ФИЗИКА ТВЁРДОГО ТЕЛА

УДК 539.533, 537.533.35

ВЛИЯНИЕ ДЕФЕКТОВ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ КРЕМНИЯ НА САПФИРЕ

© 2012 г.

Н.О. Кривулин, Д.А. Павлов, П.А. Шиляев, Е.В. Коротков, В.А. Гладышева, А.И. Бобров

Нижегородский госуниверситет им. Н.И. Лобачевского

Krivulin@phys.unn.ru

Поступила в редакцию 03.03.2011

Исследованы слои КНС, выращенные методом молекулярно-лучевой эпитаксии при пониженной температуре роста (600ºС). Методом просвечивающей электронной микроскопии исследовано распределение дефектов по толщине слоя кремния. Продемонстрирована возможность определения качества растущих слоев КНС при помощи метода Z-модуляции АСМ.

Ключевые слова: кремний на сапфире, атомно-силовая микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия.

Введение

Структуры кремний на сапфире (КНС) применяются для производства радиационностойких интегральных схем (ИС). При этом важной задачей является получение структурно-совершенных слоев кремния на сапфире толщиной менее 100 нм, пригодных для создания ИС. Один из методов получения структуры КНС – молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ). В результате рассогласования кристаллических решеток кремния и сапфира, а также из-за различия их коэффициентов теплового расширения вблизи гетерограницы кремния и сапфира образуется большое количество дефектов: микродвойников, дефектов упаковки и дислокаций. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) позволяет исследовать распределение микродвойников по толщине эпитаксиальных слоев [1], однако данный метод требует специальной подготовки образцов. Процесс подготовки образцов очень трудоемок, при этом велика вероятность разрушения образца.

Известно, что дефекты влияют на механические свойства материалов [2]. Таким образом, исследуя механические свойства слоев КНС, можно получать информацию о структурном качестве данных слоев. В настоящее время для исследования механических характеристик объектов на нанометровых масштабах применяют метод наноиндентирования [3]. Метод заключается во вдавливании алмазной пирамиды в образец и дальнейшем анализе отпечатка. Глубина вдавливания индентора обычно составляет около 100 нм. Этот метод широко используется при исследовании объемных кристаллов. При изучении механических характеристик тонких гетероэпитаксиальных слоев использование индентирования весьма затруднительно. Это обусловлено влиянием подложки на твердость покрывающей ее пленки (особенно если твердость подложки превосходит твердость пленки). Альтернативный метод – режим Z-модуляции атомно-силовой микроскопии (АСМ). Глубина взаимодействия зонда и образца в этом режиме не превышает нескольких нанометров [4]. Кроме того, взаимодействие происходит в области упругих деформаций, таким образом, поверхность образца не повреждается.

В работе исследовались слои КНС, выращенные методом МЛЭ при пониженной температуре роста (600ºС). Методом ПЭМ исследовалось распределение дефектов по толщине слоя кремния. Механические свойства исследовались в режиме Z-модуляции АСМ.

Методика эксперимента

Эпитаксиальные слои кремния выращивались с помощью метода сублимационной молекулярно-лучевой эпитаксии, описанного в [5].

Полученные слои КНС исследовались на сканирующем зондовом микроскопе Smena-A (NT-MDT, Россия). Был использован режим Z-

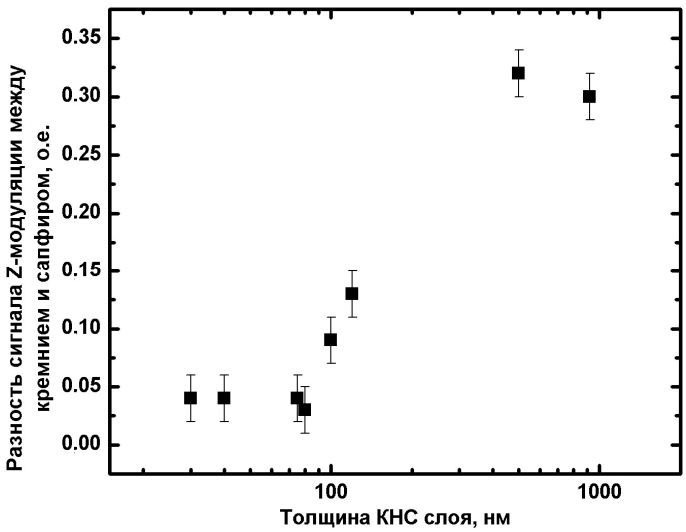

Рис. 1. Зависимость разности сигнала Z-модуляции, получаемого при перемещении АСМ-зонда по поверхности кремния и по поверхности сапфира, от толщины слоя кремния

модуляции в контактном режиме АСМ. В этом режиме на Z-пьезопривод кроме постоянного напряжения, обеспечивающего перемещение зонда по вертикали и отслеживание топографии, подается переменная составляющая частотой около 5 кГц, значительно меньшей собственной резонансной частоты кантилевера, так что зонд совершает колебания по вертикали с амплитудой 1–4 нм. При этом на фотодиоде, регистрирующем изгиб кантилевера, возникает переменная составляющая разностного сигнала между верхней и нижней половинами детектора. Эта переменная составляющая выделяется, детектируется и подается в канал Z-Modulation, формируя изображение карты микротвердости поверхности. Чем тверже исследуемый образец, тем больше величина сигнала Z-модуляции от его поверхности. Исследование КНС в режиме Z-модуляции проводилось в области ступеньки слоя кремния на сапфире, полученной путем травления. Более подробно методика исследования КНС-слоев в режиме Z-модуляции АСМ описана в [6].

Одним из наиболее информативных методов определения структуры многослойных объектов является просвечивающая электронная микроскопия высокого разрешения, выполненная на поперечном срезе. Поперечный срез получался с использованием специальной оснастки (Gatan 601.07000 TEM Specimen Preparation Kit), разработанной фирмой Gatan, США. Первоначально (по стандартной технологии Gatan) создавались ПЭМ-диски толщиной 500 мкм. Затем они утонялись до 100 мкм на шлифовальной бумаге с соблюдением методики последовательного уменьшения зерна (45 и 15 мкм). В полученных таким способом образцах с помощью специального оборудования (Dimple Grinder, model 656, Gatan) создавалась полусферическая лунка так, чтобы толщина в центре ПЭМ-диска в интересующей нас области поперечного среза КНС-структуры составила порядка 20 мкм. Финальным этапом препарирования являлось прецизионное ионное травление на установке Precision Polishing System model 691, Gatan. Травление осуществлялось двумя пучками ионов аргона с энергией 5 кэВ под углом в 4° в режиме Double. При этом вначале травление осуществлялось с одной стороны образца, затем с другой вплоть до образования отверстия. В дальнейшем осуществлялись полировка и расширение пригодной для исследования на просвет области ионами с энергией 2 кэВ в течение 5 часов. Полученные нами поперечные срезы КНС-образцов были исследованы в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F.

Результаты и обсуждение

Как было показано ранее, упругие свойства слоев кремния на сапфире, выращенных методом МЛЭ, сильно зависят от условий их осаждения [6, 7]. На рис. 1 представлена зависимость разности сигнала Z-модуляции, получаемого при перемещении АСМ-зонда по поверхности кремния и по поверхности сапфира, от толщины слоя кремния. Для получения эпитаксиальных слоев использовались идентичные подложки, поэтому уменьшение сигнала Z-модуляции связано с изменением твердости слоя кремния. Для слоев кремния толщиной 500 нм разность сигнала Z-модуляции между кремнием и сапфиром практически не отличалась от значений, полученных на более толстых образцах. При уменьшении толщины эпитаксиального слоя кремния до 100 нм разность сигналов Z-

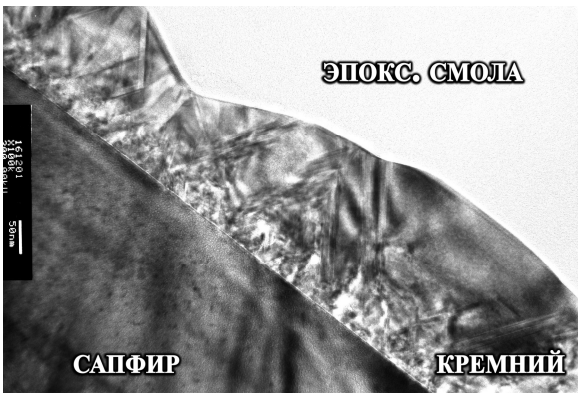

Рис. 2. Изображение поперечного среза структуры КНС в просвечивающем электронном микроскопе. Толщина слоя кремния 300 нм, температура роста 600ºС

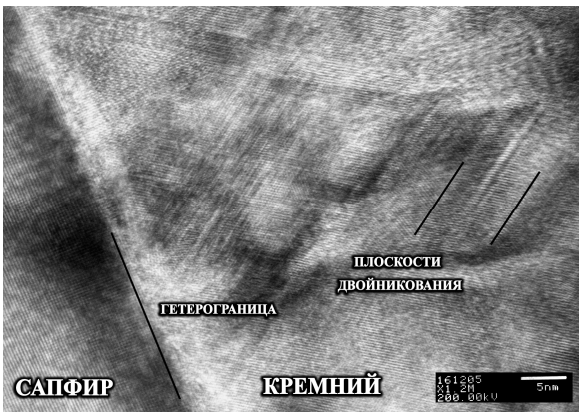

Рис. 3. ПЭМ-изображение области интерфейса слоя кремния на сапфире

модуляции уменьшалась, что говорит об увеличении твердости слоя КНС. При дальнейшем уменьшении толщины разность сигналов Z-модуляции между кремнием и сапфиром не менялась.

Увеличение твердости слоя кремния на сапфире при уменьшении толщины может быть связано с уменьшением размеров кристаллитов тонких слоев КНС. При низких температурах роста (600ºС) и времени осаждения кремния 30 секунд размер кристаллитов не превышает 20 нм [8]. С увеличением времени осаждения размеры кристаллитов увеличиваются, и в дальнейшем происходит их коалесценция с образованием сплошного слоя. Как показано в работе [9], при уменьшении размеров кристаллитов твердость может увеличиваться в несколько раз.

Повышение твердости слоев КНС с уменьшением толщины может быть также обусловлено увеличением концентрации дефектов при приближении к гетерогранице кремний/сапфир.

Для того чтобы показать, как сильно может зависеть дефектность слоя кремния на сапфире от толщины, при пониженной температуре роста (600ºС) был выращен образец толщиной 300 нм и исследован методом ПЭМ. На рис. 2 представлено ПЭМ-изображение данного образца.

Как видно из рис. 2, слой кремния вблизи гетерограницы с сапфиром получился крайне дефектным. Хотя дефекты присутствуют во всем слое кремния, их плотность уменьшается при отдалении от гетерограницы с сапфиром. Основная часть дефектов сосредоточена в слое толщиной 150 нм вблизи гетерограницы. В работе [1] исследовалось распределение микродвойников по толщине слов кремния на сапфире, полученных методами МЛЭ и газофазной эпитаксии (ГФЭ). В случае МЛЭ дефекты практически полностью исчезали уже при толщине 150–200 нм, что хорошо коррелирует с нашими результатами. В случае ГФЭ высокая плотность микродвойников сохраняется на больших расстояниях до гетерограницы (до 500 нм) [1]. При толщине 100 нм и менее (рис. 1) твердость кремниевого слоя максимальна и не зависит от толщины. Далее концентрация дефектов резко уменьшается. Твердость слоев кремния на сапфире также уменьшается с увеличением толщины слоя кремния. Таким образом, наблюдается корреляция данных ПЭМ и АСМ. Основными дефектами в приграничной к сапфиру области кремния являются микродвойники и дефекты упаковки. Их детальное исследование представлено на рис. 3, где с атомным разрешением показаны плоскости двойникования. Микродвойники образуются во время коалесценции островков на границах этих островков. Другая причина возникновения микродвойников – пластические деформации, возникающие из-за механических напряжений в растущем слое. В результате различий коэффициентов теплового расширения кремния и сапфира во время охлаждения структуры КНС от температуры роста до комнатной в слое кремния возникают напряжения. Эти напряжения порождают дополнительное количество двойников. При уменьшении температуры роста этот эффект уменьшается. Однако чем меньше температура роста, тем больше плотность зародышеобразования, в результате образуется больше микродвойников на границах зерен.

Обращаем внимание, что светлая область толщиной порядка 5 нм вблизи гетерограницы на рис. 2, 3 является артефактом метода, который связан с наличием малой расфокусировки объективной линзы микроскопа в момент фиксирования изображения на фотопластинку. В результате происходит наложение фазового контраста, формируемого кремнием и сапфиром.

Заключение

В работе установлена корреляция дефектности и механических свойств тонких эпитаксиальных слоев кремния на сапфире. Продемонстрирована возможность определения качества растущих слоев КНС при помощи метода Z-модуляции АСМ. Показано, что дефекты не равномерно распределены по толщине слоя кремния: основная часть расположена вблизи гетерограницы с сапфиром (нарушенная область) в области толщиной примерно 150 нм.

Список литературы

1. Twig M.E., Richmond E.D., Pellegrino J.G. Elimination of microtwins in silicon on sapphire by molecular beam epitaxy // Appl. Phys. Lett. 1989. Vol. 54. № 18. P.1766–1768.

2. Миркин Л.И. Физические основы прочности и пластичности (Введение в теорию дислокаций). Издательство Московского университета, 1968. 538 с.

3. Сойфер Я.М., Вердян А. Исследование локальных механических свойств монокристаллов хлористого калия методом атомно-силовой микроскопии // Физика твердого тела. 2003. Том 45. Вып. 9. С. 1621–1625.

4. Ham W.E., Abrahams M.S. et al. // J. Electrochem. Soc. 1977. V. 124. N 4. P. 634.

5. Шиляев П.А., Павлов Д.А., Коротков Е.В., Треушников М.В. Молекулярно-лучевое осаждение сверхтонких слоев кремния на сапфире //Материалы электронной техники. 2008. №2. С. 62–66.

6. Павлов Д.А., Коротков Е.В., Шиляев П.А., Кривулин Н.О. Исследование гетероэпитаксиальных слоев кремния на сапфире в режиме z-модуляции АСМ // Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского. 2009. №3. С. 43–48.

7. Павлов Д.А., Коротков Е.В., Треушников М.В. и др. Исследование упругих и фрикционных свойств субмикронных слоев кремния на сапфире // Нано- и микросистемная техника. 2009. №1. С. 32–34.

8. Павлов Д.А., Коротков Е.В., Шиляев П.А., Кривулин Н.О. Формирование нанокристаллического кремния на сапфире методом молекулярно-лучевой эпитаксии // Письма в ЖТФ. 2010. Том 36. Вып. 12. С. 16–22.

9. Панин А.В., Шугуров А.Р., Оскомов К.В. // Физика твердого тела. 2005. Т. 47. Вып. 11. С. 1973–1977.

THE INFLUENCE OF DEFECTS ON MECHANICAL PROPERTIES OF EPITAXIAL SILICON LAYERS ON SAPPHIRE

N.O. Krivulin, D.A. Pavlov, P.A. Shilyaev, E.V. Korotkov, V.A. Gladysheva, A.I. Bobrov

Silicon layers grown on sapphire substrates by molecular beam epitaxy at a lower temperature (600 ºC) are investigated. The defect distribution over the silicon layer depth is studied using transmission electron microscopy. The possibility to determine the quality of growing silicon-on-sapphire layers by the Z-modulation mode of AFM has been shown.

Keywords: silicon on sapphire (SOS), atomic force microscopy (AFM), transmission electron microscopy (TEM).