

硅基锗薄膜选区外延生长研究

汪建元 王尘 李成 陈松岩

Selective area growth of Ge film on Si

Wang Jian-Yuan Wang Chen Li Cheng Chen Song-Yan

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 64, 128102 (2015) DOI: 10.7498/aps.64.128102

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.128102>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2015/V64/I12>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

衬底位置对化学气相沉积法制备的磷掺杂 p 型 ZnO 纳米材料形貌和特性的影响

Influences of the substrate position on the morphology and characterization of phosphorus doped ZnO nanomaterial

物理学报.2014, 63(16): 168101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.168101>

等离子体增强化学气相沉积工艺制备 SiON 膜及对硅的钝化

Preparation of SiON film by plasma enhanced chemical vapor deposition and passivation on Si

物理学报.2014, 63(12): 128102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.128102>

金属有机源化学气相沉积法生长氧化锌薄膜中氢气的作用及其机理

Influence and mechanism of H₂ in the epitaxial growth of ZnO using metal-organic chemical vapor deposition method

物理学报.2014, 63(11): 118103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.118103>

高速微晶硅薄膜沉积过程中的等离子体稳态研究

Analysis on steady plasma process of high-rate microcrystalline silicon by optical emission spectroscopy

物理学报.2013, 62(16): 168103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.168103>

碳纳米片-碳纳米管复合材料的一步合成及其场发射性质研究

One-step synthesis of a carbon nano sheet-carbon nanotubes composite and its field emission properties

物理学报.2013, 62(3): 038101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.038101>

硅基锗薄膜选区外延生长研究*

汪建元† 王尘 李成 陈松岩

(厦门大学物理学系半导体光子学研究中心, 厦门 361005)

(2015年1月16日收到; 2015年3月10日收到修改稿)

利用超高真空化学气相沉积系统, 基于低温 Ge 缓冲层和选区外延技术, 在 Si/SiO₂ 图形衬底上选择性外延生长 Ge 薄膜. 采用 X 射线衍射、扫描电镜、原子力显微镜、拉曼散射光谱等表征了其晶体质量和应变等参数随图形尺寸的变化规律. 测试结果显示, 位错密度随着图形衬底外延窗口的尺寸减小而减少, Ge 层中的张应变随窗口尺寸的增大先增大而后趋于稳定. 其原因是选区外延 Ge 在图形边界形成了 (113) 面, 减小了材料系统的应变能, 而单位体积应变能随窗口尺寸的增加而减少; 选区外延厚度为 380 nm 的 Ge 薄膜 X 射线衍射曲线半高宽为 678'', 表面粗糙度为 0.2 nm, 表明选区生长的 Ge 材料具有良好的晶体质量, 有望应用于 Si 基光电集成.

关键词: 超高真空化学气相沉积, 选区外延, 锗

PACS: 81.15.Gh, 78.55.Ap, 68.55.-a

DOI: 10.7498/aps.64.128102

1 引言

Ge 材料由于具有比硅材料更高的电子和空穴迁移率、更低的禁带宽度以及其晶格常数与 III-V 族半导体材料相匹配等优点, 引起了人们的广泛关注. 近年来, Ge 材料由于其与 Si 器件工艺兼容性好, 被广泛应用于近红外光电领域, 如用作外延 III-V 族多结太阳能电池的衬底材料、硅基 Ge 波导光电探测器等^[1-3]. 然而, 由于 Si 和 Ge 的晶格失配较大, 达到 4.2%, 在 Si 上直接外延纯 Ge 材料将引入大量的失配位错, 并使表面粗糙. 高的位错密度将增加器件的漏电流, 降低器件的性能; 粗糙的表面将增加器件制作的工艺难度. 所以, 减少位错密度和降低表面粗糙度成为外延生长高质量 Si 基 Ge 材料的关键.

为了在 Si 衬底上异质结外延出高质量的 Ge 层, 文献报道了许多方法和技术, 比如组分渐变 SiGe 缓冲层技术^[4]、低温 Ge 缓冲层技术^[5,6]、选区外延技术^[7]和高低温循环热退火等^[8]. 其中组分渐变 SiGe 缓冲层技术, 工艺复杂且生长材料过渡

层较厚, 不太适合小尺寸集成器件的研制; 而低温 Ge 缓冲层技术工艺比较简单, 过渡层薄, 材料表面平整, 成为目前 Si 基 Ge 材料生长的主要方法. 然而基于低温 Ge 缓冲层外延的 Si 基 Ge 材料的位错密度仍然偏高, 需要增加循环退火过程进一步减小位错, 会引起 Si-Ge 界面互扩散. 另一种减小位错的方法是采用纳米尺度的图形衬底, 通过图形衬底对穿透位错的终结, 获得低位错密度的 Ge 材料^[9]. 而实际应用中常常需要较大面积的选区外延以实现器件的单片集成, 目前对选区外延的研究仍很少. 本文采用超高真空化学气相沉积 (UHV/CVD) 方法在 Si/SiO₂ 图形衬底上生长高质量 Ge 材料, 结合低温缓冲层和选区外延技术, 研究了位错密度和应变随图形衬底外延窗口尺寸的变化规律, 获得了较高质量的选区外延 Ge 薄膜.

2 实验

本文利用 UHV/CVD 系统制备样品. 系统的本底真空度可达 1×10^{-7} Pa, 配有反射式高能电子衍射仪原位实时观测生长过程, 生长气源为高

* 国家自然科学基金 (批准号: 61474094) 和国家重点基础研究发展计划 (批准号: 2012CB933503) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: wangjianyuan@xmu.edu.cn

纯GeH₄. Ge选区外延生长的工艺流程如图1所示: 厚度为550 μm的N型Si(100)衬底经过RCA标准清洗后, 传入高温热氧化炉中, 在1150 °C下, 热氧化生成800 nm左右的SiO₂, 而后对样品光刻出窗口; 以光刻胶作掩膜, 用CHF₃对样品窗口处的SiO₂进行反应离子刻蚀直至露出Si表面, 用丙酮去除光刻胶; 将制备好的图形衬底再进行RCA标准清洗后传入生长室, 缓慢加热衬底至1000 °C进行脱氧, 去除Si表面的本征氧化层; 脱氧结束后, 衬底降温到生长温度即可开始生长Ge

薄膜. 用于选区外延的Si/SiO₂图形衬底是尺寸从2 μm变化至100 μm的正方形阵列和大尺寸图形(600 μm × 1200 μm), 生长结构为: 先在330 °C生长约80 nm的低温Ge缓冲层, 然后将温度升至600 °C, 生长300 nm的高温Ge层. 通过扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM), X射线衍射(X-ray diffraction, XRD)、原子力显微镜(atomic force microscope, AFM)、拉曼散射谱(Raman)对样品的结构和表面形貌进行了测试表征.

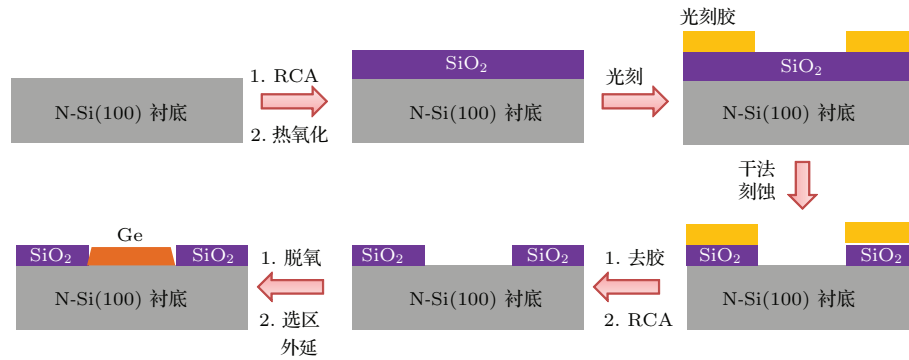


图1 Ge选区外延工艺流程图

Fig. 1. Process flow used for the selective epitaxial Ge.

3 结果与讨论

为了研究外延过程中不同尺寸外延窗口对位错的限制作用, 测试了不同尺寸正方形外延窗口样品的SEM形貌, 并统计了位错密度, 结果如图2和图3所示. 从图2和图3可见, 位错密度随着外延窗口尺寸的减小而减小, 在外延窗口尺寸为10 μm × 10 μm情况下, 位错密度只有

$2.3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$, 说明小尺寸窗口更容易限制位错并外延生长出更高质量的Ge薄膜. 小尺寸窗口内生长Ge, 穿透位错更易传播到窗口SiO₂边墙而淬灭.

采用拉曼散射光谱对不同尺寸正方形窗口内生长的Ge外延层的应变进行了表征, 根据拉曼频移与应变的关系 $\omega (\text{cm}^{-1}) = 300.6 - 400\epsilon_{//}$ 计算了Ge层中的应变, 并绘制了应变随外延窗口尺寸的变化曲线, 如图4所示. 从图4可以看出, 经过低高

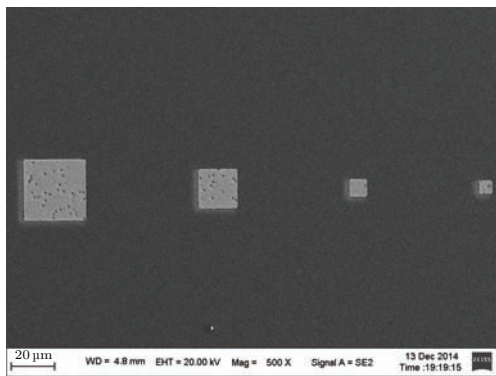


图2 不同尺寸正方形外延窗口处位错坑分布情况的SEM图

Fig. 2. SEM graph of dislocation pits of the selective epitaxial Ge sample with various square shapes.

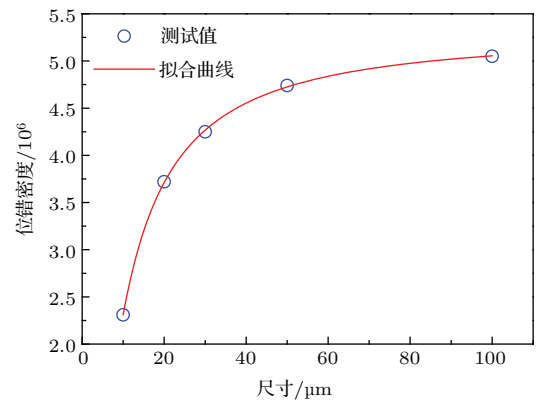


图3 位错密度随正方形窗口尺寸分布

Fig. 3. The dislocation density of the selective epitaxial Ge as a function of square shape size.

温 Ge 外延后, Ge 层中的应变状态都是张应变. 在 Si 衬底上高温生长 Ge 薄膜, 由于 Ge 的热膨胀系数比 Si 的热膨胀系数大, 当 Si/Ge 薄膜一起从高温冷却到室温时, Si 衬底晶格收缩得比 Ge 薄膜慢, 对 Ge 薄膜产生的张力作用阻碍了 Ge 晶格的收缩, 在 Ge 层中产生了张应变, 张应变随窗口尺寸的增大先增大后趋于稳定. 对这种变化规律可以做如下解释. 在外延过程中, 薄膜表面起伏或者窗口边缘形成高指数晶面(如形成(113)面)都能一定程度地释放应力, 减小了外延材料系统的应变能. 形成高指数晶面后材料系统单位体积减少的应变能 E_r 可以用下式表示 [10,11]:

$$E_r = 2c \left[\left(\frac{h}{s} \right) \ln \left(\frac{s}{h} e^{3/2} \tan \theta \right) + \left(\frac{h}{t} \right) \ln \left(\frac{t}{h} e^{3/2} \tan \theta \right) \right], \quad (1)$$

式中, s 和 t 分别为外延窗口的宽度和长度, 本文中 $s = t$; $c = \sigma_b^2(1 - \nu_{Si})/2\pi G_{Si}$, 其中, σ_b 为无图形平面 Ge 薄膜的双轴应力, ν_{Si} 和 G_{Si} 分别为 Si (100) 衬底的泊松比和剪切模量. 由 (1) 式可以得到, 单位体积内应变能的减少量随外延窗口尺寸的增加呈现先急剧减小后稳定不变的趋势, 这个趋势与图 4 中的变化规律是相符的, 也就是说, 图形尺寸越小, 单位体积应变能减少得越多, 薄膜弛豫度越高, 应变越小.

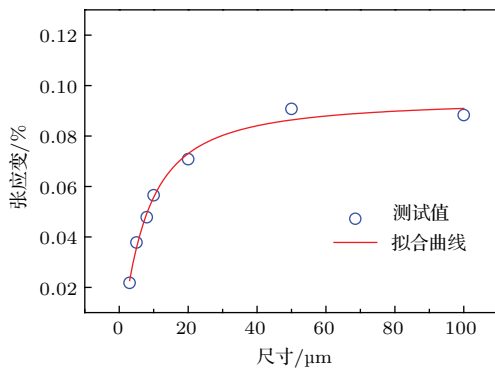


图 4 Ge 层中应变随正方形窗口尺寸的变化

Fig. 4. The strain of the selective epitaxial Ge as a function of square shape size.

另外, 我们对外延生长样品的截面进行了 SEM 测试表征, 如图 5 所示, Ge 外延层的总厚度约为 380 nm. 在生长窗口靠近 SiO₂ 边墙处, 形成了(113)面, 其与衬底的夹角为 25.2°, 小平面的形成是由系统的表面能和应变能相互平衡作用的结果. 在 SiO₂ 掩膜层上没有看到 Ge 的生长, Ge 材料很好地选择性外延在窗口中, 这非常有利于后续各种器件的制备.

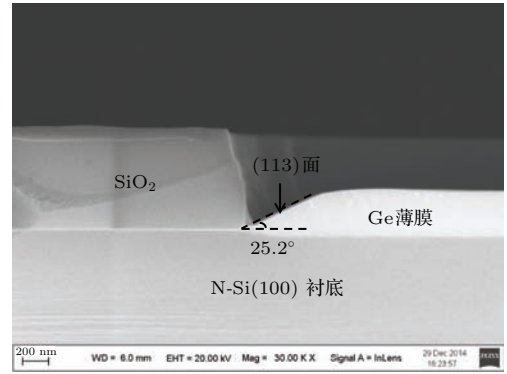


图 5 样品横截面的 SEM 扫描图

Fig. 5. Cross section SEM graph of the selective epitaxial Ge.

为了分析样品的晶体质量, 测试了样品 Ge(004) 面和 (224) 面的 XRD 曲线, 如图 6 所示. 从图 6 可以得到衬底 Si 的峰位和 Ge 层的峰位; Ge 衍射峰的半高宽为 678'', 在 Ge 层厚度较薄, 仅为 380 nm 情况下, 这是一个相对较低的值, 说明选区外延的 Ge 薄膜具有较高的晶体质量 [12]; 结合 Ge(004) 和 Ge(244) 衍射峰, 计算得到该样品外延 Ge 层中的张应变约为 0.19%. 由于外延样品包含多个尺寸图形, 其中较小尺寸图形 (< 100 μm²) 所占比例约为 10%, 大尺寸图形 (600 μm × 1200 μm) 所占比例为 90%, XRD 测试的结果为各个图形衬底上外延的 Ge 薄膜的平均值, 主要取决于大图形衬底上外延的 Ge 薄膜应变. 由于大图形衬底上 Ge 层的应变和无图形平面衬底上的应变几乎相同, (113) 面的形成对应变的影响可以忽略, 应变主要是由 Ge 与 Si 之间热膨胀系数失配造成的. 图 7 是样品的选区外延窗口中外延 Ge 的 AFM 表面形貌图, 可以看到样品的表面非常平整, 在 2 μm × 2 μm 的扫描范围内, 表面粗糙度 RMS 仅为 0.2 nm.

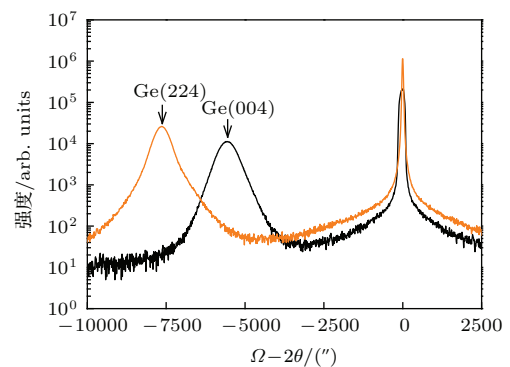


图 6 样品的 XRD 摇摆曲线

Fig. 6. XRD pattern of the selective epitaxial Ge.

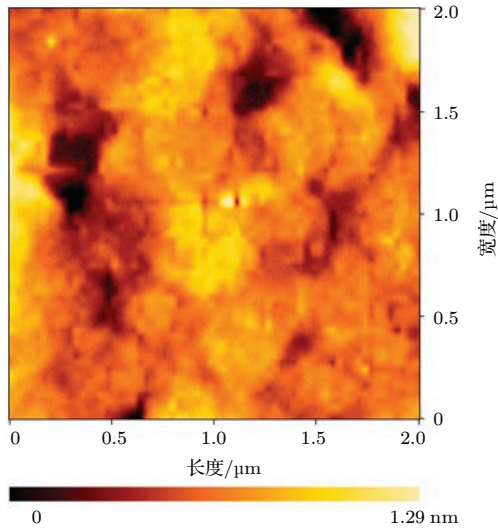


图7 (网刊彩色)样品的AFM表面形貌图

Fig. 7. (color online) AFM image of the selective epitaxial Ge.

4 结 论

本文采用UHV/CVD设备,结合低温Ge缓冲层和选区外延技术,在图形Si/SiO₂衬底上外延生长Ge薄膜. SEM测试结果表明,位错密度随着图形衬底外延窗口的尺寸减小而减少,小尺寸的窗口有利于位错的湮没. Ge层中的张应变随窗口尺寸的增大先增大后趋于稳定,这是由于选区外延后Ge形成了(113)面,材料系统单位体积应变能随窗口尺寸的增加而减少的结果. XRD, SEM测试结果表明,选区外延生长的Ge材料具有良好的晶体质量,且表面平整,粗糙度只有0.2 nm. 该材料将

有望应用于Si基集成高速电子和光电子器件.

参考文献

- [1] Colace L, Masini G, Galluzzi F, Assanto G, Capellini G, Gaspare L D, Palange E, Evangelisti F 1998 *Appl. Phys. Lett.* **72** 3175
- [2] Bandaru P R, Sahni S, Yablonovitch E, Liu J, Kim H J, Xie Y H 2004 *Mater. Sci. Eng.* **113** 79
- [3] Oh J, Banerjee S K, Campbell J C 2004 *IEEE Photon. Tech. Lett.* **16** 581
- [4] Currie M T, Samavedam S B, Langdo T A, Leitz C W, Fitzgerald E A 1998 *Appl. Phys. Lett.* **72** 1718
- [5] Luan H C, Lim D R, Lee K K, Chen K M, Sandland J G, Wada K, Kimerling L C 1999 *Appl. Phys. Lett.* **75** 2909
- [6] Chen C Z, Zheng Y Y, Huang S H, Li C, Lai H K, Chen S Y 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 078104 (in Chinese) [陈城钊, 郑元宇, 黄诗浩, 李成, 赖虹凯, 陈松岩 2012 物理学报 **61** 078104]
- [7] Vanamu G, Datye A K, Zaidi S H 2006 *Appl. Phys. Lett.* **88** 204104
- [8] Li C, Chen Y H, Zhou Z W, Lai H K, Chen S Y 2009 *Appl. Phys. Lett.* **95** 251102
- [9] Langdo T A, Leitz C W, Currie M T, Fitzgerald E A, Lochtefeld A, Antoniadis D A 2000 *Appl. Phys. Lett.* **76** 3700
- [10] Tersoff J, Tromp R M 1993 *Phys. Rev. Lett.* **70** 2782
- [11] Tersoff J, LeGoues F K 1994 *Phys. Rev. Lett.* **72** 3570
- [12] Su S J, Wang W, Zhang G Z, Hu W X, Bai A Q, Xue C L, Zuo Y H, Cheng B W, Wang Q M 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 028101 (in Chinese) [苏少坚, 汪巍, 张广泽, 胡炜玄, 白安琪, 薛春来, 左玉华, 成步文, 王启明 2011 物理学报 **60** 028101]

Selective area growth of Ge film on Si*

Wang Jian-Yuan[†] Wang Chen Li Cheng Chen Song-Yan

(Semiconductor Photonics Research Center, Department of Physics, Xiamen University, Xiamen 361005, China)

(Received 16 January 2015; revised manuscript received 10 March 2015)

Abstract

According to low temperature Ge buffer layer and selective area epitaxy technology, we selectively grow Ge film on patterned Si/SiO₂ substrate using ultra-high vacuum chemical vapor deposition. By using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope, atomic force microscopy and Raman scattering spectrum, we obtain its crystal quality and the laws of stress and other parameters varying with shape size. The results show that threading dislocation density decreases with shape size decreasing. Moreover, the tensile strain of Ge layer first increases and then turns stable with the increase of shape size, which can be attributed to the formation of (113) facet during Ge selective area growth. The formation of (113) facet reduces the strain energy of epitaxial material system, and the reduction of strain energy per unit volume decreases with increasing the shape size. The root-mean-square surface roughness of the Ge epilayer with a thickness of 380 nm is about 0.2 nm, the full-width-at-half maximum of the Ge peak of the XRD profile is about 678". It is indicated that the selective area epitaxial Ge layer is of good quality and will be a promising material for Si-based optoelectronic integration.

Keywords: ultra-high vacuum chemical vapor deposition, selective area growth, germanium

PACS: 81.15.Gh, 78.55.Ap, 68.55.-a

DOI: 10.7498/aps.64.128102

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 61474094) and the National Basic Research Program of China (Grant No. 2012CB933503).

[†] Corresponding author. E-mail: wangjianyuan@xmu.edu.cn