Содержание

**Введение**

**Обзор литературы**

Ge-Si гетероструктуры с квантовыми точками

Фундаментальные предпосылки

Рост и особенности упорядочения ансамблей Ge нанокластеров. Поверхность кремния (100)

Морфологические перестройки

Эффекты самоорганизации

Размеры и плотность островков: возможности управления

Контроль in situ

**Описание экспериментальной установки**

Установка молекулярно-лучевой эпитаксии "Катунь"

Электронно-лучевой испаритель

Дифрактометр быстрых электронов

Кварцевый измеритель толщины

Подготовка образцов

Результаты эксперимента

**Обсуждение результатов**

Сравнение диаграммы с данными имеющимися в литературе

Температурное поведение характерных тощин

**Выводы**

**Благодарности**

**Cписок литературы**

# Введение

С физикой тонких пленок связаны достижения и перспективы дальнейшего развития микроэлектроники, оптики, приборостроения и других отраслей новой техники. Успехи микроминиатюризации электронной аппаратуры стали возможны благодаря использованию управляемого эпитаксиального выращивания тонких слоев полупроводников, металлов и диэлектриков в вакууме из различных сред.

Сейчас очень трудно представить современную физику твердого тела без полупроводниковых гетероструктур. Если возможность управления типом проводимости полупроводника с помощью легирования различными примесями и идея инжекции неравновесных носителей заряда были теми семенами, из которых выросла полупроводниковая электроника, то гетероструктуры дают возможность решить значительно более общую проблему управления фундаментальными параметрами в полупроводниковых кристаллах и приборах: шириной запрещенной зоны, эффективными массами носителей и их подвижностями, показателем преломления, электронным энергетическим спектром и т. д.

Полупроводниковые гетероструктуры и, особенно, двойные гетероструктуры, включая квантовые ямы, проволоки (КП) и точки (КТ), являются сегодня предметом исследований 2/3 исследовательских групп в области физики полупроводников. Наиболее многообещающим методом формирования упорядоченных массивов КП и КТ является метод, использующий явление самоорганизации на кристаллических поверхностях. Релаксация упругих напряжений, в случаях роста на рассогласованных по параметру решетки материалах, может приводить к формированию упорядоченных массивов КТ.

Взрыв интереса к данной области связан с необходимостью получения полупроводниковых наноструктур с размерами в диапазоне нескольких нанометров, чтобы обеспечить энергетические зазоры между подуровнями электронов и дырок порядка нескольких kT при комнатной температуре. А спонтанное упорядочение наноструктур позволяет получать включения узкозонных полупроводников в широкозонной матрице и тем самым создавать локализующий потенциал для носителей тока. Явления спонтанного возникновения наноструктур создают основу для новой технологии получения упорядоченных массивов квантовых проволок и квантовых точек – базу для опто- и микроэлектроники нового поколения.

Несмотря на многочисленные и разносторонние исследования, процессы эпитаксиальной кристаллизации не получили полного объяснения. Обусловлено это, в первую очередь, сложностью проблем связанных с процессами кристаллизации в различных системах и средах. В данной работе исследуется эпитаксиальный рост Ge на поверхности Si(100) методом анализа изменений дифракционной картины при дифракции быстрых электронов на отражение.

**Обзор литературы**

## Ge-Si гетероструктуры с квантовыми точками

Рост SiGe растворов, с низким содержанием дефектов, и Ge-Si гетеропереходов, имеет большое значение для прикладных целей, таких, например, как электронных и оптических приборов большой мощности. Хотя А3В5 технология продемонстрировала более лучшие характеристики, по сравнению с кремниевой, тем не менее, кремниевая технология все еще доминирует на рынке над А3В5, которая составляет малый процент всех продаж. Есть много разных причин, которые могут объяснить данное обстоятельство, но главная их них – это цена. Стоимость изготовления схем, на один квадратный сантиметр, на основе КМОП в сто раз дешевле аналогичных использующих А3В5 технологию. Использование некоторых соединений А3В5 обходится еще дороже, поэтому А3В5 технология еще не скоро сможет конкурировать с КМОП за большую часть рынка полупроводников. Приборы на основе германий кремниевых гетеропереходов интегрированные с КМОП для создания схем, уже значительно дешевле, чем А3В5 технологии, несмотря на то, что германий кремниевому направлению всего около 15 лет. Добавление в технологический процесс эпитаксии германия, по мнению Microsystems Inc. добавит всего 15% к стоимости продукта[]. Поэтому системы на основе сочетания германия и кремния давно привлекают исследователей, для возможности получения приборов с новыми характеристиками. Биполярные транзисторы с SiGe гетеропереходом уже выпускаются IBM, Simens и другими компаниями.

Одно из направлений исследований на основе сочетания германия и кремния явилось создание структур содержащих GexSi1-x нанокластеры в кремниевой матрице. Гетероструктуры с пространственным ограничением носителей заряда во всех трех измерениях (квантовые точки) реализуют предельный случай размерного квантования в полупроводниках, когда модификация электронных свойств материала наиболее выражена. Электронный спектр идеальной квантовой точки (КТ) представляет собой набор дискретных уровней, разделенных областями запрещенных состояний, и соответствует электронному спектру одиночного атома, хотя реальная квантовая точка при этом может состоять из сотен тысяч атомов. Таким образом, появляется уникальная возможность моделировать эксперименты атомов физики на макроскопических объектах. С приборной точки зрения, атомоподобный электронный спектр носителей в квантовых точках в случае, если расстояние между уровнями заметно больше тепловой энергии, дает возможность устранить основную проблему современной микро– и опто–электроники – "размывание" носителей заряда в энергетическом окне порядка kT, приводящее к деградации свойств приборов при повышении рабочей температуры.

Возросший интерес к таким нанокластерам связан с рядом обстоятельств. Это успехи в разработке технологии получения достаточно однородного по размеру массива нанокластеров Ge. Размеры нанокластеров удалось уменьшить до значений, обеспечивающих проявление эффектов размерного квантования и электрон-электронного взаимодействия вплоть до комнатной температуры. Разработанные методы совместимы с существующей кремниевой технологией изготовления дискретных приборов и схем. Такие разработки, считавшиеся до последнего времени экзотическими, могут привести к настоящей революции в кремниевой интегральной технологии. Светоизлучающие и фотоприемные кремний - германиевые устройства, позволят кремниевой технологии успешно конкурировать с традиционно оптоэлектронными материалами, такими как соединения А3В5.

С 1992 года начинают происходить изменения в технологии получения структур с квантовыми точками. До этого времени основным способом создания таких структур была фотолитография, с присущим этому методу ограничением в минимальных размерах. Проявление эффекта самоорганизации упорядоченных массивов островков нанометровых размеров в гетеросистемах Ge-Si и InAs-GaAs позволило получать бездефектные квантовые точки предельно малых размеров (10 - 100 нм) с плотностью 1010 -1011 см-2 и привело к более четкому проявлению атомно-подобных характеристик в электронных и оптических спектрах этих объектов.

Интерес к исследованию оптических свойств КТ обусловлен ярко выраженной практической направленностью и рядом преимуществ таких объектов по сравнению с двумерными сверхрешетками (квантовыми долинами). Особенностью КТ является, во-первых, возможность управления спектральной полосой фотоотклика путем предварительного заселения дискретных состояний с требуемой энергией переходов; во-вторых, наличие латерального квантования в нульмерных системах снимает запрет на оптические переходы, поляризованные в плоскости фотоприемника, а значит, предоставляет возможность осуществить поглощение света при нормальном падении фотонов; в третьих, в КТ ожидается сильное увеличение времени жизни фотовозбужденных носителей вследствие так называемого эффекта "узкого фононного горла".

На примере гетеросистемы германий на кремнии давно изучается переход от послойного роста пленки к образованию 3D островков (механизм Странского - Крастанова). При относительно низких температурах синтеза, такие островки не содержат дислокаций несоответствия (ДН), даже после существенного превышения ими критических толщин, что на Ge-Si было показано, например, в работах Eaglesham and Cerullo[]. Последние 10 лет идет бурный рост исследований механизмов образования напряженных наноостровков и особенностей их самоорганизации, как имеющих практическое применение в наноэлектронике.

## Фундаментальные предпосылки

Движущей силой образования кластера, в общем случае, является стремление системы к состоянию с минимальной свободной энергией. Основные закономерности зарождения островков в эпитаксиальной гетеросистеме определяются балансом поверхностной энергии пленки и подложки, а также энергии границы раздела пленка-подложка и внутренней энергии объема островка. Свободная энергия вновь образованного зародыша на поверхности подложки может быть выражена в виде трех составляющих []:



Здесь первый член – работа образования нового зародыша объема *V,* - термодинамическая движущая сила кристаллизации - пересыщение; второй член - работа, необходимая для создания дополнительной поверхности *s*, - поверхностная энергия зародыша. Третий член представляет дополнительную энергию, возникающую из-за упругой деформации зародыша. Если два первых члена этого выражения представляют классический вариант теории зарождения (см., например, []), то последний член появляется только в случае выращивания напряженных пленок.



Вклад поверхности в изменение свободной энергии системы наиболее значителен для кластеров малого размера. Влияние упругой деформации возрастает по мере увеличения размера кластера. Строгие количественные оценки названных величин затруднены, ибо для этого необходимо построение точной модели кластера. Поэтому такие понятия, как "кристаллическая решетка" или "поверхность" кластера часто носят весьма условный характер.

При больших рассогласованиях, таких как в системе Ge-Si, величина этой дополнительной энергии зависит не только от объема зародыша, но и его формы, *h/l* (отношение высоты к поперечному размеру зародыша) и является существенной в переходе 2D - 3D.Вклад зтого члена по расчетам Mller and Kern [3] выглядит как быстро спадающая функция *h/l*. Чем более выражена трехмерность напряженного зародыша, тем меньше дополнительный вклад энергии напряжений в его свободную энергию. Поверхностная энергия системы Ge пленка (и Ge островок) - Si подложка также зависит от толщины покрытия Ge (и формы Ge островка) [3, ].

В первом приближении ключевым фактором перехода от двумерно-слоевого к трехмерному островковому росту псевдоморфных пленок является понижение энергии напряжений в вершинах островков из-за упругой релаксации. Определяющую роль морфологической нестабильности поверхности пленок играют упругие напряжения несоответствия, приводящие к релаксации пленки путем образования островков. В случае гомоэпитаксии на достаточно чистой поверхности практически для всех полупроводников объемные островки не образуются, а рост пленок идет либо за счет движения ступеней (ступенчато-слоевой рост), либо путем формирования и срастания двумерных островков. Шероховатая поверхность напряженного слоя имеет меньшую суммарную энергию вследствие упругой релаксации напряжений в вершинах выступов. Увеличение поверхностной энергии является фактором, противодействующим развитию рельефа пленки, однако только частично уменьшает энергетический выигрыш за счет релаксации. Чем больше рассогласование параметров решетки пленки и подложки, тем при меньшей толщине псевдоморфной пленки теряется ее морфологическая стабильность. Образование островков является крайним проявлением морфологической неустойчивости напряженных пленок и обычно наблюдается в системах с большим рассогласованием параметра решеток пленки и подложки (>2%), типичными представителями которых являются Ge-Si и InAs-GaAs.

Процесс образования новой фазы включает такие основные стадии как зародышеобразование, независимый рост центров и, наконец, их развитие во взаимодействии друг с другом.

Начальная стадия роста Ge на чистой поверхности Si(100) такая же как для гомоэпитаксии кремния. В начальном состоянии на поверхности подложки находится пересыщенный адсорбат, и на первом этапе происходит зарождение 2D центров.

Далее наступает второй этап роста центров, в процессе которого происходит снижение пересыщения вокруг центров, но последние еще не взаимодействуют. Поэтому зарождение новых центров в местах, удаленных от уже образовавшихся островков, продолжается. После того, как области диффузионного "питания" центров перекрываются и пересыщение между островками снижается, вероятность появления новых центров падает, наступает третий этап - этап коррелированного роста. Большие островки растут, малые исчезают.

В случае непрерывной подачи атомов на поверхность (открытая система) островки разрастаются до соприкосновения и образуется сплошной монослой. Затем ситуация повторяется, но из-за рассогласования решеток, пленка германия оказывается сжатой, и по мере увеличения толщины растет энергия упругих деформаций. Так, в случае роста Ge на Si и InAs на GaAs именно наличие этих деформаций приводит к переходу от послойного роста к образованию 3D кластеров на поверхности подстилающего слоя германия (или InAs), т. е. реализации механизма Странского - Крастанова. Существенная неоднородность упругой релаксации островка по его высоте приводит к зависимости энергетического выигрыша от формы островка. Появляются несколько дискретных энергетически наиболее выгодных форм ("hut", "dome", "superdome").

Упругие искажения по периферии кластера и в прилегающей области подложки возрастают с увеличением его размеров, что изменяет закономерности присоединения адатомов к кластеру[, , ].

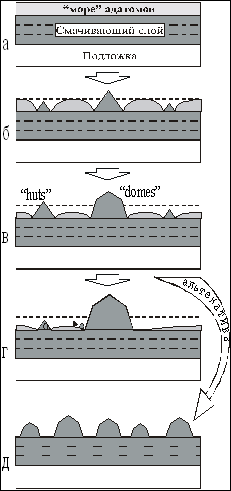


Рисунок 1. Схема формирования 3D островков в системе Ge/Si.

Рис.1 схематично показывает основные этапы образования ансамбля напряженных островков. В начальном состоянии (а) на поверхности имеется пересыщенный адсорбат, но теперь он образовался на поверхности подстилающего (смачивающего) слоя напыляемого материала (Ge). Зарождение 3D - "hut"-кластеров (позиция (б)) обусловлено релаксацией упругих деформаций. Далее (позиция (в)) появляются две выделенные формы: "hut" и "dome". Энергетическая выгодность первой и второй форм зависит от их объема, но возможно их сосуществование. Возможен переток атомов к более энергетически выгодной форме (позиция (г, но: нет непрерывного распределения по размерам, а наблюдается бимодальность в распределении); в работе [] наблюдался обратный пере ход от "dome" к "hut". Возможно квазиравновесное состояние системы, когда размеры и форма кластеров практически не изменяются во времени при отсутствии внешнего потока (позиция (д)). Вероятность стабильного состояния ансамбля островков возрастает с увеличением анизотропии поверхностной энергии (ее возрастанием на фасеточных гранях островков). При определенных условиях (близкое расположение островков) теоретически обосновано взаимодействие кластеров через перекрывающиеся поля упругих деформаций в подложке [,], что может способствовать упорядочению пространственного распределения островков на поверхности.

## Рост и особенности упорядочения ансамблей Ge нанокластеров. Поверхность кремния (100)

Из-за взаимодействия оборванных связей, атомы в приповерхностной области стремятся перестроиться в более энергетически выгодные положения, образуя на поверхности двумерную периодическую структуру. С помощью метода ДМЭ Шлиер и Фарнсворт [] впервые наблюдали реконструированную поверхность Si(100), имеющую элементарную ячейку 2x1 и домены двух типов, ориентированные вдоль направлений [011] и [0-11]. Атомы идеальной поверхности (100) имеют две ненасыщенные связи, одна из двух оборванных связей поверхностного атома вместе с соответствующей связью соседнего атома образует новую димерную связь. Соседние атомы притягиваются друг к другу образуя пары, что ведет к удвоению элементарной ячейки в направлении перпендикулярном рядам димеров. СТМ изображение чистой поверхности представлено на рисунке 2.

Обычно, поверхность имеет две чередующиеся реконструированные фазы, повернутые на 900 относительно друг друга (см. рис.2), т.е. на поверхности присутствуют два вида террас – SA и SB, с димерными рядами перпендикулярно и параллельно ступени соответственно. Поверхность может состоять так же из террас только одного вида, при этом ступени между ними имеют высоту два монослоя. В работе авторы рассчитали из какого типа террас состоит поверхность Si(100) в зависимости от угла разориентации и температуры образца.

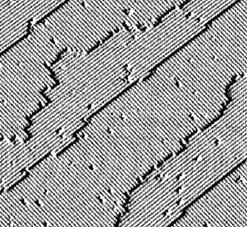


Рисунок 2. Изображение структуры ступени вицинальной поверхности Si(100)

Из-за такой реконструкции поверхности, поверхностная диффузия становится анизотропной. Адатомы "бегают" вдоль димерных рядов значительно быстрее, чем поперек. При малых скоростях осаждения Ge и достаточной температуре, анизотропия поверхностной диффузии приводит к тому, что островки имеют вытянутую форму.

### Морфологические перестройки

В гетеросистемах Ge-Si экспериментально наблюдают несколько стадий эволюции островков в процессе увеличения эффективной толщины пленки. Эти стадии различны для подложек с ориентацией поверхности (001) и (111). С точки зрения создания квантовых объектов поверхность (001) является уникальной, потому что только на ней были обнаружены компактные трехмерные бездислокационные островки размером 10 - 100 нм. Появление таких островков наблюдается после образования сплошной пленки Ge. Начало образования 3D кластеров сопровождается возникновением на картинах дифракции быстрых электронов (ДБЭ) объемных рефлексов и отходящих от них тяжей, сформированных рассеянием электронов на гранях {105}. Благодаря своей форме такие островки получили название "hut" - кластеры []. На рис.3 представлено изображение "hut" кластера полученное Lagally [] с помощью туннельной микроскопии.

а

а

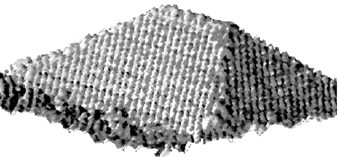


Рисунок 3. СТМ изображение простого "hut" островка, полученного напылением чистого Ge на Si(100). Высота островка ~3 нм, основание 20 и 40 нм. Плоскости огранки островка имеют направление {105}.

С ростом средней толщины пленки в дополнение к граням {105} картины ДБЭ показывают появление граней {113} и {102}. Эта стадия роста характеризуется как формирование "dome" - кластеров, рис.4. Переход от "hut" - кластеров размером в основании 15 - 20 нм к "dome" - кластерам (средние размеры 50 - 100 нм) сопровождается увеличением степени релаксации механических напряжений. По данным Floro et al. материал в кластерах типа "hut" упруго релаксирован в среднем на 20%, тогда как в островках типа "dome" из-за большего отношения высоты к основанию релаксация составляет более чем 50%, при этом островки остаются по-прежнему когерентно сопряженными с подложкой.

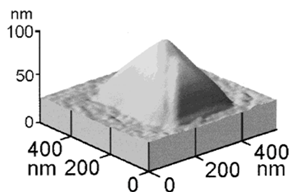


Рисунок 4. Изображение "Dome" островка с веденными дислокациями несоответствия[].

Как показывают многочисленные экспериментальные наблюдения, последней стадией развития морфологии и структуры островков GexSi1-x на Si (001) и (111) является образование трехмерных пластически - деформированных островков с ДН в границе раздела с подложкой, сопровождающееся быстрым увеличением их размеров (см. например, [, ]).

### Эффекты самоорганизации

Процесс самоорганизации вызывает появление в системе островков предпочтительных значений их характеристик: размеров, формы, расстояний между островками и их взаимного расположения. Это является результатом минимизации суммарной свободной энергии системы. Наличие избранных характеристик должно проявляться в спектрах рассеяния и дифракции электронов и рентгеновских лучей при взаимодействии с поверхностью, содержащей наноструктуры, а также в электронных и оптических спектрах.

Распределению островков Ge по размерам в литературе уделяется большое внимание, т. к. этот параметр системы квантовых точек чрезвычайно важен для практических применений.

Основной механизм, ведущий к выравниванию размеров островков, заключается в том, что большие островки напряжены у основания сильнее, поэтому атомам германия выгодней встроиться в меньший островок, где упругие напряжения меньше. Поэтому рост упругой деформации в подложке и в основании кластера с увеличением размера последнего уменьшает скорость его роста [8]. Это приводит к заметному сужению распределения островков по размерам.

В работе [] наблюдали уменьшение разброса размеров островков, от 39 до 25%, при увеличении температуры роста (450-5500С), независимо от потока (1.5-4 МС./мин.).

Наиболее однородное распределение Ge островков по размерам представлено в работе [] (разброс по высотам и ширине оснований островков составил 3%). Столь узкое распределение, по утверждению авторов, получено благодаря тщательному подбору условий роста (выбор температуры, скорости роста и периодическая остановка роста для того чтобы адатомы, за счет диффузии по поверхности, успели встроиться в "нужные" места).

Среди других возможных путей улучшения однородности размеров островков можно выделить следующие: (а) - использование отклоненных подложек[]; (б) - специального метода организации одновременного синхронного зарождения кластеров []. Обоснованию этих путей могут служить следующие известные факты и рассуждения: островки зарождаются предпочтительно на несовершенствах 2D слоя Ge, следовательно, предварительное создание мест, предпочтительных для зарождения кластеров, может явиться полезным приемом для улучшения упорядочения последних.

Ширина распределения островков по размерам зависит от скорости роста. Распределение становится уже с увеличением скорости. Такое поведение подтверждает важность одномоментного гетерогенного зарождения. С увеличением скорости роста повышается вероятность зарождения островков в самом начале процесса и вследствие этого островки растут равные времена и имеют близкие размеры. Дальнейшее увеличение скорости роста приводит к тому, что пересыщение адатомов на поверхности становится настолько большим, что новые островки зарождаются непрерывно. Вследствие этого момент зарождения вновь "размазывается" во времени, и распределение островков по размерам становится шире.

Обеспечить почти одномоментное зарождение островков на всей поверхности подложки можно, создав в первый момент роста значительное пересыщение адатомов германия. Этого можно добиться, например, кратковременным увеличением плотности молекулярного пучка или кратковременным снижением температуры подложки. Эффект синхронизирующего воздействия периодических кратковременных изменений поверхностного пересыщения на двумерное зародышеобразование был обнаружен еще при гомоэпитаксии кремния и германия. На основе этого эффекта был обоснован и реализован метод МЛЭ с синхронизацией зародышеобразования [23]. Позже был предложен и теоретически обоснован оптимизированный метод синтеза таких квантоворазмерных структур, как вертикальные сверхрешетки, наносистемы из квантовых нитей или точек и т.п. при циклическом изменении пересыщения во время выращивания каждого атомного слоя пленки [].

Упорядочение по площади - наиболее слабая форма упорядочения, что связано со слабостью взаимодействия островков на начальном этапе их формирования. Поэтому предварительное создание упорядоченных мест для зарождения нанокластеров является основным путем для получения их последующего пространственно - упорядоченного состояния. Несмотря на рекордно малый разброс по размерам островков, сообщаемый в [21], их пространственное распределение практически неупорядочено. Свидетельствами присутствия некоторого упорядочения являются наличие слабо выделенного предпочтительного расстояния между ближайшими соседями, а также отсутствие 3D центров на расстояниях меньше среднего.

Пространственное упорядочение островков возрастает с увеличением покрытия (отношения суммарной площади островков к площади подложки), что обусловлено минимизацией отталкивающими силами упругого взаимодействия между соседними островками [].

Поэтому более пространственно упорядоченные массивы островков там, где островки практически соприкасаются.

При выращивании структур с несколькими слоями Ge квантовых точек, которые заращиваются материалом, согласованным с подложкой (Si), замечено, что новый слой островков растет так, что островки оказываются расположенными друг под другом в вертикальном направлении [] и приводит к улучшению упорядочения островков по их размерам. Возмущения полей упругой деформации от кластера проникают на разные расстояния в заращивающий слой, в зависимости от объема конкретного островка и от их скопления. На поверхности заращивающего слоя создаются места преимущественного зарождения новых островков на следующем "этаже". Регулируя толщину заращивающего слоя можно отфильтровывать влияние слабых островков. Такие многослойные гетероструктуры с квантовыми точками имеют прикладное значение в связи с открывающимися новыми возможностями (например, электронная связь кластеров по вертикали, формирование трехмерных решеток, состоящих из островков - кластеров, часто называемых "искусственными атомами" []).

Морфология поверхности, на которой формируются 3D островки, играет существенную роль и может использоваться как управляющий фактор, способствующий упорядочению островков как по размерам, так и по их пространственному распределению. Управление параметрами поверхности может быть осуществлено следующими путями:

- использование подложек, отклоненных от поверхности (001) и связанные с этим различные способы упорядочения ступеней, являющихся в дальнейшем шаблонами для зарождения островков [, ,].

- использование сурфактантов, модифицирующих поверхностные характеристики (поверхностная энергия, длина диффузии адатомов) как подложки, так и эпитаксиального слоя [, , ].

- создание на поверхности подложки микрострессоров, инициирующих зарождение островков в определенных местах [, ].

### Размеры и плотность островков: возможности управления

Исследования твердых растворов GeSi с большим содержанием Si весьма удобны для модельных экспериментов, поэволяющих легко выяснить основные закономерности формирования островков вследствие их относительно больших размеров [16]. С ростом доли Si напряжения в кластере уменьшаются, и необходимый выигрыш знергии за счет упругой релаксации островков наступает при их больших размерах. Однако практический интерес исследователей концентрируется на системах с размером наноостровков около 10 нм и менее (чистый Ge на Si), что, в первую очередь, связано с их оптическими свойствами. Плотность островков имеет также большое значение, поскольку отклик системы на внешнее воздействие напрямую связан с числом островков, а значит и с их плотностью. Оба этих параметра (размер и плотность) зависят от таких условий выращивания, как температура подложки и скорость роста*.* Понижение температуры роста, также как и увеличение потока Ge ведут к уменьшению диффузионной длины Ge адатомов на подложке. Соответственно, область сбора адатомов для одного островка уменьшается, уменьшаются и его размеры, а плотность возрастает. Abstreiter et al [], понизив температуру роста до 5500С и увеличивая поток Ge, закономерно варьировали плотностью островков вплоть до 1010 см-2. Дальнейшее понижение температуры роста до 3000С позволило существенно повысить плотность Ge нанокластеров до ~ 3.1011см-2 []. Peng et al [30], используя сурьму как сурфактант, понижающий поверхностную диффузионную длину адатомов Ge, достигли рекордно высокой на сегодняшний день величины плотности Ge островков ~5\*1011см-2.

**Контроль in situ**

Сильная зависимость параметров островков от условий проведения технологического процесса делает необходимым непрерывный мониторинг ситуации на ростовой поверхности подложки. Традиционным методом, пригодным для этого, является дифракция быстрых электронов (ДБЭ).

Дифракция быстрых электронов на отражение (ДБЭ) является распространенным методом анализа структуры поверхности пленок в процессе МЛЭ. Большое распространение этого метода связано с простотой использования методики и наличие большого свободного пространства перед образцом. Еще одним из преимуществ ДБЭ (в отличие от дифракции медленных электронов) является то, что из-за большого различия по энергии между упруго рассеянными электронами и фоном неупругого рассеяния, отсутствует необходимость тщательной энергетической фильтрации. А достаточность энергии первичных электронов для возбуждения свечения люминесцирующего экрана, не требует их повторного ускорения.

ДБЭ позволяет непрерывно следить за ростом эпитаксиальных пленок на поверхности, вследствие того, что фронтальная часть образца становится доступной для испаряющихся источников. Большой интерес к МЛЭ, как к способу выращивания материалов для полупроводниковых приборов, оказал стимулирующее воздействие на применение ДБЭ.

Помимо улучшенного доступа к поверхности, обеспечиваемого геометрией ДБЭ, по сравнению с ДМЭ, этот метод обладает и другими преимуществами при изучении эпитаксиального роста и процессов на многослойных поверхностях. В частности, использование падения с малыми углами скольжения делает этот метод чувствительным к микрорельефу поверхности. Если ДМЭ (обычно при нормальном падении) выделяет хорошо упорядоченные области поверхности с ориентацией, близкой к средней ориентации поверхности, то электроны при скользящем падении будут проникать в шероховатости на поверхности, если она является микроскопически гладкой. Очевидно, что это повышает требования к более тщательному приготовлению образцов для исследования методом ДБЭ, но в то же время означает, что этот метод может выявить изменения в морфологии поверхности. Например, если эпитаксиальный рост приводит к росту островков на поверхности, то картина скользящего отражения от плоской поверхности, которая наблюдалась в отсутствии островков, сменится картиной содержащей дифракционные рефлексы от трехмерных объектов. Это может использоваться, например, для определения критической толщины псевдоморфной пленки, и определения ориентаций граней островков[].

С другой стороны, ДБЭ имеет определенные недостатки при изучении двумерно симметричных структур для случая микроскопически-гладкой поверхности. Например, для выявления полной двумерной периодичности, образец необходимо вращать вокруг нормали к поверхности. Изменение периодичности в плоскости падения не приводят к изменениям периодичности дифракционной картины.

В работе [], методом дифракции электронов на отражение были построены фазовые диаграммы структур, существующих на поверхности во время эпитаксии Ge на подложках Si(111) и Si(001). В процессе роста пленки GexSi1-x на подложках Si(001) на поверхности присутствуют смесь сверхструктур (2xN), обычно наиболее ярко выражены сверхструктуры (2x1) и (2x8).

Хотя в последнее время, почти в каждом исследовательском коллективе появились диагностическая аппаратура (СТМ, АФМ), предоставляющая визуальную информацию о структуре поверхности и процессах происходящих во время роста, тем не метод дифракции быстрых электронов, благодаря своей простоте, дешевизне и удобности геометрии остается неотъемлемой частью диагностического оборудования в установках молекулярно-лучевой эпитаксии, для материалов не разрушающихся под воздействием электронной бомбардировки. Кроме этого, регистрация осцилляций интенсивности зеркального рефлекса является самым распространенным методом калибровки скорости роста пленок. В работе [] проводится сравнительный анализ дифракционных картин ДБЭ и изображений поверхности полученной СТМ, для корректной интерпретации дифракционных картин во время роста пленок.

Кроме анализа структуры поверхности пленок, регистрация осцилляций зеркально-отраженного пучка быстрых электронов от поверхности растущей пленки дает возможность измерять скорость роста пленок и контролировать их состав и толщину. Анализируя характер осцилляций можно изучать реализуемые механизмы роста, определять параметры поверхностной диффузии и встраивания адатомов [].

Осцилляции интенсивности имеют место при реализации двумерно-островкового роста. За счет периодического изменения шероховатости, интенсивность зеркального рефлекса осциллирует отслеживая гладкость поверхности.

Форма осцилляций зеркального рефлекса картины дифракции электронов в процессе роста является еще более чувствительной к морфологическим перестройкам на поверхности растущей пленки. Сама по себе высокая чувствительность зеркального рефлекса к морфологии обостряется, когда дифракция осуществляется в условиях поверхностного резонанса []. В этих случаях появление островков сопровождается резким уменьшением интенсивности зеркального рефлекса, что дает возможность точно определять этот момент.

# Описание экспериментальной установки

# Установка молекулярно-лучевой эпитаксии "Катунь"

Автоматизированная многокамерная установка молекулярно-лучевой эпитаксии "Катунь" предназначена для получения многослойных эпитаксиальных пленочных структур в условиях сверхвысокого вакуума. Схема используемой в работе части установки показана на рис.5.

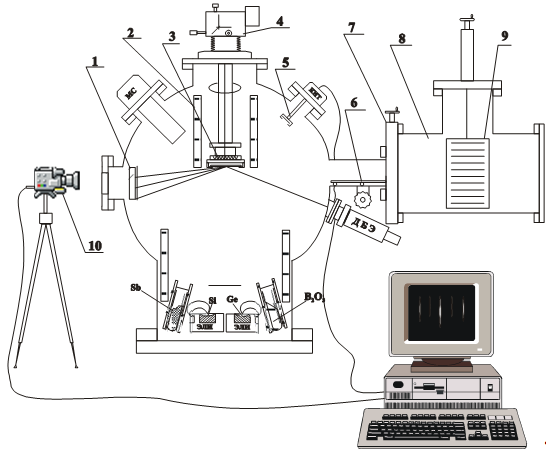


Рисунок 5. Схема экспериментальной установки.

1. - Люминесцентный экран. 2. - Криопанель. 3. - Нагреватель. 4. - Манипулятор. 5. - Кварцевый измеритель толщины. 6. - Рейка для транспортировки подложек. 7. - Шибер. 8. - Камера МЗВ. 9. - Манипулятор с кассетами. 10. - Система регистрации ДБЭ.

Основные части установки включают в себя: модуль загрузки-выгрузки, транспортный узел и модуль эпитаксии полупроводников.

Модуль загрузки-выгрузки (МЗВ) предназначен для загрузки, выгрузки и транспортировки полупроводниковых подложек в сверхвысоковакуумную установку. В модуле так же производится первичное обезгаживание подложек. МЗВ состоит из вакуумной камеры, вакуумных насосов, двух манипуляторов с кассетами для подложек, натекателя и датчиков давления. Модуль позволяет одновременно загрузить 20 подложек диаметром до 100 мм.

Транспортный узел предназначен для перемещения рейки с подложками из МЗВ в камеру роста.

Модуль эпитаксии полупроводников позволяет производить эпитаксиальный рост моноатомных полупроводников, тугоплавких металлов и осуществлять легирование в процессе роста. Модуль содержит в себе следующие устройства: вакуумная камера, система насосов, манипулятор с нагревателем, блок испарителей, датчик масс-спектрометра, криопанель, датчики давления, дифрактометр быстрых электронов, кварцевый измеритель толщины.

Вакуумная система состоит из механического, адсорбционного, сублимационного и магниторазрядного насосов, обеспечивая предельное остаточное давление в модулях 1\*10-8 Па.

Манипулятор с нагревателем предназначен для захвата подложки и ориентировки ее относительно молекулярных пучков и аналитических приборов, а также для нагрева и вращения подложки во время эпитаксии. Нагрев подложки осуществляется тепловым излучением нагревателя, который окружен системой многослойных, экранов для уменьшения излучения на стенки камеры. Максимальная температура нагрева подложек 11000С.

Блок испарителей является одним из основных узлов технологических модулей и предназначен для получения молекулярных пучков. Блок включает в себя два электронно-лучевые испарители (ЭЛИ) Ge и Si, две молекулярных ячейки Кнудсена Sb и B2O3 и криопанель. ЭЛИ позволяет получать молекулярные потоки веществ, имеющих высокую температуру испарения или требующих испарения из автотиглей из-за большой химической активности. Ячейки Кнудсена создают молекулярный поток за счет нагрева тигля с испаряемым веществом. Конструкция ячеек позволяет получать температуры на тигле испарителя в диапазоне 0-1300 С, с точностью поддержания температуры 0.5 С.

## 

## Электронно-лучевой испаритель

Из-за большой химической активности кремния и германия, для получения пленок с минимальным количеством ненужных примесей встает необходимость использования "автотигей" (расплав испаряемого вещества не контактирует с другими материалами) для получения чистых атомных пучков этих материалов. Использование электронно-лучевого испарителя решает эту проблему.

Основные части ЭЛИ включают в себя катод, фокусирующий электрод, ускоряющий электрод и мишень - испаряемый материал (см. рис.6). Поворот и фокусировка электронного пучка в центр мишени производится постоянным магнитным полем самарий-кобальтовых магнитов, укрепленных под корпусом испарителя. Кристаллическая мишень (кремниевая или германиевая) размещена в тигле с водоохлаждаемым корпусом. Поток электронов разогревает центральную часть кристалла до плавления.

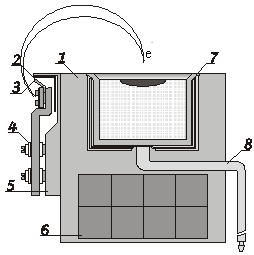


Рисунок 6. 1 – Корпус; 2 – Фокусирующий электрод; 3 – Катод; 4 – Изолятор; 5 – Основание катодного узла; 6 –Магниты; 7 – Тигель; 8 – Трубка охлаждения.

Применение магнитного поля для фокусировки электронного пучка позволяет сделать катодный узел невидимым из места расположения подложек. Тем самым устраняется опасность прямого попадания продуктов ионного распыления на подложку и эпитаксиальную пленку.

Скорость осаждения можно изменять меняя величину "озера" расплавленного материала, т.е. управляя мощностью электронной бомбардировки. Для предотвращения загрязнения испаряемого материала это "озеро" не должно выходить за границу кристалла, т.е. сам кристалл является тиглем и, таким образом, реализуется режим "автотигля". Управление мощностью осуществляется изменением тока эмиссии при неизменном ускоряющем напряжении.

При длительной работе ЭЛИ в центре материала, загруженного в тигель, образуется кратер, что может привести к уменьшению скорости испарения и изменению углового распределения потока испаряемого материала. Это приводит к увеличению неравномерности толщины пленки по радиусу подложки. Для выравнивания профиля загруженного материала место расплава временно смещают в разные стороны от центра тигля, оплавляя края кратера и таким образом перемещая испаряемый материал к центру тигля. Смещение места расплава производят изменением ускоряющего напряжения и внешними магнитами, размещенными на стенке вакуумной камеры.

## Дифрактометр быстрых электронов

Дифрактометр быстрых электронов предназначен для наблюдения структуры тонких пленок в процессе их нанесения методом МЛЭ, а так же для наблюдения структуры поверхности подложек в процессе предэпитаксиальной подготовки.

Действие дифрактометра основано на формировании дифракционной картины в результате отражения от поверхности исследуемого вещества. Электронный луч, сформированный электронной пушкой и магнитной линзой, попадает на образец и, упруго рассееваясь от него, попадает на люминесцентный экран. Ускоряющее напряжение – 20кВ.

## Кварцевый измеритель толщины

Использование кварцевого измерителя толщины позволяет независимо от ДБЭ измерять толщину напыляемой пленки. Физический принцип прибора основан на измерении изменения периода собственных колебаний кварцевой пластинки (резонатора).

Измерительный резонатор, помещенный в вакуумный объем напылительной установки, определяет период колебаний выносного генератора. Собственный период колебаний измерительного резонатора прямо зависит от толщины пленки, осаженной на него. Сравнивая период колебаний выносного генератора с эталонным, можно определить толщину выросшей пленки.

В данной работе использовался цифровой прибор УУП-1 предназначенный для контроля толщины и скорости роста пленок алюминия, поэтому частота внутреннего генератора подобрана так, чтобы изменение показаний прибора на единицу соответствовало толщине пленки алюминия в один ангстрем.

Градуировка прибора для измерения толщин пленок кремния и германия производилась при достаточно низких температурах эпитаксии в условиях двумерно-островкового роста, когда за один период осцилляции вырастает пленка монослойной толщины.

## 

## Подготовка образцов

Предэпитаксиальная очистка поверхности кремния является стандартной процедурой, которой пользуются большинство групп занимающихся эпитаксией на кремнии и проводится в три этапа:

1) Химическая очистка:

С термически окисленных (на толщину около 1 мкм) пластин кремния, удаляется оксидный слой SiO2 плавиковой кислотой (HF). Затем пластина равномерно окисляется раствором H2O2+NH4OH+H2O. После такой химической обработки, на поверхности остается тонкий (несколько монослоев) и чистый от примесей слой оксида кремния SiO2. После чего производится тщательная промывка в деионизованой воде и сушка в парах ацетона.

2) Удаление оксида кремния:

Температура подложки устанавливается порядка 800°C. Подпыление поверхности пластины небольшим потоком кремния, восстанавливает двуокись кремния до моноокиси, которая при данной температуре десорбирует с поверхности. Поток кремния в процессе очистки составляет ~5x1013 ат/см2сек. При этом ведется наблюдение дифракционной картины поверхности подложки. При нормальном ходе процесса очистки, по истечении около двух минут начинает исчезать диффузный фон, и увеличивается яркость основных рефлексов. Завершение процесса очистки отличается появлением сверхструктурных рефлексов 7x7 для Si(111) и 2x1 дляSi(100).

3) Рост буферного слоя:

Для сглаживания макронеровностей оставшихся после шлифовки и предыдущих этапов обработки поверхности выращивается буферный слой кремния толщиной порядка 100нм. Температура поверхности устанавливается 700°C, рост осуществляется в течении пяти - десяти минут со скоростью осаждения 1015 ат/см2сек.

Данная система подготовки поверхности производится один раз.

Перед каждым новым осаждением германия пластина отжигалась при температуре 1100°C в течении двадцати минут. Для уменьшения влияния "истории" образца, из-за частичного растворения германия в подложке при отжиге, поверхность заращивалась слоем кремния ~200-300Å. Затем для выглаживания поверхности образец снова отжигался в течении 10 минут, после чего охлаждался естественной теплоотдачей (без принудительного охлаждения) до температуры последующего роста.

Проводя однообразно прогрев, охлаждение и заращивание кремнием перед каждым экспериментом, мы ожидаем минимального изменения исходной поверхности от эксперимента к эксперименту. О чем свидетельствует характерная дифракционная картина (2x1) для Si(100) реконструированной поверхности, наблюдаемая после всех предэпитаксиальных подготовок.

# 

# Результаты эксперимента

Исследован методом ДБЭ рост слоев германия на кремнии в диапазоне температур от 250 до 700ОС. На рис.7 представлена характерная дифракционная картина поверхности Si(100), при дифракции быстрых электронов на отражение под малым углом падения.

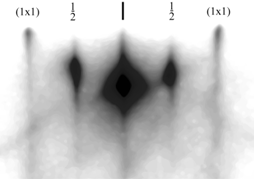


Рисунок 7. Дифракционная картина чистой поверхности Si(100).

Центральное пятно – рефлекс зеркально отраженного пучка электронов. Три темные полосы, крайние боковые и центральная – тяжи, полученные пересечением обратной двумерной решетки со сферой Эвальда. Между ними находятся сверхструктурные тяжи, возникающие из-за присутствия на поверхности дополнительной периодичности (2x1).

На рис.8 показана характерная дифракционная картина от поверхности псевдоморфной пленки Ge на Si(100). Толщина слоя Ge равна 2 монослоя.

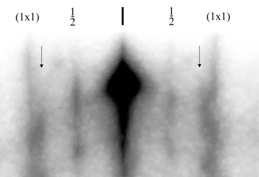


Рисунок 8. Дифракционная картина поверхности Si(100) с пленкой Ge 2 монослоя. Стрелками показаны тяжи от реконструкции (8x2).

При толщине пленки около 1 монослоя (МС) на дифракционной картине формируется сверхструктура (2xN) где N=8-12. Эта структурная перестройка заключается в удалении рядов димеров с поверхности плёнки, что приводит к частичной упругой релаксации напряженного гладкого германиевого слоя, в результате на дифракционной картине появляются дополнительные сверхструктурные тяжи.

При дальнейшем увеличение толщины Ge, из-за роста с толщиной энергии напряжений, с некоторой толщины, пленке становится выгоднее частично снять напряжения за счет увеличения площади поверхности. В результате на поверхности подстилающего слоя начинают образовываться островки("hut" кластеры), когерентно сопряженные в основании с подложкой и имеющие форму четырехгранных пирамид с ориентацией граней типа {105}. В результате, на дифракционной картине тяжи от дифракции на поверхности заменяются на рефлексы от объемной дифракции (на просвет) от островков. Из-за четкой огранки островков, возле объемных рефлексов, появляются линии обусловленные рассеянием на гранях островков (см. рис.8).

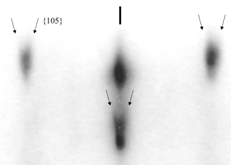


Рисунок 9.Дифракционная картина поверхности Si(100) с Ge "hut" кластерами (толщина пленки - 6 монослев). Стрелками показаны линии от рассеяния на гранях островков.

Увеличение толщины пленки Ge приводит к постепенному увеличению размеров "hut" островков, и при некоторой толщине трансформации "hut" островков в "dome". Характерная дифракционная картина от поверхности с "dome" островками показана на рис.9.

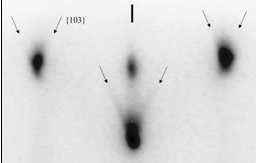


Рисунок 10. Дифракционная картина поверхности Si(100) с Ge "dome" островками (толщина пленки - 15 монослев). Стрелками показаны линии от рассеяния на гранях островков.

Расстояние на дифракционной картине между тяжами, в случае дифракции от поверхности или рефлексами, в случае дифракции от объема напрямую отражает значение параметра решетки (~1/a). Следя за изменением расстояния сначала между тяжами, а затем между положением объемных рефлексов можно контролировать "параметр решетки" растущей пленки в плоскости роста. На рис.10 представлено характерное поведение положения тяжей, в точках последующего появления объемных рефлексов.

Стрелками на рисунке показаны места на дифракционной картине вдоль которых снимался профиль интенсивности в процессе роста. Как видно из рисунка, в процессе роста расстояние между тяжами меняется. В начальный момент, когда дифракционная картина образована рассеянием на чистой поверхности кремния, можно считать, что расстояние между тяжами (l0) в этом случае соответствует параметру решетки объемного кремния. Тогда, изменение эффективной постоянной решетки в процессе роста можно вычислить по формуле:

*a*/*a*=1-*l*/*l*0

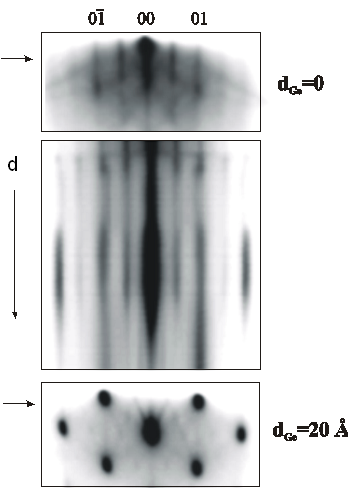


Рисунок 11. Изменение профиля интенсивности дифракционной картины вдоль горизонтального направления в процессе осаждения Ge на Si(100). Вверху и внизу показаны начальное и конечное изображение дифракционной картины.

Электронный луч, падающий под малым углом на поверхность (~0.50), проникает в поверхность неглубоко ~1-3 монослоя (для данной энергии электронов – 20кВ), поэтому параметр решетки рассчитанный из дифракционной картины соответствует параметру решетки самых верхних слоев поверхности.

На рис.12 показано характерное изменение эффективного параметра решетки в плоскости роста.

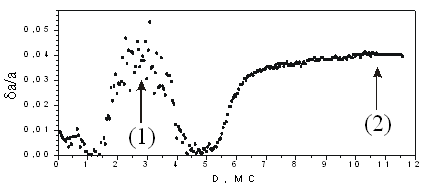


Рисунок 12. Изменение "параметра решетки" в процессе осаждения. (1) – Переход 2D-3D. (2) – Полная релаксация "dome" островков.

На зависимости параметра решетки от толщины можно выделить несколько характерных моментов изменения поведения:

Начиная с толщины пленки около одного монослоя и до трех монослоев, наблюдается рост параметра решетки.

В этой области напряженной пленке германия становится выгоднее иметь на поверхности большое количество двумерных островков, т.к. они частично снижают напряжения за счет релаксации. При этом, оказываясь сжатыми в основании, на верхней, свободной границе островки могу быть наоборот растянуты. С увеличением толщины пленки, увеличивается энергия упругих напряжений в пленке, и для ее снижения поверхности выгоднее иметь все большее и больше количество двумерных островков.

2. С трех до пяти монослоев происходит падение параметра решетки до значения почти соответствующему значению параметра решетки кремния.

При толщине пленки около 3 монослоя на месте двумерных островков начинают образовываться трехмерные островки, когерентно сопряженные в основании с подложкой. Дифракционная картина в данной ситуации представляет собой сумму от дифракции на поверхности смачивающего слоя и только зародившихся трехмерных островков. Профиль интенсивности снимается в точке появления объемных рефлексов, интенсивность которых на данной стадии еще мала, поэтому основной вклад в интенсивность в выбранной на картине точке будет давать псевдоморфный смачивающий слой германия, который имеет в плоскости роста параметр решетки как у кремния. Поэтому переход 2D - 3D к временному падению эффективного параметра решетки растущей пленки.

3. С толщины пленки порядка пяти монослоев идет постепенное увеличение параметра, до тех пор, пока не достигнет значения параметра решетки объемного германия.

По мере падачи материала на поверхность, трехмерные островки увеличиваются в размерах. "Hut" островки, будучи когерентно сопряжены в своем основании с подстилающим слоем, имеющим в плоскости роста параметр решетки кремния, к своей вершине постепенно релаксируют. И чем больше размер островка, тем большие толщины подвержены релаксации. "Dome" островки срелаксированны еще больше. При некоторой толщине пленки введенные в "dome" островки дислокации несоответсвия уже настолько снимают напряжения в островках, что электронный луч прошедший через островок "чувствует" в нем параметр решетки объемного германия.

Были так же измерены изменения вертикального профиля интенсивности вдоль нулевого тяжа от времени роста пленок (рис.13а). Рисунок представляет из себя последовательность профилей интенсивности вдоль нулевого тяжа в зависимости от толщины пленки германия. Угол отложен в соответствии с дифракционными картинами, приведенными на рис.7-10 (т.е. дифракционный угол увеличивается вниз). На протяжении роста первых 2-3 МС на профилях присутствует один максимум, который соответствует зеркальному рефлексу. Эта область соответствует двумерно-слоевому росту пленки. Затем интенсивность зеркального рефлекса уменьшается, а рядом разгорается объемный рефлекс. По мере роста пленки, интенсивность объемного рефлекса увеличивается, и при некотором значении толщины пленки происходит сдвиг объемного рефлекса в сторону больших углов.

Таким образом можно выделить три характерных области по толщине пленки, которые хорошо согласуются с изменениями дифракционных картин:

1. До начала перехода к трехмерному росту (<3MC) профиль представляет из себя в основном узкий и интенсивный пик, зеркального рефлекса.

В этой области происходит сверхструктурный переход 2х1 в 2хN, который явно не проявляется на профилях интенсивности, но сопровождается существенным снижением интенсивности зеркального рефлекса при толщине пленки около 1МС.

2. После перехода к трехмерному росту (>5-10MC и >3-4MC) профиль также представлят из себя более узкий и интенсивный пик, теперь являющийся объемным рефлексом. По мере роста пленки происходит изменение в интенсивности и сильное смещение объемного рефлекса.

Как уже указывалось выше, в этой области толщин наблюдаются дифракционные картины, свидетельствующие об образовании псевдомофных "hut" кластеров с ориентацией граней типа {105}.

3. При больших толщинах (>5-10MC), как уже указывалось выше, рефлекс постепенно смещается в сторону больших углов.

В этой области толщин наблюдаются дифракционные картины, свидетельствующие об образовании трехмерных островков с дислокациями несоответствия и огранкой типа {113}.

На рис.13 цифрами указаны моменты смены характерных областей на профиле.

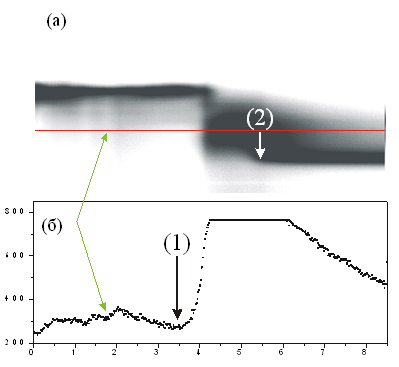


Рисунок 13. (а) – Изменение профиля интенсивности дифракционной картины вдоль вертикального направления в процессе осаждения Ge на Si(100). (б) – Изменение интенсивности вдоль выделенное линии на (а). (1) – Переход 2D – 3D рост (начало образования "hut" островков). (2) – Переход "hut" – "dome".

Таким образом из анализа изменения горизонтального и вертикального профиля интенсивности дифракционной картины можно выделить три характерные толщины растущей пленки: (1) – переход от двумерного роста к трехмерному и начало образования на поверхности "hut" островков, (2) – переход "hut"островков в "dome" и (3) – полная релаксация "dome" островков. На рис.14 представлена кинетическая диаграмма морфологии поверхности пленки Ge на Si(100) в процессе роста, в зависимости от эффективной толщины осажденного германия и температуры роста.

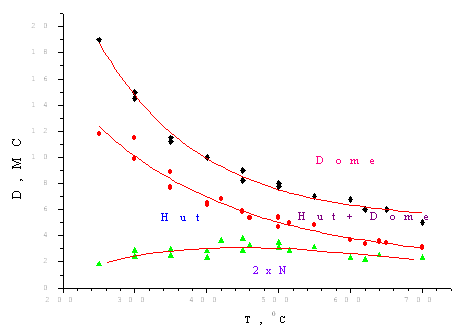


Рисунок 14. Кинетическая диаграмма морфологии поверхности пленки Ge на Si(100). Скорость осаждения Ge – 0.05МС/сек.

Точность положения точек по относительной температуре в пределах 1-2%, по абсолютной температуре (сдвиг по температуре всей диаграмм) около 200. Точность по определению характерных толщин, составляет около 10% и определяется в основном неточностью определения скорости потока германия на поверхность и стабильностью работы источника.

# 

# Обсуждение результатов

# Сравнение диаграммы с данными имеющимися в литературе

Несмотря на большое количество работ, публикуемых в журналах по теме роста Ge на поверхности Si(100), данных которые можно было бы напрямую соотнести с результатами данной работы не много. Связано это с рядом обстоятельств. Во первых, почти половина работ по данной тематике посвящена исследованию роста твердого раствора GexSi1-x на Si(100). Эффективная постоянная решетки твердого раствора отличается от объемной решетки кремния уже не на 4%, как для случая эпитаксии чистого германия, а меньше, в зависимости от x. В результате, такие параметры растущей пленки, как критическая толщина перехода 2D - 3D, характерные размеры "hut" и "dome" островков могут значительно увеличиться. Получать изображение поверхности пленок с большими островками гораздо легче, и это можно делать "на воздухе" в атомарно-силовом микроскопе. Для получения изображений маленьких островков, обычно применяют сканирующую электронную микроскопию, без контакта образца с воздухом, либо просвечивающую электронную микроскопию уже захороненных островков.

Во вторых, много работ посвящено поиску оптимальных условий параметров роста, таких как, начальная структура поверхности, скорость и температура осаждения, временные задержки в процессе роста, использование сурфактантов и углеродных добавок и др.

На рис.15 представлено расположение экспериментальных точек, взятых из печатных источников [2,20,26,35,39,, ,,,,], по отношению к зависимостям, полученным в данной работе.

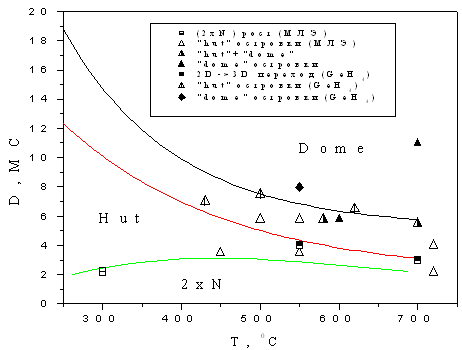


Рисунок 15. Сравнение литературных данных (тщчки)с результатами эксперимента в данной работе(сплошные линии).

Экспериментальные точки, с использованием метода газофазной эпитаксии лежат на несколько монослоев выше, чем для молекулярно-лучевой эпитаксии. Связано это с тем, что при осаждении из газовой фазы на поверхности растущей пленки присутствует водород, который уменьшает поверхностную диффузию адатомов и меняет энергию границы раздела кристалл-вакуум, т.е. действует аналогично сурфактанту. В остальном наблюдается удовлетворительное соответсвие экспериментальных наблюдений.

## Температурное поведение характерных тощин

1). Температурное поведение 2D-3D перехода.

Поведение границы послойного и трехмерного роста при изменении температуры роста определяется характерной длинной миграции адатомов по поверхности.

На диаграмме морфологии поверхности видно низкотемпературное (T<2500C) и высокотемпературное (T>5500C) уменьшение эффективной толщины Ge пленки, при которой происходит смена 2D - 3D механизма роста. Для эпитаксии при низких температурах, из-за диффузионного уменьшения длинны миграции адатомов Ge по поверхности, происходит постепенная трансформация от двумерно островкового механизма роста к многоуровневому, когда новые двумерные островки образуются на нижележащих двумерных островках, еще не успевших срастись в сплошной монослой. По теоретическим расчетам, растущей поверхности напряженной германиевой пленки, на стадии двумерного послойного роста, выгодно быть шероховатой (т.е. иметь на поверхности двумерные островки) для снижения энергии упругих напряжений. При высоких температурах поверхностная диффузия адатомов достаточна, чтобы собрать атомы вокруг двумерного островка из подстилающего слоя или просто для перестройки двумерного островка, для образования более выгодной конфигурации пленки (с "hut" островками), поэтому переход к трехмерному росту происходит раньше. А при меньших температурах, кинетические ограничения приводят к тому, что зарождение 3D островков начинается немного позже.

2). Температурное поведение перехода "hut" - "dome" и полной релаксации "dome" островков.

Как видно из зависимости во всем температурном диапазоне происходит плавное уменьшение характерных толщины перехода из "hut" в "dome" и толщины, при которой происходит полная релаксация "dome" островков. По многочисленным теоретическим расчетам "hut" островки являются метастабильными, и отжиг, даже при температурах роста, приводит к постепенному переходу "hut" островков в "dome" островки. Поэтому наряду с термодинамическими параметрами системы (конкуренция между упругими напряжениями и площадью поверхности), важную роль играют кинетические процессы переноса на поверхности. При низких температурах роста, кинетический массоперенос по поверхности гораздо меньше, поэтому трансформация "hut" кластеров в более стабильные "dome" островки происходит при больших толщинах. В то время как при более высоких температурах роста образующиеся "dome" островки для выстраивания своей формы в конфигурацию с минимумом энергии могут получать атомы Ge не только из падающего потока, но и собирать из близлежащих "hut" кластеров и смачивающего слоя. К тому же, при боле высоких температурах, введение дислокаций несоответствия в островок возможно при меньших напряжениях в островке, а значит при меньших эффективных толщинах германиевой пленки.

# Выводы

По результатам проведённых исследований можно сделать следующие выводы:

1). Предложена методика контроля морфологии пленки Ge при эпитаксии на поверхности Si(100) с помощью регистрации и анализа изменения профилей интенсивности на дифракционной картине быстрых электронов.

2). Измерены изменения профилей интенсивности вдоль вертикального и горизонтального направления дифракционной картины при эпитаксии Ge на Si(100) в температурном диапазоне 250-7000С, при постоянной скорости роста – 0.05Å/сек.

3). Из анализа изменения горизонтального профиля интенсивности определено поведение параметра решетки пленки в плоскости роста в зависимости от эффективной толщины напыляемого слоя германия.

4). Предложена модель, объясняющая подобное поведение параметра решетки пленки в плоскости роста. Увеличение параметра решетки на стадии двумерного роста и формирования "hut"-кластеров обусловлено упругой деформацией, а для "dome"-кластеров – пластической релаксацией из-за формирования сетки дислокаций несоответствия в границе раздела.

5). По характерным изменениям в профилях интенсивности, построена кинетическая диаграмма морфологии поверхности пленки Ge на Si(100) в зависимости от температуры роста и толщины осажденного германия.

эпитаксия дифракционный электрон кластер

# Благодарности

Выражаю огромнейшую благодарность моему научному руководителю к.ф.-м.н. Никифорову А.И. за частые обсуждения вопросов непосредственно связанных с моей дипломной работой, за поощрение и помощь при проявлении мной инициативных начинаний, а так же за дружественный дух, который царит в его рабочей группе.

Хочу поблагодарить так же к.ф.-м.н. Соколова Л.В. за обсуждение некоторых вопросов по интерпретации экспериментальных зависимостей.

Благодарю к.ф.-м.н. Чикичева С.И. за интересные, занимательные спецсеминары проводимые им со студентами кафедры.

# Cписок литературы

D.J. Paul. «Silicon germanium heterostructures in electronics: the present and the future»Thin Solid Films, 321 (1998), 172-180.

D.J. Eaglesham and M. Cerullo. «Dislocation-Free Stranski-Krastanow Growth of Ge on Si(100)» Phys. Rev. Lett., 64, 1943 (1990).

P. Muller and R. Kern. «Equilibrium shape of epitaxially strained crystals (Volmer-Weber case)» J. Cryst. Growth, 193, 257 (1998).

А.А. Чернов, Е.И. Гиваргизов, Х.С. Багдасаров и др. Современная кристаллография, т. 3. М.: Наука, 1980, 407 стр.

F. Liu and M.G. Lagally. «Interplay of Stress, Structure, and Stoichiometry in Ge-Covered Si(001)» Phys. Rev. Lett., 76, 3156 (1996).

Y. Chen and J. Washburn. «Structural Transition in Large-Lattice-Mismatch Heteroepitaxy» Phys. Rev. Lett.,77, 4046 (1996).

D.E. Jesson, G. Chen, K.M. Chen, and S.J. Pennycook. «Self-Limiting Growth of Strained Faceted Islands» Phys. Rev. Lett., 80, 5156 (1998).

M. Kästner and B. Voigtländer, «Kinetically Self-Limiting Growth of Ge Islands on Si(001)» Phys. Rev. Lett., 82, 2745 (1999).

Н.В. Востоков, С.А. Гусев, И.В.Долгов, Ю.Н. Дроздов и др. , «Упругие напряжения и состав самоорганизующихся наноостровков GeSi на Si(001)» ФТП, №2 (2000)

V.A. Shchukin, D. Bimberg. «Strain-driven self-organization of nanostructures on semiconductor surfaces» Appl. Phys., A 67, 687 (1998).

P. Mller, R. Kern. « Equilibrium shape of epitaxially strained crystals (VolmerÐWeber case)» J. Cryst. Growth, 193, 257 (1998).

Ф. Бехштенд, Р. Эндерлайн «Поверхности и границы раздела полупроводников», М., «Мир», 1990.

O.L. Alerhand, A.N. Berker, R.J. Hamers, et al «Finite-Temperature Fase Diagram of Vicinal Si(100) Surface» Phys. Rev. Let. V64, N20 (1990) 2406.

Y.-W. Mo, D.E. Savage, B.S. Swartzentruber, and M.G. Lagally. Phys. Rev. Lett., 65, 1020 (1990).

Feng Liu, M.G. Lagally «Self-organized nanoscale structures in Si/Ge films» Surface Science 386 (1997) 169–181

G. Capellini,a) L. Di Gaspare, and F. Evangelisti « Atomic force microscopy study of self-organized Ge islands grown on Si(100) by low pressure chemical vapor deposition» Appl. Phys. Lett. 70 (4), 27 January 1997

F.K. LeGoues, M.C. Reuter, J. Tersoff, M. Hammar, and R.M. Tromp. Phys. Rev. Lett., 73, 300 (1994).

V.A.Markov, A.I.Nikiforov, O.P.Pchelyakov "In situ" Control of Direct MBE Growth of Ge Quantum Dots on Si. J.Cryst.Growth 175/176(1997) 736-740.

J. Drucker and S. Chaparro «Diffusional narrowing of Ge on Si(100) cjherent island quantum dot size distribution» Appl. Phys. Lett. 71(5), 614 (1997).

Z. Jiang, H. Zhu, F. Lu et al. «Self-organized germanium quantum dots grown by molecular beam epitaxy on Si(100)». Thin Solid Films, 321, 60 (1998).

K. Sakamoto, H. Matsukata «Alagnment of Ge three dimensional islands on faceted Si(100) surface» Thin Solid Films 321 (1998) 55-99.

V.A. Markov, O.P. Pchelyakov, L.V. Sokolov et al.. «Molecular beam epitaxy with synchronization of nucleation» Surface Sci., 250, 229 (1991).

O.P. Pchelyakov, I.G. Neisvestnyi, Z.Sh. Yanovitskaya. Phys. «RHEED control of nanjstructures formation during MBE» Low-Dim. Struct., 10/11, 389 (1995).

J.A. Floro, E. Chason, M.B. Sinclair, L.B. Freund, G.A. Lucadamo. «Dynamic self-organization of strained islands during SiGe epitaxial growth» Appl. Phys. Lett., 73, 951 (1998).

V. Thanh, v. Yam, F. Fortuna at e. «Vertically self-organized Ge/Si(001) quantum dots in multiplayer structure» Phys. Rev. B V60 N8, 5851 (1999-II)

Y.W. Zhang, S.J. Xu, and C.-h. «Vertical self-alignment of quantum dots in superlattice» Chiu. Appl. Phys. Lett., V74, N13, 1809 (1999).

K. Sakamoto, H. Matsuhata, M.O. Tanner, D. Wang , K.L. Wang. «Alignment of Ge three-dimensional islands on faceted Si(001) surfaces»Thin Solid Films, 321 (1998), 55-59.

H. Omi , T. Ogino. Applied Surface Science «Self-organization of nanoscale Ge islands in Si/Ge/Si(113) multiplayers» 130–132, (1998) 781-785

C.S. Peng, Y.H. Zhang, T.T.Sheng et al. «Improvement Ge self-organizd quantum dots by use of Sb surfactant» Appl. Phys. Lett., V72, N20, 2541 (1998).

T. Tezuka and N. Sugiyama. «Two types of growth mode for Ge clasters on Si(100) substrate with and without atomic hydrogen exposure prior to the growth» J. Appl. Phys., V83, N10 5239 (1998).

V. Le Thanh. «Fabrication of SiGe quantum dots: a new approach based on selective growth on chemically prepared H-passivated Si(100) surfaces»Thin Solid Films 321(1998), 98-105.

X. Deng and M. Krishnamurthy. Phys. «Self-Assembly of Quantum-Dot Molecules: Heterogeneous Nucleation of SiGe Islands on Si(100)» Rev. Lett., 81, 1473 (1998).

O.G. Schmidt, C. Lange, K. Eberl, O. Kienzle, F. Ernst. «Influence of pre-grown carbon on the formation of germanium dots» Thin Solid Films, 321, 70 (1998).

G. Abstreiter, P. Schittenhelm, C. Engel, et al. «Growth and characterization of self-assembled Ge-rich islands on Si» Semicond. Sci. Technol. 11, 1521 (1996).

A.I. Yakimov, A.V. Dvurechenskii, A.I. Nikiforov «Normal-incidence infrared photoconductivity in Si p-i-n diode with embedded Ge self-assembled quantum dots»Appl. Phys. Lett.,75, 1413 (1999).

V.A.Markov, A.I.Nikiforov and O.P.Pchelyakov «In situ RHEED control of direct MBE growth of Ge quantum dots on Si(001)» // J.Crystal Growth 175/176(1997) 736-740.

O.P. Pchelyakov, V.A. Markov, A.I. Nikiforov, L.V. Sokolov. «Surface processes and phase diagram in MBE growth of Si/Ge geterostructures» Thin Solid Films. 306, 299 (1997).

I. Goldfarb, G.A.D. Briggs «Comparative STM and RHEED studies of Ge/Si(001) and Si/Ge/Si(001) surfaces» // Surface Science 433–435 ( 1999) 449–454

J.H.Neave, P.J.Dobson, B.A.Joyce and Jing Zhang «Reflection High-Energy Electron Diffraction oscillation from vicinal surfaces-a new approach to surfaces diffusion measurement» // Appl.Phys.Lett. 47(2) 15July 1985 p.100-102.

K.Reginski, M.A. Lamin, V.I. Mashanov, O.P. Pchelyakov, L.V. Sokolov «RHEED intensity oscillation in resonance condition during MBE growth of Si on Si(111)». Surf. Sci., 327, 93 (1995).

Bert Voigtlander and Martin Kastner «Evolution of the strain relaxation in a Ge layer on Si (001) – by reconstruction and intermixing», Phys. Rev. B. V60, N8, R5121 (1999).

O. Kienzle, F. Ernst, O. G. Schmidt et al. «Germanium ‘‘quantum dots’’ embedded in silicon: Quantitative study of self-alignment and coarsening» Appl. Phys. Lett., V74, N2, 269 (1999).

G. Wohl, C. Shollhorn, O.G. Schmidt et al. «Characterization of self-assembled Ge islands on Si(100) by atomic force microscopy and transmission electron microscopy» Thin Solid Films 321 (1998) 86-91.

G. Medeiros-Ribeiro, T. I. Kamins, D. A. A. Ohlberg, and R. Stanley Williams « Annealing of Ge nanocrystals on Si(001) – at 550 °C: Metastability of huts and the stability of pyramids and domes» Phys.Rev.B V58, N7, 3533 (1998).

H. Sunamura, N. Usami, Y. Shiraki and S. Fukatsu «Island formation during of Ge on Si(100): A study using photoluminescence spectroscopy» Appl. Phys. Lett. 66(22), 3024 (1995).

O. G. Schmidt, C. Lange, and K. Eberl « Photoluminescence study of the initial stages of island formation for Ge pyramids/domes and hut clusters on Si( 001)» Appl.Phys.Lett. V75, N13, 1905 (1999)