

# Выращивание методом молекулярно-лучевой эпитаксии кремниевых слоев $n$ -типа проводимости на сильно легированных бором подложках

© В.Г. Шенгуров, В.Ю. Чалков<sup>¶</sup>, Д.В. Шенгуров\*, С.А. Денисов

Научно-исследовательский физико-технический институт  
Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского,  
603950 Нижний Новгород, Россия

\* Институт физики микроструктур Российской академии наук,  
603950 Нижний Новгород, Россия

(Получена 4 февраля 2008 г. Принята к печати 15 февраля 2008 г.)

Эпитаксиальные слои Si  $n$ -типа проводимости, легированные фосфором или эрбием, были выращены методом сублимационной молекулярно-лучевой эпитаксии при  $500^\circ\text{C}$  на сильно легированных бором  $p^+$ -подложках, с удельным сопротивлением  $\rho = 0.005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ . Профили распределения концентрации примесей В, Ег и О в выращенных образцах определялись методом масс-спектрометрии вторичных ионов. Термический отжиг подложки при  $1300^\circ\text{C}$  в течение 10 мин в вакууме и выращивание при очень низкой температуре подложки дают возможность достичь экстремально резкого профиля легирующих примесей на границе раздела слой-подложка. Этот метод выращивания  $n$ - $p^+$ -переходов значительно улучшает их электрические и люминесцентные характеристики.

PACS: 73.40.Lq, 81.15.Ni

## 1. Введение

В течение последних 10 лет значительные успехи в создании светоизлучающих кремниевых структур, легированных редкоземельными элементами (в частности Ег), были достигнуты в основном благодаря использованию метода молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) [1–5]. Низкотемпературное (при  $\sim 500^\circ\text{C}$ ) эпитаксиальное наращивание слоев данным методом позволяет реализовать структуры с резкими концентрационными профилями легирующих примесей, а также совместное легирование слоев кремния атомами примесей редкоземельных элементов (Ег, Но и др.) и кислорода [2–5].

Для исследования процесса электролюминесценции ранее выращивали структуры с  $p$ - $n$ -переходом, который формировали последовательным осаждением слоев Si:(Ег,О) на подложках  $p^+$ - или  $n^+$ -кремния и осаждением приконтактного  $n^+$ - или  $p^+$ -слоя соответственно. Необходимо отметить, что выращивание методом МЛЭ диодных структур на подложках  $p^+$ -типа проводимости имеет определенные преимущества по сравнению с выращиванием структур на подложках  $n^+$ -типа. В первом варианте необходимо испарять меньшее число примесей, что снижает вероятность загрязнения слоев посторонними примесями. Кроме того, в процессе предэпитаксиального отжига подложки  $p^+$ -типа вблизи ее поверхности происходит накопление примеси (бора) [6], что способствует формированию резкого перехода на границе слой-подложка.

Ранее при выращивании светоизлучающих диодных  $p^+$ - $n$ - $n^+$ -структур использовали легированные бором подложки кремния, режимы предэпитаксиального отжига которых были различными. Так, в работе [2] температура отжига составляла  $T_a = 1000^\circ\text{C}$ , а в работе [5] —

$T_a = 1250^\circ\text{C}$ . В то же время следует отметить, что режим *in situ* предэпитаксиального отжига подложки кремния, легированной бором, может существенно изменить структуру приповерхностного слоя подложки, на котором в дальнейшем выращивают эпитаксиальные слои.

Цель данной работы заключалась в исследовании влияния предэпитаксиального отжига легированных бором кремниевых подложек на структуру их приповерхностных слоев, структуру выращенных на них эпитаксиальных слоев и на распределение концентрации примесей в приграничном с подложкой слое, а также в оценке качества диодных  $p^+$ - $n$ -структур по их вольт-фарадным (ВФХ) и вольт-амперным (ВАХ) характеристикам.

## 2. Условия эксперимента

Эпитаксиальное наращивание структур проводили методом сублимационной МЛЭ по методике, описанной в [4]. В качестве подложек использовали пластины Si (100) размером  $70 \times 10 \times 0.47 \text{ мм}$ , вырезанные из легированных бором монокристаллов с удельным сопротивлением  $\rho = 0.005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ . Подложки прямоугольной формы нагревали пропусканием тока. В качестве финишной операции подготовки поверхности подложек для эпитаксиального наращивания использовали отжиг в ростовой камере при температуре  $T_a = 1200$ – $1350^\circ\text{C}$  в течение 10–30 мин. Такой отжиг позволяет очистить поверхность подложки от окислов и фазовыраженных частиц SiC, а также избежать формирования термических ямок на поверхности [7].

Источниками паров Si и легирующей примеси служили прямоугольные бруски, вырезанные из монокристаллов Si, легированных примесями Р или Ег. Источник нагревали пропусканием тока до температуры  $\sim 1380^\circ\text{C}$ .

<sup>¶</sup> E-mail: chalkov@nifti.unn.ru

Слои Si были выращены при температуре подложки  $T_s = 450\text{--}800^\circ\text{C}$  в квазиевасляном вакууме при остаточном давлении  $\sim 2 \cdot 10^{-8}$  Торр. Толщина выращенных слоев составляла 0.3–4.0 мкм.

Исследование структур проводили с использованием металлографического, электронно-микроскопического и электронографического методов. Объектами исследования в электронном микроскопе УЭМВ-100К служили угольные реплики с поверхности эпитаксиального слоя и тонкие (толщиной 0.1–0.3 мкм) фольги из исследуемых образцов Si. Распределение концентрации примеси в структурах было исследовано методом масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС) в режиме послойного анализа. Электрофизические свойства выращенных структур оценивали на основании вольт-амперных и вольт-фарадных характеристик меза-диодов, изготовленных стандартным методом. Омические контакты к  $n^+$ - и  $p^+$ -слоям формировали последовательным осаждением в вакууме слоев Ti и Au толщиной 70 и 250 нм соответственно.

### 3. Результаты экспериментов и их обсуждение

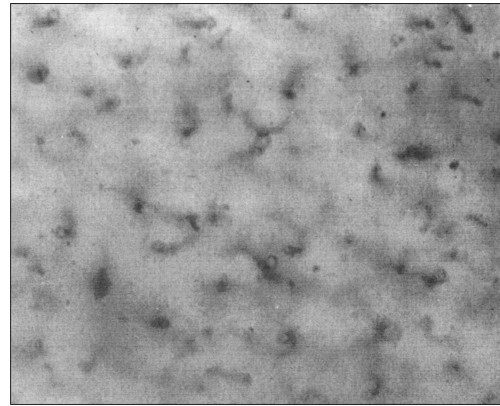
#### 3.1. Реальная структура подложек после отжига и выращенных на них слоев кремния

О влиянии отжига на структуру подложек судили после выноса их из камеры роста на воздух. На электронограммах, снятых с поверхности подложек после их отжига при выбранных нами температурах, наблюдались только кучуки-линии и кучуки-полосы.

Поверхность отожженных подложек оказалась совершенно ровной даже при исследовании ее методами реплик в электронном микроскопе. В тонких фольгах приповерхностных слоев легированных бором подложек электронная микроскопия выявила мелкодисперсные образования, плотность которых достигала  $\sim 1 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$  (рис. 1). Скопления эти очень мелкодисперсные или аморфные, так как на дифракционных картинах от фольг (на просвет) присутствуют только рефлексы от решетки кремния. Возможно, что мелкодисперсная фаза представляет собой скопление борсодержащих соединений.

Степень подготовленности поверхности подложки для наращивания эпитаксиального слоя оценивалась нами по зависимости его структуры от параметров отжига. Температура подложки при росте слоев в этих опытах составляла  $800^\circ\text{C}$ . Исследование показало, что изменение режима термообработки подложки в выбранных пределах не изменяло морфологии выращенных слоев. Плотность дислокаций в слоях была такой же, как в подложке, и только плотность дефектов упаковки зависела от режима термообработки. С повышением температуры отжига плотность дефектов упаковки быстро убывает от  $5 \cdot 10^3$  до  $\lesssim 10 \text{ см}^{-2}$ .

При исследовании реальной структуры слоев кремния от температуры роста ее изменяли от  $500$  до  $800^\circ\text{C}$ . По



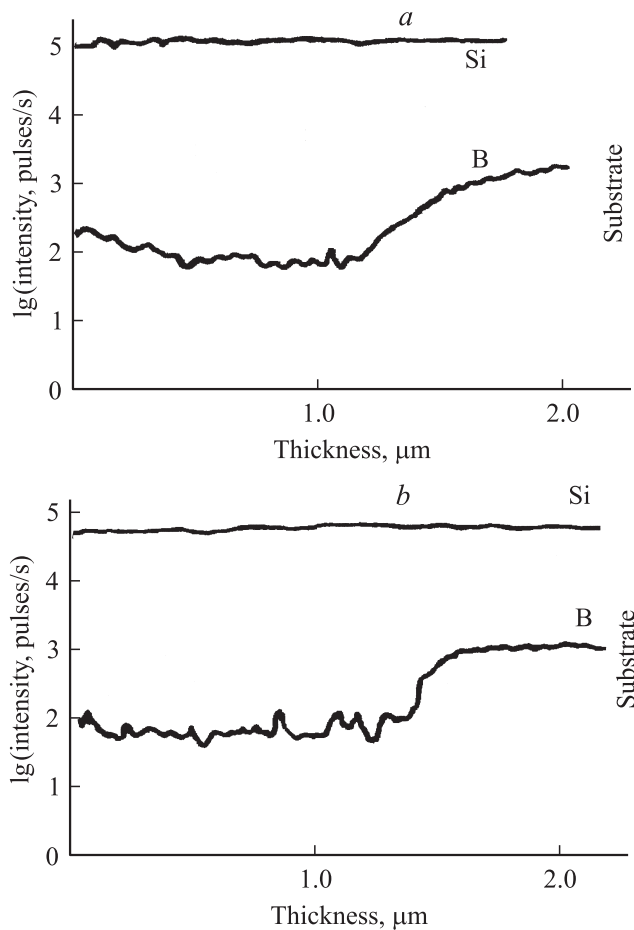
**Рис. 1.** Электронно-микроскопическое изображение подложки из кремния марки КДБ-0.005 после отжига при  $T_a = 1300^\circ\text{C}$  в течение 30 мин.  $\times 20\,000$ . Фольга на просвет.

данным электронографии, все слои, выращенные в данном интервале температур, были монокристаллическими. Наибольшая плотность дефектов была обнаружена в слоях, выращенных при низкой температуре ( $500^\circ\text{C}$ ). Плотность дефектов упаковки составляла  $\sim 5 \cdot 10^3 \text{ см}^{-2}$ , а плотность дислокаций не превышала их плотность в подложке ( $\sim 1 \cdot 10^4 \text{ см}^{-2}$ ).

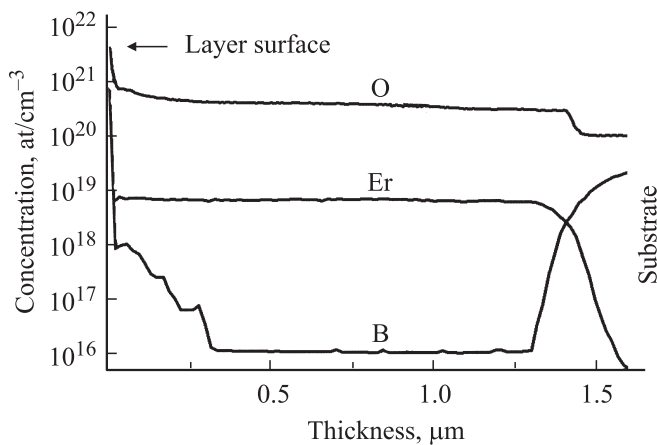
#### 3.2. Распределение концентрации примесей в эпитаксиальных слоях кремния

На рис. 2, *a, b* приведен послойный ВИМС-анализ выращенных эпитаксиальных  $p^+ - n$ -структур. Слабо легированные слои  $n$ -типа проводимости были выращены при температуре  $500^\circ\text{C}$  на легированных бором подложках кремния с удельным сопротивлением  $\rho = 0.005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ , которые отжигали при разных температурах. Как видно из рисунка, отжиг подложки при повышенной температуре приводит к формированию более резкого профиля концентрации бора на границе слой-подложка. Возможно, в результате отжига при такой температуре удастся получить наиболее чистую и совершенную поверхность и, следовательно, вырастить совершенные по структуре слои, скорость диффузии бора в которых близка к скорости в объемном монокристалле. В слоях, которые были выращены на подложках, отожженных при пониженной температуре, скорость диффузии примесей, по-видимому, более высокая.

Нами также было исследовано распределение концентрации примесей в  $p^+ - n - n^+$ -структурах с  $n$ -слоями, легированными эрбием. На рис. 3 приведен ВИМС-профиль распределения концентрации атомов бора, эрбия и кислорода в такой структуре. Легированную бором подложку кремния с  $\rho = 0.005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  предварительно отжигали при  $1300^\circ\text{C}$  в течение 10 мин. Из рисунка видно, что в эпитаксиальном  $n$ -слое концентрация эрбия равна  $8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$  — эрбий распределен однородно по толщине слоя без следов поверхностной сегрегации этой примеси. Граница слой-подложка — достаточно



**Рис. 2.** Зависимость интенсивности вторичного ионного тока элементов Si и B от глубины послойного удаления материала в процессе ВИМС. Температура отжига подложки КДБ-0.005  $T_a$ , °C: *a* — 1200, *b* — 1300.



**Рис. 3.** ВИМС-профили распределения концентрации эрбия, кислорода и бора в структуре с  $p^+ - n$ -переходом типа слой-подложка.

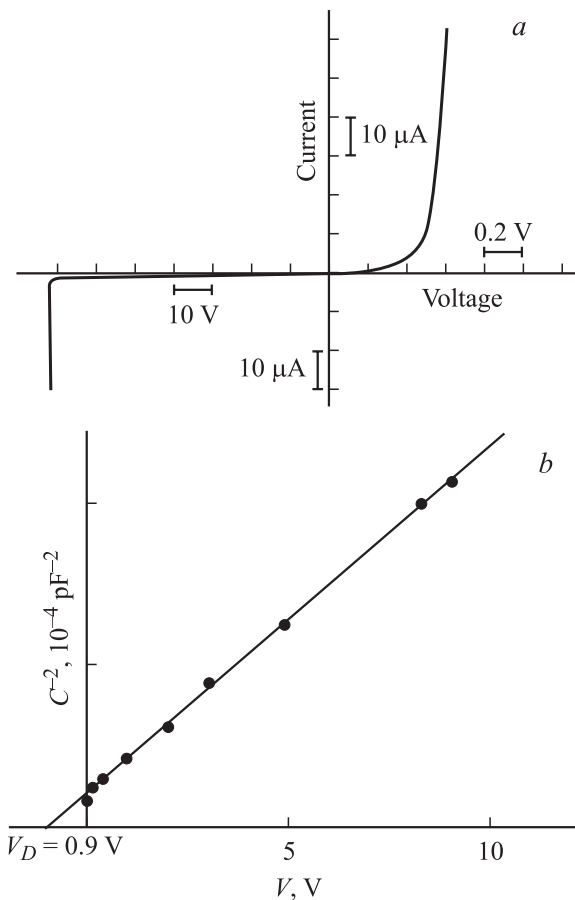
резкая по концентрациям Er, O и B. Вблизи поверхности слоя наблюдалось повышение концентрации бора, хотя в самом слое она не превышала значения

$\sim 1 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ . Эта величина сравнима с концентрацией бора, обнаруженной авторами [2] в *n*-слое при выращивании его на менее легированной бором подложке ( $\rho = 0.025 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ ), и на половину порядка величины ниже концентрации бора, зарегистрированной в работе [5], где была использована аналогичная нашей подложка кремния.

Причиной повышения концентрации атомов бора у поверхности *n*-слоя является, по-видимому, накопление атомов бора на поверхности подложки в процессе ее предэпитаксиального отжига. Накопление атомов бора происходит из-за более низкой по сравнению с Si скорости испарения этой примеси. При наращивании слоев на поверхности подложки атомы бора оттесняются растущим слоем и начинают встраиваться лишь в приповерхностный  $n^+$ -слой, который растили при  $T_s = 450^\circ\text{C}$ , т. е. при более низкой температуре, чем при росте *n*-слоя ( $T_s = 500^\circ\text{C}$ ).

### 3.3. Исследование вольт-амперных и вольт-фарадных характеристик $p^+ - n - n^+$ -структур

Качество диодных структур с  $p^+ - n$ -переходом типа слой-подложка нами оценивалось по их выпрямляющим



**Рис. 4.** Вольт-амперная (*a*) и вольт-фарадная (*b*) характеристики меза-структуры с  $p^+ - n$ -переходом типа слой-подложка.

свойствам. На рис. 4, *a* приведена типичная ВАХ меза-структуры, сформированной на  $p^+ - n - n^+$ -структуре. Видно, что ВАХ структуры такого типа обладают низкими обратными токами при напряжении  $V$ , равном  $1/2$  напряжения пробоя, и резким „входом“ в пробой. Данные по зависимости емкости ( $C$ ) меза-структуры от обратного напряжения в координатах  $C^{-2}(V)$  приведены на рис. 4, *b*. Концентрация доноров в  $n$ -слое составляла  $\sim 1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ , а толщина слоя — 4 мкм. Экстраполяция прямой к  $1/C^2 \rightarrow 0$  дает значение диффузионного потенциала  $V_D$ . Экспериментально определенные величины этих значений составили 0.8–0.9 В для данной концентрации доноров в  $n$ -слое, что соответствовало расчетному значению  $V_D = 0.88 - 0.92 \text{ В}$  [8].

На основании того, что степенная зависимость емкости меза-структуры от напряжения имеет вид  $C \propto (V + V_D)^{-1/2}$  и экспериментальное значение диффузионного потенциала близко к расчетному, можно сделать заключение о резкости  $p - n$ -перехода, полученного путем эпитаксиального выращивания  $n$ -слоев на сильно легированной бором подложке, и об однородности легирования  $n$ -слоя.

Были исследованы ВАХ диодных структур, в которых на подложках  $p^+$ -кремния с  $\rho = 0.005 \text{ Ом} \cdot \text{см}$  были выращены слои  $n$ -типа проводимости, легированные эрбием до концентрации  $\sim 8 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ , а концентрация электронов составляла  $\sim 4.5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ . Установлено, что пробой такой диодной структуры носит смешанный туннельно-лавинный характер. На данных диодных структурах наблюдались интенсивные спектры эрбиевой электролюминесценции на длине волны 1.54 мкм при прямом и обратном смещении при комнатной температуре [9].

#### 4. Заключение

Методом сублимационной МЛЭ при  $T_s = 500^\circ\text{C}$  выращены слои кремния  $n$ -типа проводимости на сильно легированных бором подложках. Исследовано влияние условий предэпитаксиального отжига подложки на структуру и распределение примеси на границе слой–подложка.

Установлено, что предэпитаксиальный отжиг подложки при повышенной температуре ( $\sim 1300^\circ\text{C}$ ) способствует формированию более резкой границы слой–подложка, чем отжиг при более низкой температуре ( $\sim 1200^\circ\text{C}$ ). В первом случае, по-видимому, в результате отжига удается получить наиболее чистую и совершенную поверхность подложки и, следовательно, вырастить совершенные по структуре слои. Концентрация атомов бора в  $n$ -слое не превышала предельный уровень ее обнаружения методом ВИМС. На основе выращенных  $p^+ - n$ -структур, в том числе с  $n$ -слоями, легированными эрбием, изготовлены диодные матрицы с хорошими выпрямляющими и электролюминесцентными характеристиками.

Работа выполнена с частичным использованием диагностических возможностей Северо-западного регионального ЦКП „Материаловедение и диагностика в передовых технологиях“. Авторы выражают благодарность Б.Я. Беру за проведение измерений ВИМС-профилей структуры, изображенных на рис. 3.

Работа поддержана грантами РФФИ (№ 07-02-01304-а и № 08-02-10063-а).

#### Список литературы

- [1] W.-X. Ni, C.-X. Du, K.B. Joelsson, G. Pozina, G.-V. Hansson. *J. Luminesc.*, **80**, 309 (1999).
- [2] J.S. Limmer, A. Reittiger, J.F. Nutzel, G. Abstreter. *Appl. Phys. Lett.*, **68**, 3290 (1996).
- [3] 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. Цырлин, Т.В. Котерева. *ФТТ*, **47** (1), 108 (2005).
- [4] В.Г. Шенгуров, С.П. Светлов, В.Ю. Чалков, Е.А. Ускова, З.Ф. Красильник, Б.А. Андреев, М.В. Степихова. *Изв. РАН. Сер. физ.*, **64** (2), 353 (2000).
- [5] В.П. Кузнецов, Р.А. Рубцова. *ФТП*, **34** (5), 519 (2000).
- [6] В.А. Толмасов, В.В. Васькин, М.И. Осянников, Р.Г. Логина, Р.А. Рубцова. *ФТП*, **15** (1), 104 (1981).
- [7] Y. Ota. *Thin Sol. Films*, **106**, 3 (1983).
- [8] С. Зи. *Физика полупроводниковых приборов* (М., Мир, 1985).
- [9] B. Andreev, V. Chalkov, O. Gusev, A. Emel'yanov, Z. Krasil'nik, V. Kuznetsov, P. Pak, V. Shabanov, V. Shengurov, V. Shmagin, N. Sobolev, M. Stepikhova, S. Svetlov. *Nanotechnology*, **13**, 97 (2002).

Редактор Л.В. Шаронова

#### Growth of silicon layers on boron heavily doped substrates by molecular-beam epitaxy technique

V.G. Shengurov, V.Yu. Chalkov, D.V. Shengurov\*, S.A. Denisov

Physical-Technical Research Institute,  
N.I. Lobachevsky State University  
of Nizhny Novgorod,  
603950 Nizhny Novgorod, Russia

\* Institute for Physics of Microstructures,  
Russian Academy of Sciences,  
603950 Nizhny Novgorod, Russia

**Abstract** Epitaxial growth of  $n$ -silicon doped with phosphorus and erbium has been performed by sublimation molecular-beam epitaxy at  $500^\circ\text{C}$  on boron heavily doped  $p^+$ -wafers with resistivity  $\rho = 0.005 \text{ }\Omega\text{-cm}$ . The concentration profiles of B, Er and O were studied by secondary ion mass spectrometry analysis of the as-grown samples. The heat treatment ( $1300^\circ\text{C}$ , 10 min, vacuum) and the very low growth temperature enabled an extremely abrupt impurity profile to be achieved for the layer–substrate interface. This growth technique allows to improve the electrical and luminescence characteristics of the  $n - p^+$  junctions obtained.