УДК 621.315.592 Исследование распределения и перераспределения кремния в тонких легированных слоях арсенида галлия, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках с ориентациями (100), (111) А, (111) В

© Г.Б. Галиев, В.Э. Каминский, В.Г. Мокеров[¶], В.К. Неволин^{*}, В.В. Сарайкин, Ю.В. Слепнев

Институт радиотехники и электроники Российской академии наук,

103907 Москва, Россия

* Московский институт электронной техники,

103498 Москва, Россия

(Получена 12 ноября 1999 г. Принята к печати 16 ноября 1999 г.)

Методом масс-спектрометрии вторичных ионов исследовано распределение кремния до и после термического отжига в тонких легированных слоях GaAs, выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложках с ориентациями (100), (111) A, (111) В. С помощью атомно-силового микроскопа исследованы рельефы поверхности выращенных эпитаксиальных пленок вне и внутри кратера ионного травления, возникающего во время анализа методом масс-спектрометрии вторичных ионов. Выявлены особенности рельефа поверхности внутри кратера для разных ориентаций. Обнаруженные изменения формы профилей легирования объяснены как особенностями развития рельефа поверхности во время ионного травления при анализе методом масс-спектрометрии вторичных ионов, так и с ускоренной диффузией Si по дефектам роста.

1. Введение

Кремний до настоящего времени остается основной примесью, используемой для легирования эпитаксиальных слоев (ЭС) $A^{III}B^V$, выращиваемых методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ). В зависимости от условий роста и ориентации подложки он, как амфотерная примесь, может занимать узлы как в подрешетке А, так и в подрешетке В. В случае арсенида галлия при ориентации подложки (100) кремний занимает место преимущественно в подрешетке Ga, образуя ЭС *n*-типа проводимости. На подложках с ориентацией (111) А и в зависимости от температуры подложки и соотношения потоков мышьяка и галлия γ ($\gamma = P_{As}/P_{Ga}$, где P_{As} и P_{Ga} — парциальные давления мышьяка и галлия в зоне роста) можно получить как компенсированные ЭС, так и ЭС *n*- или *p*-типа проводимости [1–5].

При изготовлении приборов важное значение имеет резкость перехода подложка–эпитаксиальный слой и распределение примесей в ЭС. Если поведение кремния в подрешетке галлия Si_{Ga} для GaAs (100) во время роста и после термического отжига изучено детально [6–12], то для легированных кремнием ЭС GaAs, выращенных на подложках с ориентациями (111) А и (111) В, таких данных в литературе практически нет.

Цель данной работы — исследование распределения кремния во время роста и после термического отжига в ЭС GaAs, выращенных на подложках с ориентациями (100), (111) А, и (111) В.

2. Экспериментальная часть

Исследуемые структуры выращивались методом МЛЭ на полуизолирующих подложках GaAs с ориентациями (100), (111) А и (111) В при $\gamma = 28$ и температуре роста $T_G = 600^{\circ}$ С. Значение γ выбиралось из соображений, что при этих γ ЭС на подложках (111) А и (111) В получаются близкими к компенсированным и зеркальной поверхности [3], т.е. атомы Si занимают и узлы As, и узлы Ga в кристаллической решетке GaAs. Чтобы достичь идентичности технологических условий все три образца растили в одном технологическом процессе. Это осуществлялось с помощью приклеивания трех подложек с разными ориентациями на один молибденовый держатель образца с помощью индия, что позволило обеспечить одинаковые условия роста для всех образцов. После выращивания буферного слоя толщиной ~ 0.5 мкм выращивались три легированные кремнием слоя толщиной ~ 320 Å, разделенные нелегированными слоями толщиной 640 Å, а толщина верхнего нелегированного слоя составляла 1280 Å. Схематически структура исследуемых образцов представлена на рис. 1. При формировании легированных слоев температура кремниевого источника задавалась такой, чтобы обеспечить в ЭС GaAs (100) концентрацию электронов проводимости $n_e \simeq 10^{18} \, {\rm cm}^{-3}$. Профили распределения концентрации кремния по глубине $N_{Si}(x)$ измерялись на вторичноионном масс-спектрометре IMS-4F фирмы "Cameca". При этом в качестве первичного пучка использовались ионы кислорода O_2^+ с энергией $E_p = 5 ext{ кэВ}$. Площадь растра составляла 250 × 250 мкм², а сбор вторичных ионов кремния осуществлялся с центрального участка растра размером 60 × 60 мкм при разрешении по

[¶] Fax: (095) 203 84 14

E-mail: mok@mail.cplire.ru



Рис. 1. Схематическое изображение поперечного сечения исследуемых образцов. *1–3* — легированные кремнием области.

массам 5000. Измерения шероховатости поверхности образца вне и внутри кратера после ионного травления при масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС) проводились на атомно-силовом микроскопе (АСМ) Р7-SPMLS-MDT (микроскоп компании НТ-MDT) в режиме темпинг моды. Область сканирования составляла $\sim 10\,000$ нм $\times 10\,000$ нм. Последующий отжиг образцов для исследования перераспределения Si проводился в камере роста установки МЛЭ в потоке мышьяка при температуре отжига $T_a = 750^{\circ}$ С в течение 1 ч и при давлении мышьяка $P_{\rm As} \simeq 10^{-5}$ Торр.

3. Результаты измерений и обсуждение

На рис. 2 и 3 представлены результаты измерений $N_{\rm Si}(x)$ для исследуемых образцов до (рис. 2) и после отжига (рис. 3) при $T_a = 750^{\circ}$ С в течение 1 ч. Цифрами 1, 2, 3 обозначены легированные кремнием слои, начиная от поверхности. Из рисунков видно, что в приповерхностной области наблюдается большое содержание кремния, а для образцов после отжига эта область расширяется и содержание Si в этой области увеличивается. Кроме этого, видоизменения кривых $N_{Si}(x)$ для разных ориентаций разные. Для трех образцов до отжига $N_{\rm Si}(1) \ge N_{\rm Si}(2) \ge N_{\rm Si}(3)$, что характерно при измерениях профилей легирования методом ВИМС и это связано с особенностями метода, в частности, так называемым эффектом перемешивания [10,11]. (Здесь и далее $N_{Si}(1)$, $N_{Si}(2)$, $N_{Si}(3)$ — максимальные значения концентрации кремния в легированных областях 1, 2, 3 соответственно, согласно рис. 1). А для образцов после отжига, как видно из рис. 3, ситуация другая, а именно $N_{\rm Si}(1) < N_{\rm Si}(2) < N_{\rm Si}(3)$ для ориентаций (100) и (111) А и $N_{\text{Si}}(1) > N_{\text{Si}}(2) > N_{\text{Si}}(3)$ для ориентации (111) В.

В табл. 1 представлены значения полной ширины при половине максимума (FWHM-full width at half maximum) пиков $N_{Si}(x)$ для исследуемых образцов до и после отжига, $N_{Si}(x)$ которых представлены на рис. 2 и 3. Обозначим значения FWHM соответствующих легированных слоев (согласно рис. 1) до отжига символами $\Delta_{00}(1,2,3)$, $\Delta_{0A}(1,2,3)$, $\Delta_{0B}(1,2,3)$, а после отжига $\Delta_{a0}(1, 2, 3), \Delta_{aA}(1, 2, 3), \Delta_{aB}(1, 2, 3)$ для ориентаций (100), (111) А и (111) В соответственно. По этим данным видно, что для ориентаций (100) и (111) В значения FWHM для пиков 1, 2, 3 до отжига соотносятся как $\Delta_{00}(1) < \Delta_{00}(2) < \Delta_{00}(3)$ $\Delta_{0B}(1) < \Delta_{0B}(2) < \Delta_{0B}(3),$ а для (111) A И $\Delta_{0A}(1) \approx \Delta_{0A}(2) \approx \Delta_{0A}(3).$

Рассмотрим сначала ситуацию до отжига для ориентаций (100) и (111) В. Уширение профилей легирования слоев 2 и 3 по сравнению со слоем 1 в данном случае

Ориентация									
	(100)		(111) A			(111) B			
Номера слоев	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Обозначение FWHM до отжига	$\Delta_{00}(1)$	$\Delta_{00}(2)$	$\Delta_{00}(3)$	$\Delta_{0A}(1)$	$\Delta_{0A}(2)$	$\Delta_{0A}(3)$	$\Delta_{0B}(1)$	$\Delta_{0B}(2)$	$\Delta_{0B}(3)$
Значение FWHM в Å до отжига	350	364	376	350	350	350	475	575	650
Обозначение FWHM после отжига при $T = 750^{\circ}$ C	$\Delta_{a0}(1)$	$\Delta_{a0}(2)$	$\Delta_{a0}(3)$	$\Delta_{aA}(1)$	$\Delta_{aA}(2)$	$\Delta_{aA}(3)$	$\Delta_{aB}(1)$	$\Delta_{aB}(2)$	$\Delta_{aB}(3)$
Значение FWHM в Å после отжига при $T = 750^{\circ}$ C	440	440	420	374	385	385	—	—	660

Таблица 1.



Рис. 2. Профили распределения кремния по глубине $N_{Si}(x)$, измеренные методом ВИМС, для исследуемых образцов, выращенных на подложках с ориентациями (100), (111) A, (111) В до отжига.

можно объяснить особенностями метода ВИМС, т.е. эффектом "перемешивания" и (или) развитием рельефа поверхности при ионном травлении. Кроме этого уширение профилей легирования, т.е. увеличение Δ , нижележащих от поверхности образца $\Delta(2)$ и $\Delta(3)$ слоев могут быть вызваны диффузией Si во время роста, поскольку слои 2 и 3 находятся при $T = T_G$ дольше, чем слой 1. Такие результаты были получены в [10] для б-легированных слоев. Однако в нашем случае отжиг выращенных структур при $T_a = 750^{\circ}$ С в течение 60 мин не привел к значительному уширению профилей. Поэтому изменения Δ в не отожженных образцах для ориентаций (100) и (111) В скорее всего связаны с развитием рельефа поверхности при измерениях $N_{\rm Si}(x)$ методом ВИМС. В табл. 2 представлены данные по измерениям на АСМ значений R_{max}, R_{mean}, R_a и R_q. (Здесь $R_{\rm max}$ — максимальное отклонение от среднего значения, R_{mean} — среднее значение, R_a — шероховатость поверх-



Рис. 3. Профили распределения кремния по глубине $N_{Si}(x)$, измеренные методом ВИМС, для исследуемых образцов, выращенных на подложках с ориентациями (100), (111) A, (111) В после отжига.

ности, R_q — среднеквадратичное отклонение). Отметим значительное отличие значений FWHM для ориентаций (100) и (111) В, в частности $\Delta_{00} < \Delta_{0B}$ для всех слоев (табл. 1). Сравнение и сопоставление данных по этим образцам (см. табл. 1 и 2) позволяет предположить, что отличие в значениях FWHM связано скорее всего и с первоначальной шероховатостью, и с развитием рельефа поверхности при ионном травлении. В частности, если для ориентации (100) значение $R_a \simeq 0.9$, то для (111) В $R_a \simeq 14$.

В отличие от (100) и (111) В для ориентации (111) А значения FWHM до отжига практически не изменяются (табл. 1), хотя изменения в R_{max} , R_a , R_q внутри кратера существенно больше по сравнению с данными для ориентации (100). Этот результат можно объяснить разным развитием рельефа поверхностей для различных ориентаций при ионном травлении во время анализа методом ВИМС. На рис. 4 и 5 представлены изображения

Таблица 2.

	Ориентация											
	100 Вне Внутри		(11	1) A	(111) B							
			Вне	Внутри	Вне	Внутри						
	кратера	кратера	кратера	кратера	кратера	кратера						
R _{max} , нм	20	27	23	140	139	160						
R_{mean} , нм	4.9	10.79	7.8	58	79	74						
R_a , нм	0.9	3.47	1.7	30	14	17						
R_q , нм	1.29	4.3	2.27	36	19	21						

поверхностей, полученных методом ACM, вне (рис. 4) и внутри (рис. 5) кратера ионного травления для образцов с ориентацией (100) и (111) А. (Поскольку изображения поверхностей вне кратера для всех трех исследуемых образцов друг от друга радикально не отличаются, здесь представлено изображение только для одного образца). Как видно из рис. 5, рельеф поверхности для ориентации (111) А после ионного травления представляет собой почти периодическую структуру чередующихся гребней и впадин с высотой ~ 120 Å. Заметим, что для ориентаций (100) и (111) В такого рельефа поверхности после ионного травления не наблюдается.

Аналогичный рельеф поверхности GaAs в кратере ионного травления во время анализа методом ВИМС, как в нашем случае для ориентации (111) А, наблюдали авторы [13], которые такие неоднородности назвали рябью (ripples). В [13] подробно исследованы условия возникновения, параметры неоднородностей типа ряби и их изменения в зависимости от изменения энергии и угла падения первичного ионного пучка (O₂⁺).

В нашем случае неоднородности типа ряби, как в [13], в кратере ионного травления появляются только в случае образца с ориентацией (111) А. Поскольку в наших измерениях методом ВИМС угол падения и энергия первичного пучка оставались при всех измерениях одинаковыми, возникновение ряби, вероятно, связано с особенностями взаимодействия первичного ионного пучка и поверхности GaAs с ориентацией (111) А. И, по-видимому, выход ионов Si при анализе методом ВИМС в данном случае получается усредненным с толщины амплитуды размаха "ripples" (~ 120 Å в нашем случае), а это в свою очередь и вызывает слабую зависимость уширения профилей в зависимости от глубины.

Рассмотрим данные для исследуемых образцов после отжига. Как видно из рис. 3, наряду с изменением вида кривых $N_{\rm Si}(x)$ после отжига происходят изменения в величинах FWHM. В частности, для ориентации (100) максимальные изменения в значениях FWHM для легированных кремнием областей 1,2,3 до и после отжига составляют $\Delta_{a0}(1) - \Delta_{00}(1) \simeq 90$ Å. А для ориентации (111) А эти изменения незначительны и составляют $\Delta_{aA}(3) - \Delta_{0A}(3) \simeq 30$ Å. Увеличение FWHM для ориентации (100) можно объяснить диффузией Si во время отжига. Зафиксированное незначительное увели-

чение значения FWHM для ориентации (111) А можно объяснить как диффузией, так и, как уже отмечалось выше, возникновением неоднородностей типа "ripples" во время ионного травления при анализе методом ВИМС и особенностями выхода вторичных ионов из такой поверхности. Для образца с ориентацией (111) В изменения в значениях FWHM после отжига определить не удается (кроме пика 3) из-за сильного видоизменения кривых $N_{Si}(x)$.



Рис. 4. Изображение исходной поверхности эпитаксиального слоя, полученное атомно-силовым микроскопом, для образца, выращенного на подложке с ориентацией (100).



Рис. 5. Изображение поверхности внутри кратера ионного травления, полученное атомно-силовым микроскопом, для образца, выращенного на подложке с ориентацией (111) А (внизу показан укрупненный фрагмент поверхности).

Физика и техника полупроводников, 2000, том 34, вып. 7

В заключение рассмотрим изменение вида $N_{Si}(x)$ в приповерхностной области. Наличие первоначального содержания кремния в тонкой приповерхностной области для легированных кремнием глубинных эпитаксиальных слоев GaAs наблюдалось во многих работах (например, [6,9,10]). Эта область некоторыми авторами не рассматривается, а согласно [9] наличие большого содержания Si в начальной нелегированной области не представляет реальную высокую концентрацию кремния в узлах решетки GaAs и больше похожа на вкравления Si в местах дефекта роста, что авторы и наблюдали в микроскоп. В нашем же случае это тоже хорошо проявляется во время анализа методом ВИМС в режиме ионного изображения, когда эти вкравления Si видны в виде светящихся точек в области анализа. Сильный уход кремния к поверхности после отжига для образца, выращенного на подложке с ориентацией (111) В, можно объяснить ускоренной диффузией Si по дефектам роста, поскольку эта поверхность при данных условиях роста получается наиболее дефектной.

4. Заключение

Таким образом, по результатам проведенных исследований при выполнении данной работы можно сделать следующие выводы.

1. При одинаковом значении γ шероховатости поверхности выращенных ЭС на подложках с ориентациями (100), (111) А и (111) В разные. В частности, при $\gamma = 28$ поверхность наилучшая для ориентации (100) (значение R_a наименьшее) и наихудшая для (111) В (значение R_a наибольшее).

2. При измерениях широховатости поверхности методом ACM обнаружено, что рельеф поверхности GaAs с ориентацией (111) А, в отличие от (100) и (111) В, при ионном травлении во время анализа методом ВИМС развивается в виде неоднородностей типа ряби. Показано, что такая особенность развития рельефа может ухудшить разрешение по глубине метода ВИМС, особенно при измерениях профилей распределения примеси в тонких и сверхтонких слоях.

3. Предположено, что выявленное увеличение содержания кремния в приповерхностной области в образцах после отжига связано с ускоренной диффузией Si по дефектам.

Список литературы

- W.I. Wang, E.E. Mendez, T.S. Kuan, L. Esaki. Appl. Phys. Lett., 47, 326 (1985).
- [2] F. Piazza, L. Pavesi, M. Henin, D. Johnston. Semicond. Sci. Technol., 7, 1504 (1992).
- [3] В.Г. Мокеров, Г.Б. Галиев, Ю.В. Слепнев, Ю.В. Хабаров. ФТП, 32, 1320 (1998).
- [4] Y. Okano, H. Seto, H. Katahama, S. Hishine, I. Fujimoto, T. Suzuki. Japan. J. Appl. Phys., 28, N 2, L151 (1989).

- [5] Y. Kadoya, A. Sato, H. Kano. J. Cryst. Growth, 111, 280 (1991).
- [6] Ph. Jansen, M. Meuris, M. Van Rossum, G. Borgs. J. Appl. Phys., 68, 3766 (1990).
- [7] E.F. Schubert, J.B. Stark, T.H. Chiu, B. Tell. Appl. Phys. Lett., 53, 293 (1988).
- [8] K.H. Lee, D.A. Stevenson, M.D. Deal. J. Appl. Phys., 68, 4008 (1990).
- [9] L. Pavesi, N.H. Ky, J.D. Ganiere, F.K. Reinhart, N. Baba-Ali, I. Harrison, B. Tuck, M. Henini. J. Appl. Phys., 71, 2225 (1992).
- [10] R.B. Beall, J.B. Clegg, J.J. Harris. Semicond. Sci. Technol., 3, 612 (1988).
- [11] A.-M. Lanzillotto, M. Santos, M. Shayegan. Appl. Phys. Lett., 55, 1445 (1989).
- [12] Mark E. Greiner, J.F. Gibbons. Appl. Phys. Lett., 44, 750 (1984).
- [13] A. Ishitani, A. Karen, Y. Nakagawa, M. Uchida, M. Hatada, K. Okuno, F. Soeda. *Proc. SIMS VIII* (Amsterdam, The Netherlands, 1991) p. 315.

Редактор В.В. Чалдышев

Investigation of silicon distribution and redistribution in thin doped gallium arsenide layers grown by molecular-beam epitaxy on substrates with (100), (111) A and (111) B orientations

G.B. Galiev, V.E. Kaminskii, V.G. Mokerov, V.C. Nevolin*, V.V. Saraikin, Yu.V. Slepnev

Institute of Radio Engineering and Electronics, Russian Academy of Sciences, 103907 Moscow, Russia * Moscow Institute of Electronics Engineering,

103480 Moscow, Russia

Abstract The Si distribution in thin doped layers of GaAs, which are grown by MBE on substrates with orientations (100), (111) A, (111) B has been studied by SIMS before and after heating. The surface relief of the grown epitaxial layer and the ionic etching crater were investigated by the atomic resolution microscopy. Features of the crater surface relief were determined for different orientations. Observed changes of the doping profile are explained in terms of the surface relief irregularities developing during SIMS ionic etching and accelerated Si diffusion through growth defects as well.