НЕКОТОРЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРЕМНИЕВЫХ ПЛЁНОЧНЫХ СТРУКТУР, ПОЛУЧЕННЫХ ВАКУУМНЫМ ОСАЖДЕНИЕМ

Б.М. Абдурахманов¹, М.Х. Ашуров¹, Х.Б. Ашуров¹, М.У. Каланов^{1,2},
Ш.К. Кучканов¹, Б.Р. Кутлимуротов^{1,3}, С.Е. Максимов^{1,3}, С.Ж. Ниматов^{1,4}

¹Институт ионно-плазменных и лазерных технологий им. У.А. Арифова АН РУз, Ташкент, Узбекистан

²Институт ядерной физики АН РУз, Ташкент, Узбекистан

³Институт химии и физики полимеров АН РУз, Ташкент, Узбекистан

⁴Ташкентский государственный технический университет, Ташкент, Узбекистан
(Получена 20.04.2018)

Етарлича мукаммал юпқа плёнкаларни вакуумда олиш учун эпитакция температурасини 900–1100 К гача камайтиришда ион стимуллаштиришдан фойдаланиш имкониятлари кўрсатиб берилган. Юпқа плёнкаларнинг комплекс тадқиқот натижалари келтирилган.

Показана возможность с использованием ионного стимулирования снизить до 900–1100 К температуру эпитаксии для получения достаточно совершенных плёнок в процессе вакуумного осаждения. Приводятся результаты комплекса исследований полученных плёнок.

The results of decreasing the epitaxy temperature up to 900–1100 K to produce sufficiently perfect films under vacuum deposition and by ion stimulation have been presented.

Развитие микроэлектроники требует освоения технологий, позволяющих получать различные кремниевые функциональные системы, обладающие сложной топологией, высокой степенью интеграции и надёжности. Одной из задач является создание тонкоплёночных структур с заданными свойствами и разработка малоэнергоёмких методов их производства. Одним из таких методов является вакуумное осаждение плёнок, используемых в дальнейшем в качестве рабочего тела различных полупроводниковых устройств, в том числе, как было показано в работах [1, 2], плёночных преобразователей солнечной и тепловой энергии.

Целью настоящей работы является оценка ряда свойств тонкоплёночных *p-n*-структур, полученных вакуумным осаждением при сравнительно низких температурах.

Структуры выращивали на установке ионно-стимулированного вакуумного осаждения [1, 2]. Плёнки осаждали на подложках, изготовленных из монокристаллического кремния испарением рабочего кремниевого материала при его локальном разогреве электронным пучком. При этом плёночные структуры с *p-n*-переходом получали испарением кремния марки КДБ-40 или КЭФ-20 с последующим осаждением соответственно на поверхность монокристаллических подложек КЭФ-20 (111) и КДБ-40 (100). Температуру подложек, благодаря ведению процесса в условиях ионного стимулирования, намеренно предельно снижали и варьировали от 900 К до 1100 К. Для минимизации загрязнения плёнок в ходе роста примесями из остаточных газов был реализован режим осаждения с высокими скоростями, вплоть до ~ 1 мкм/мин, что при вакууме не хуже 10^{-6} Торр

явилось достаточным условием для обеспечения необходимой степени их чистоты по неконтролируемым примесям, суммарная концентрация которых, определенная по результатам анализа конечного продукта, не превышала $\sim 10^{13} \text{ см}^{-3}$.

Микроструктуру пленок изучали с использованием рентгеноспектрального микрозондового анализа, а также измеряли проводимость образцов четырехзондовым методом и методом Ван-Дер-Пауве, и снимали вольтамперные и спектральные характеристики. Структурные исследования образцов выполнены на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М (излучение $\text{CuK}\alpha$, $\lambda=0.15418 \text{ нм}$) с усовершенствованной оптической системой по схеме Θ - 2Θ в режиме пошагового сканирования при 300 К. Интенсивность падающего пучка составляла $5 \times 10^5 \text{ имп}\cdot\text{с}^{-1}$, ошибка измерения интенсивности $\sim 0.6\%$.

Удельное сопротивление пленок p -типа обнаруживает характерную зависимость от температуры эпитаксии и скорости роста пленок, а именно, повышается с увеличением этих параметров. Удельное сопротивление n -типных пленок в n - p -структурах, т.е. осаждённых на подложки КДБ-40, обнаруживает такую же зависимость, но абсолютная величина ρ меньше и составляет $\sim 12\text{--}19 \text{ ом}\cdot\text{см}$.

Проведённые по стандартной методике микроскопические исследования показали, что плёнки однородны, их толщины лежат в пределах от 2 до 10 мкм. Максимальная концентрация мелкой легирующей примеси (бор) в источнике на основе КДБ-40 $\sim 3.48 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$, в источнике n -типа (фосфор в кремнии марки КЭФ-20) – $\sim 2.29 \times 10^{14} \text{ см}^{-3}$. Примеси, дающие глубокие уровни как в источнике, так и в подложке и на поверхности разогретых частей технологической аппаратуры исключались, содержание растворённых в исходных подложках кислорода и углерода соответствовало техническим условиям на монокристаллический кремний.

Рельеф поверхности тонкопленочных поликристаллических структур изучали на атомно-силовом микроскопе в режиме полуконтактной моды. На рис. 1 показано характерное АСМ изображение поверхности образцов. Видно, что на поверхности имеются отдельные островки или выступы различного размера. Анализ показал, что их диаметр варьирует в интервале 100–360 нм, а высота от 230 до 350 нм.

Рис. 1. Характерное АСМ изображение кремниевой плёнки, осаждённой в вакууме на поверхности подложки из монокристаллического кремния.

На рис. 2 приведены рентгенограммы плёночных структур, выращенных при минимальных температурах эпитаксии. Рентгенограмма *n*-типной плёнки, осажденной на поверхность подложки КДБ-40, представлена на рис. 2а. Видно, что в дифракционной картине присутствуют несколько структурных рефлексов селективного характера с различной интенсивностью и два диффузных отражения в малых и средних углах рассеяния. Анализ показывает, что поверхность плёнки соответствует кристаллографической плоскости Si (100). Об этом свидетельствует присутствие на рентгенограмме серии селективных рефлексов типа {H00}, где (H = 2, 4, 5): интенсивные линии (200) с $d/n = 0.2717$ ($2\Theta = 32.97^\circ$), (400) с $d/n = 0.1357$ ($2\Theta = 69.23^\circ$) и линия со слабой интенсивностью (500) с $d/n = 0.1080$ nm ($2\Theta = 91.1^\circ$). Бета (β) составляющая основной структурной линии (400) видна при угле рассеяния $2\Theta = 61.75^\circ$.

Рис. 2. Рентгенограммы плёнки, осажденной на поверхность монокристаллической подложки КДБ-40 (а), и исходной подложки КДБ-40 (б).

Большая интенсивность (2×10^5 имп·с⁻¹) и узкая ширина ($\text{FWHM} = 3.29 \times 10^{-3}$ рад) дифракционного отражения (400) свидетельствуют о значительной степени кристаллического совершенства плёнки. Однако присутствие на рентгенограмме

структурных линий с другими индексами, (111), (220) и (311), со столь малой интенсивностью, что их не видно при выбранном масштабе, и сравнительно большой шириной по сравнению с $(400)_{\text{Si}}$ указывает на наличие поликристаллических участков в объёме плёнки. Кроме того, на рентгенограмме из серии отражений $\{H00\}$ присутствуют два селективных рефлекса (200) и (500). По законам погасания, эти рефлексы не должны появляться на рентгенограмме от неискаженной решетки алмазоподобной структуры кремния [3, 4]. Запрещённые (200) и (500) и дополнительные (111), (220) и (311) отражения появляются только при наличии значительных искажений в решётке матрицы, например, вызванных термоупругими напряжениями, которые могут возникать в ходе самого процесса роста пленок или напряжений, связанных с неоднородным распределением одной из основных фоновых примесей, например, кислорода [5], присутствие которого в подложке было минимум на уровне 10^{16} см^{-3} .

Немонотонный характер неупругого фона в интервале углов по 2Θ от 18 до 53° связан с остаточным упругим напряжением в решётке. В малых углах рассеяния $2\Theta \approx 22.4^\circ$ на рентгенограмме наблюдается широкое ($\text{FWHM} = 3.49 \times 10^{-2}$ рад) диффузное отражение, обусловленное структурными фрагментами SiO_x в приповерхностных слоях с ненасыщенными химическими связями.

Таким образом, из всех структурных линий только рефлекс (400) подходит для определения параметра решётки наращенной пленки. Экспериментально определенное из интенсивного и узкого рефлекса (400) значение параметра решётки подложки составляет $a_s = 5.4292 \text{ \AA} = 0.54292 \text{ нм}$.

Рентгенограмма исходной подложки КДБ-40 представлена на рис. 2б. Видно, что в дифракционной картине над уровнем фона наблюдаются лишь структурные линии типа $\{H00\}$, ($H = 2, 4, 5$): интенсивные линии (200) с $d/n = 0.2714$ ($2\Theta = 33^\circ$), (400) с $d/n = 0.1358$ ($2\Theta = 69.2^\circ$) и линия со слабой интенсивностью (500) с $d/n = 0.1082 \text{ нм}$ ($2\Theta = 90.9^\circ$). Бета (β) составляющая основной структурной линии (400) видна при угле рассеяния $2\Theta = 61.7^\circ$. Эти данные подтверждают, что исходная подложка является монокристаллической с ориентацией (100).

На рентгенограмме неупругий фон монотонен и отсутствуют структурные рефлексы с другими индексами. Также не наблюдается диффузного отражения в малых углах рассеяния. Вместо него над уровнем фона выделяется еле заметный по интенсивности широкий пик в интервале углов от 17 по 28° . Более заметный по интенсивности очень широкий максимум наблюдается в интервале 28 – 54° . Рефлексы (200) и (500), несмотря на селективность, являются запрещёнными и сравнительно широкими, что указывает на взаимосвязь их с искажениями решётки. Появление их на рентгенограмме, также как и в случае рентгенограммы пленки, по-видимому, связано с остаточным упругим напряжением в решётке подложки. Для определения параметра решётки может быть использован только рефлекс (400), как самый интенсивный ($2 \times 10^5 \text{ имп-сек}^{-1}$) и узкий ($\text{FWHM} = 3 \cdot 10^{-3}$ рад). Экспериментальное значение параметра решетки составляет $a_s = 5.4210 \text{ \AA} = 0.54210 \text{ нм}$, что несколько ниже, чем табличное $a_t = 5.4307 \text{ \AA} = 0.54307 \text{ нм}$.

Из рентгенограммы p -типной плёнки, выращенной испарением кремния из источника КДБ-40, на поверхности n -типной монокристаллической подложки КЭФ-20, следует, что выращенная пленка монокристаллическая, но обладает рядом структурных дефектов, несколько искажающих её кристаллическую решетку. В частности, определенный по рефлексу (400) с сильной интенсивностью

(2×10^5 имп-сек⁻¹) и узкой шириной (FWHM= 3×10^{-3} рад) параметр решетки плёнки составил $a_s = 5.4280 \text{ \AA} = 0.54280 \text{ нм}$, что также несколько ниже, чем табличное значение для монокристаллического кремния.

Определенное по рефлексу (400) с интенсивностью (2×10^5 имп-сек⁻¹) и узкой шириной (FWHM= 3.29×10^{-3} рад) экспериментальное значение параметра решётки подложки составляет $a_s = 5.4304 \text{ \AA} = 0.54304 \text{ нм}$, что сравнимо с табличным значением $a_t = 5.4307 \text{ \AA} = 0.54307 \text{ нм}$.

Однако на данной рентгенограмме неупругий фон также имеет немонотонный характер. Четко выделяется диффузное отражение в интервале углов по 2Θ от 28 по 56° с максимумом при $2\Theta \approx 41^\circ$. Видимо, оно обусловлено неоднородным распределением кислорода в теле подложки, так как максимум этого отражения сосредоточен вблизи кристаллографического направления $[110]$ решетки кристаллического $\alpha\text{-SiO}_2$.

Полученные результаты свидетельствуют:

- о возможности осаждения в вакууме в условиях ионной стимуляции ростовых процессов монокристаллических пленок при сравнительно невысоких, $900\text{--}1100 \text{ К}$, температурах подложки, что практически недостижимо в процессах газофазной эпитаксии с использованием трихлор или тетрачлор силанов;

- о возможности наращивания сравнительно высокоомных пленок, управления величиной удельного сопротивления, которое достигается, во-первых, выбором источника кремния, во-вторых, скоростью испарения атомов кремния из источника и температурой подложки, определяющей захват примеси бора или фосфора, испаряемой из источника одновременно с основным материалом.

Отдельные поликристаллические включения, а также выступы на поверхности выращенных пленок имеют случайный характер, а их возникновение обусловлено, скорее всего, неконтролируемым локальным загрязнением микропылинками или структурными дефектами типа следов от абразива, возникающих на стадии механической шлифовки подложек и не удаленных на стадии их последующего химического травления. Спектральные характеристики полученных диодных структур имеют вид стандартный для кремниевых $p\text{-}n$ - или $n\text{-}p$ -переходов с максимумом спектральной чувствительности на $\lambda \sim 0.856 \text{ мкм}$. Участки с поликристаллическими включениями на пленках, выращенных при минимальных температурах, по-видимому, настолько малы и локальны, что не привели к какому-либо сдвигу максимума спектральной чувствительности, который обычно наблюдается у чисто поликристаллических диодных структур [6, 7].

Коэффициент выпрямления у диодных структур площадью $1 \times 1 \text{ см}^2$ составляет $K \sim 32$, а R_n , например, для структуры, представляющей собой n -типную пленку на подложке КДБ-40, составляет $\sim 4.5 \text{ ом}$, что вполне объяснимо достаточно высоким удельным сопротивлением как пленки, так и использованной подложки.

Представляло интерес оценить некоторые особенности изменения электрофизических характеристик полученных структур и наращенных пленок при нагреве, включая такой диапазон температур нагрева, при которых кремниевые приборы не эксплуатируются и который является за редким исключением [6, 7] мало исследованным.

При нагреве $n\text{-}p$ -структур подводом тепла со стороны n -типной пленки на макроскопических прижимных титановых контактах возникает темновая ЭДС (U_{xx}), температурное изменение которой имеет достаточно сложный характер. В

диапазоне от 300 до 450 К напряжение U_{xx} линейно растёт, достигая 4–5 мВ, затем, переходя через максимум при 450–460 К, уменьшается до 0 и при 500–510 К вновь монотонно растёт с изменением полярности, затем выходит на плато при ~700 К и мало меняется вплоть до максимальных использованных нами температур ~ 900 К. Величина U_{xx} достигает при этом 5–7 мВ.

Сопротивление структуры линейно и резко уменьшается в диапазоне температур 300–400 К от 450 кОм до 50 кОм, а при дальнейшем нагреве уменьшается более плавно и при ~500 К выходит на плато, составляя величину ~36 кОм.

Темновой ток короткого замыкания ($I_{кз}$) до температур нагрева ~450 К не превышает $I = 0.42 \mu\text{A}$, а затем начинает линейно расти на величину 25 нА на градус, достигая при 900 К величины 6.2 μA .

При подводе тепла со стороны p -типной подложки характер хода кривых температурного изменения сопротивления и темнового тока короткого замыкания и напряжения холостого хода очень похожи на ранее описанные. Однако при нагреве до температур ~450 К ток растёт более резко и более сильно, чем в случае подвода тепла со стороны пленки и достигает при 873 К величины 18–22 μA .

Описанный ход температурных зависимостей темновых U_{xx} и $I_{кз}$, во первых, по-видимому, обусловлен генерацией носителей заряда за счет градиента температуры по толщине образца, каким бы малым он ни был. Во-вторых, совпадение характера температурного изменения U_{xx} и отличие абсолютных значений этого параметра при одинаковых температурах при подводе тепла к пленке или подложке, указывает на то, что в первом случае суммарная ЭДС $E_{\Sigma} = E_p - E_n - E_b$ является разницей между объемной термоЭДС E_p , возникающей в нагреваемой подложке и объемной термоЭДС E_n , возникающей в пленке. Одновременно против этой E_p действует и барьерная ЭДС E_b .

При подводе тепла со стороны подложки объемная термоЭДС, E_p , возникающая в подложке, совпадает с барьерной термоЭДС, E_b , и из этой суммы вычитается объемная термоЭДС, E_n возникающая в пленке. В этом случае суммарная ЭДС будет больше.

При размещении обоих макроскопических контактов на поверхности пленки и подводе тепла как со стороны пленки, так и со стороны подложки также наблюдается появление термоЭДС, величина которой изменяется с ростом температуры, достигая при 900 К величины в несколько милливольт. Однако идентифицировать эту термоЭДС и выделить температурные диапазоны, где превалирует барьерная или объемная составляющие пока не представляется возможным.

Что касается темнового тока короткого замыкания, то его величина может быть безошибочно зафиксирована только при температурах выше ~600 К.

При температурах ~700 К и выше имеет место резкий рост тока, что, по-видимому, связано с генерацией термодоноров, обусловленных кислородом, изначально имеющимся в исходной подложке. Максимальное значение тока при подводе тепла к подложке составляет при 850 К более 20 мкА, тогда как при такой же температуре, но при подводе тепла к пленке, величина темнового тока не выше 4 мкА.

Это происходит потому, что электроны, причиной появления которых являются термодоноры, в основном, появляются в p -типной подложке, а затем

беспрепятственно проходят через p - n -переход, будучи неосновными носителями, что и приводит к пятикратному превышению тока при таком варианте подвода тепла к структуре.

ЛИТЕРАТУРА

1. Х.Б. Ашуров, Б.М. Абдурахманов, Ш.К. Кучканов, С.Е. Максимов, С.Ж. Ниматов, Гелиотехника № 4, 15 (2012).
2. Б.М. Абдурахманов, Х.Б. Ашуров, Ш.К. Кучканов, С.Е. Максимов, С.Ж. Ниматов, Узбек. физич. журн. **15**, №1-2, 83 (2013).
3. А.А. Русаков. Рентгенография металлов (Москва, Атомиздат, 1977).
4. И.Л. Шульпина, Р.Н. Кютт, В.В. Ратников, И.А. Прохоров, И.Ж. Безбах, М.П. Щеглов, ЖТФ **80**(4), 105 (2010).
5. В.М. Бабич, Н.И. Блецкан, Е.Ф. Венгер. Кислород в монокристаллах кремния (Киев, Interpres LTD, 1997).
6. Б.М. Абдурахманов, М.М. Адилов, М.Х. Ашуров, Х.Б. Ашуров, Ш.К. Кучканов, С.Е. Максимов, Б.Л. Оксенгендлер, Гелиотехника (Solar Engineering) №4, 22 (2015).
7. Б.М. Абдурахманов, М.Х. Ашуров, Х.Б. Ашуров, Ш.К. Кучканов, С.Е. Максимов, С.Ж. Ниматов, Узбек. физич. Журн. **16**, №3, 219 (2014).