжига. Приведенная на рис. 2 зависимость интегральной интенсивности ФЛ в диапазоне  $6000\text{--}6600 \text{ см}^{-1}$  показывает уменьшение суммарной интенсивности люминесценции эрбиевых центров по мере повышения температуры отжига. Действительно, образование различных кислородсодержащих термодоноров и преципитатов кислорода (на начальной стадии преципитации), обусловленное диффузией кислорода к геттерирующей примеси эрбия, играет важную



**Рис. 1.** Спектры фотолюминесценции (PL) в образцах после роста без отжига (1) и с последующим отжигом в течение 30 мин при температурах  $800$  (2),  $850$  (3) и  $900^\circ\text{C}$  (4). Разрешение спектрометра  $1 \text{ см}^{-1}$ . Чтобы спектры не перекрывались, кривые 1–4 подняты на 12, 9, 6 и 3 отн. ед. Точками обозначены серии наиболее сильных линий для центров, содержащих ионы  $\text{Er}^{3+}$ , интенсивность которых одинаковым образом изменяется при варьировании температуры отжига.

роль в процессах активации светоизлучающих центров эрбия [12]. Дополнительное легирование кислородом должно приводить к увеличению интегральной интенсивности ФЛ эрбийсодержащих центров.

#### 4. Заключение

Таким образом, в слоях Si:Er, выращенных методом МЛЭ, с относительно низким содержанием кислорода после изохронного отжига при температурах 800–900°C обнаружено образование трех различных излучающих центров ионов Er<sup>3+</sup> с узкими линиями ФЛ. Интегральная интенсивность линий ФЛ с увеличением температуры отжига уменьшается.

Работа частично поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (гранты № 11-02-00953 и 13-02-00473).

#### Список литературы

- [1] N. Daldosso, L. Pavesi. *Nanosilicon Photonics Laser & Photon. Rev.*, **3** (6), 508 (2009).
- [2] K.P. Homewood, M.A. Lourenco, R.M. Gwilliam. *Optical Mater.*, **32**, 1601 (2010).
- [3] G. Franzo, E. Napolitani, P. Cardile, S. Boninelli, A. Marino, F. Priolo. *Semicond. Sci. Technol.*, **26**, 055 002 (2011).
- [4] В.Г. Шенгуров, С.П. Светлов, В.Ю. Чалков, Г.А. Максимов, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, М.В. Степихова, Д.В. Шенгуров, L. Palmetshofer, H. Ellmer. *ФТП*, **35**, 954 (2001).
- [5] Д.И. Крыжков, Н.А. Соболев, Б.А. Андреев, Д.В. Денисов, З.Ф. Красильник, Е.И. Шек. *ФТП*, **39**, 1448 (2005).
- [6] В.Г. Шенгуров, С.П. Светлов, В.Ю. Чалков, Е.А. Ускова, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, М.В. Степихова. *Изв. АН. Сер. физ.*, **64** (2), 353 (2000).
- [7] F. Priolo, S. Coffa, G. Franzo, C. Spinella, A. Carnera, V. Bellamy. *J. Appl. Phys.*, **74**, 4936 (1993).
- [8] Н.А. Соболев, Д.В. Денисов, А.М. Емельянов, Е.И. Шек, Б.Я. Бер, А.П. Коварский, В.И. Сахаров, И.Т. Серенков, В.М. Устинов, Г.Э. Цирлин, Т.В. Котерева. *ФТТ*, **47**, 108 (2005).
- [9] H. Przybylinska, W. Jantsch, Yu. Suprun-Belevich, M. Stepikhova, L. Palmetshofer, G. Hendorfer, A. Kozanecki, R.J. Wilson, V.J. Sealy. *Phys. Rev. B*, **54**, 2532 (1996).
- [10] D.E. Wortman, C.A. Morrison, J.L. Bradshaw. *J. Appl. Phys.*, **82**, 2580 (1997).
- [11] Б.А. Андреев, А.Ю. Андреев, Д.М. Гапонова, З.Ф. Красильник, А.В. Новиков, М.В. Степихова, В.Б. Шмагин, В.П. Кузнецов, Е.А. Ускова, S. Lanzerstorfer. *Изв. АН. Сер. физ.*, **64**, 269 (2000).
- [12] V.V. Emtsev, jr., C.A.J. Ammerlaan, B.A. Andreev, G.A. Oganetsyan, D.S. Poloskin, N.A. Sobolev. *Physica B*, **308–310**, 350 (2001).

Редактор Л.В. Шаронова

#### Influence of annealing temperature on low-temperature photoluminescence in Si:Er light-emitting structures grown by molecular beam epitaxy

*B.A. Andreev\*, N.A. Sobolev, D.V. Denisov, E.I. Shek*

loffe Physicotechnical Institute,  
Russian Academy of Sciences,  
194021 St. Petersburg, Russia

\* Institute for Physics of Microstructures,  
Russian Academy of Sciences,  
603095 Nizhny Novgorod, Russia

**Abstract** Photoluminescence spectra in light-emitting structures based on molecular beam epitaxy erbium-doped silicon layers grown at the temperature 500°C and annealed at 800–900°C have been studied at 4.2 K. Three groups of lines were revealed which belong to radiating centers of erbium in silicon with a low oxygen impurity concentration.