

## Исследование технологических режимов газофазного формирования начального слоя кремния на сапфире

С.Д. Федотов<sup>1,2</sup>, Е.М. Соколов<sup>1</sup>, В.Н. Стаценко<sup>1</sup>,  
А.В. Ромашкин<sup>2,3</sup>, С.П. Тимошенко<sup>2</sup>

<sup>1</sup>АО «ЭПИЭЛ», г. Москва, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,  
г. Москва, Россия

<sup>3</sup>Московский государственный технический университет  
им. Н.Э. Баумана, г. Москва, Россия

fedotov@epiel.ru

Сложность оптимизации технологического режима гетероэпитаксии является важным сдерживающим фактором использования структур кремния на сапфире (КНС). С целью устранения данного технологического барьера в работе проведено исследование процесса газофазного формирования начального слоя кремния на R-плоскости сапфира. Параметры изготовленных слоев проанализированы с помощью производственных методов контроля качества, а также методов РСА, РЭМ и СКР. Получены профили распределения удельного сопротивления методом сопротивления растекания (SRP). Показано, что проведение начальной стадии роста при температуре 910–930 °С приводит к уменьшению автолегирования слоя кремния алюминием из подложки. Термообработка начального слоя, сформированного при температуре 945–965 °С, позволяет получать структуры КНС высокого структурного качества в широком диапазоне температур осаждения основного слоя (960–1005 °С). Сравнение структур КНС, полученных при оптимальных параметрах разработанного режима и в стандартном процессе, показало снижение ширины кривой качания до ~0,24°, уменьшение механических напряжений сжатия до 0,8–1,96 ГПа, однородность профиля удельного сопротивления до глубины 180–350 нм. Применение разработанных технологических режимов позволяет значительно повысить однородность контрольных параметров КНС в одном процессе, что повышает производительность процесса изготовления.

**Ключевые слова:** кремний на сапфире; эпитаксия; гетероэпитаксия; газофазная эпитаксия; кремний на диэлектрике; начальный слой; температура осаждения; термообработка; отжиг

**Благодарности:** работа выполнена при частичной финансовой поддержке ФЦП на 2014–2020 годы Минобрнауки России (соглашение № 14.574.21.0184 от 03.10.2017 г., уникальный идентификатор RFMEFI57417X0184). Авторы выражают благодарность сотрудникам НИЛ РМТА МИЭТ Герасименко Н.Н. и Смирнову Д.И. за проведение рентгеноструктурного анализа тонких слоев и помощь в интерпретации результатов.

**Для цитирования:** Федотов С.Д., Соколов Е.М., Стаценко В.Н., Ромашкин А.В., Тимошенко С.П. Исследование технологических режимов газофазного формирования начального слоя кремния на сапфире // Изв. вузов. Электроника. – 2018. – Т. 23. – № 5. – С. 454–467. DOI: 10.24151/1561-5405-2018-23-5-454-467.

## Research of Silicon-on-Sapphire Initial Layer Vapor-Phase Formation Techniques

S.D. Fedotov<sup>1,2</sup>, E.M. Sokolov<sup>1</sup>, V.N. Statsenko<sup>1</sup>,  
A.V. Romashkin<sup>2,3</sup>, S.P. Timoshenkov<sup>2</sup>

<sup>1</sup>«EPIEL» JSC, Moscow, Russia

<sup>2</sup>National Research University of Electronic Technology, Moscow, Russia

<sup>3</sup>Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia

fedotov@epiel.ru

**Abstract:** The tricky optimization procedure of silicon-on-sapphire heteroepitaxy is one of the restricting factors to widespread utilization of the silicon-on-sapphire (SOS) wafers. In order to eliminate the given technological barrier in the work the process of gas-phase forming the silicon initial layer on the sapphire R-plane has been investigated. The parameters of the manufactured layers have been analyzed using the production methods of the quality control as well as by XRD, SEM and Raman spectroscopy. The resistivity profiles of the SOS layers have been obtained by the specific resistance spreading method (SPR). It has been shown that the execution of the initial stage of growing at 910–930 °C results in reduction of the silicon layer autodoping by aluminum from the substrate. The heat treatment of the initial layer, formed at 945–965 °C enables to obtain the SOS structures of high structural quality in a wide temperature range of the main layer deposition 960–1005 °C. A comparison of the SOS structures, obtained at the optimal parameters of the investigated technique and in the standard process has demonstrated a reduction of the full width half maximum of rocking curve to ~0.24, the reduction of mechanical stresses of compression up to 0.8–1.96 GPa, the homogeneity of the specific resistance profile up to 180–350 nm depth. Due to the application of the developed technological techniques the homogeneity of the SOS control parameters within the process significantly has increased, which has enabled to improve the productivity of the manufacturing process.

**Keywords:** silicon-on-sapphire; SOS; epitaxy; heteroepitaxy; vapor phase epitaxy; silicon on isolator; SOI; initial stage; initial layer; deposition temperature; growth temperature; heat treatment; annealing

**Acknowledgements:** this study has been partially supported by Federal Target Program (2014–2020) of the Ministry Of Education And Science of Russia (contract № 14.574.21.0184 from 03.10.2017, unique ID RFMEFI57417X0184). Authors would like to express their very great gratitude to Gerasimenko N.N. and Smirnov D.I. from the Laboratory of Radiation Methods of Technology and Analysis, National Research University of Electronic Technology for leading XRD analysis and interpretation the results.

**For citation:** Fedotov S.D., Sokolov E.M., Statsenko V.N., Romashkin A.V., Timoshenkov S.P. Research of silicon-on-sapphire initial layer vapor-phase formation techniques. *Proc. Univ. Electronics*, 2018, vol. 23, no. 5, pp. 454–467. DOI: 10.24151/1561-5405-2018-23-5-454-467.

**Введение.** В настоящее время кремний на сапфире (КНС) является перспективным материалом для изготовления различных КМОП и диодных ИС, а также микроэлектронных механических систем [1, 2]. Однако гетерогенная природа материала подложки вызывает рассогласование параметров кристаллической решетки и различие коэффициентов линейного термического расширения между кремнием и сапфиром. В случае гетероэпитаксиальных структур КНС рассогласование параметров решетки кремния и сапфира в латеральном направлении может достигать 12,5 %, что приводит к образованию упругих напряжений в гетероэпитаксиальном кремнии. Механические напряжения решетки кремния релаксируют с образованием дислокаций несоответствия, максимальная плотность которых сконцентрирована вблизи межфазной границы кремний – сапфир. Вицинальная поверхность сапфира может содержать большое количество центров образования структурных нарушений (центров разориентации). Наличие этих центров на рабочей поверхности подложки приводит к формированию дефектов упаковки и двойниковых ламелей (микродвойников  $\langle 111 \rangle$ ), зарождающихся при коалесценции разориентированных островков кремния [3].

Дефектность структуры гетероэпитаксиального слоя, высокая себестоимость изготовления и сложность оптимизации технологического режима гетероэпитаксии КНС являются сдерживающими факторами использования КНС.

Цель настоящей работы – исследование технологических режимов газофазного изготовления начального слоя КНС, обеспечивающих получение структур КНС толщиной 300–600 нм высокого качества с оптимальной однородностью структурных и электрофизических параметров гетероэпитаксиальных слоев.

**Гетероэпитаксия кремния на сапфире.** В настоящее время существует несколько технологий роста малодефектных слоев КНС, использующих механизм твердофазной рекристаллизации [4]. Общий принцип заключается в первоначальной аморфизации тонкого слоя кремния с помощью ионной имплантации кремния [5] или кислорода [6], после чего для проведения твердофазной рекристаллизации используют термический [4–6] или лазерный отжиг [7]. Отметим, что при более высокой температуре термообработки плотность структурных дефектов в КНС снижается [5].

Для каждого метода твердофазной рекристаллизации на первоначальном этапе необходимо наращивание базового слоя КНС толщиной от 300 до 600 нм с минимальной плотностью структурных дефектов и максимальной однородностью геометрических и электрофизических параметров. Газофазная эпитаксия является практически единственным используемым процессом формирования таких базовых слоев, так как сочетает в себе два важных фактора: высокую производительность и низкую себестоимость процесса изготовления. Благодаря этому актуальность применения газофазной эпитаксии при изготовлении структур КНС различного назначения сохраняется уже более 50 лет [8].

Известно, что концентрация алюминия в кремнии и алюмосиликатах на границе раздела кремний – сапфир увеличивается пропорционально росту температуры [9]. По данным работы [10], двухстадийное осаждение кремния на сапфир позволяет снизить влияние температуры на конечные структурные характеристики слоя КНС. Процесс осаждения состоит из формирования начального слоя при скорости роста  $\sim 5$  мкм/мин на первой стадии и дальнейшего наращивания кремния в стандартном режиме при скорости 0,2–0,5 мкм/мин на второй стадии. Очевидно, это происходит за счет подавления реакции взаимодействия кремния и сапфира. В работе [11] также отмечено, что формирование аморфного начального слоя кремния при пониженной температуре на первой стадии роста, повышение температуры и доращивание остального объема слоя КНС на

второй стадии позволяют получить менее дефектный слой, чем в случае его роста при одностадийном процессе при высокой температуре.

Современный технологический процесс наращивания КНС наиболее часто проводят, используя в качестве парогазовой смеси (ПГС) моносилан ( $\text{SiH}_4$ ), разбавленный водородом до объемного соотношения примерно  $\text{SiH}_4:\text{H}_2 = (1 \cdot 10^{-3} \dots 4 \cdot 10^{-2}):1$ . Температура осаждения гидридного процесса составляет около  $950^\circ\text{C}$ , что значительно ниже температуры ( $1020^\circ\text{C}$ ) аналогичного хлоридно-гидридного процесса. Плотность распределения островков на начальной стадии формирования кремния в гидридном процессе составляет  $10^9\text{--}10^{10}\text{ см}^{-2}$ , что сравнимо с аналогичным параметром в процессе молекулярно-лучевой эпитаксии. Однако при проведении пиролиза моносилана возникает ряд технологических трудностей, связанных с явлением газофазного выделения кремния из ПГС. В результате скорость роста снижается уже при температуре процесса около  $1000^\circ\text{C}$  [10]. Проведение процесса при пониженной температуре (около  $900^\circ\text{C}$ ) приводит к газофазному выделению кремния над открытой поверхностью подложкодержателя (ПД), вследствие чего образуется кластерная пыль, загрязняющая внутреннюю поверхность реактора и растущий слой. На практике оптимальный температурный диапазон газофазного осаждения кремния на сапфир всегда находится в узком температурном диапазоне (не более  $10\text{--}30^\circ\text{C}$ ). При этом разброс температуры между верхним и нижним ярусом ПД современного стандартного вертикального эпитаксиального реактора с высокочастотным нагревом может превышать  $50^\circ\text{C}$ . Это приводит к возникновению высокой неоднородности структурных и электрофизических характеристик между структурами КНС, изготовленными в одном процессе, и вынуждает проводить неполную загрузку реактора, снижая тем самым производительность и повышая себестоимость процесса изготовления. Данная технологическая проблема также требует конкретного решения.

**Эксперимент и методы исследования.** Гетероэпитаксиальные слои кремния толщиной 300 и 600 нм выращены на подложках сапфира ориентации  $[10\bar{1}2]$  диаметром 100 мм. В процессе изготовления использовался вертикальный эпитаксиальный реактор PE2061S фирмы LPE (Италия) с индуктивным нагревом графитового ПД в форме усеченной многогранной пирамиды с тремя ярусами. Температура процесса контролировалась с помощью цифрового оптического пирометра. Для роста кремния использовалась ПГС моносилана и водорода (содержание паров воды  $< 5$  ppb) при объемном отношении  $\text{SiH}_4:\text{H}_2 = 0,01:1$ . В качестве легирующей примеси *n*-типа для поддержания удельного сопротивления гетероэпитаксиального слоя в диапазоне  $2\text{--}20\text{ Ом}\cdot\text{см}$  применялся фосфин. Аналогичным образом изготавливались структуры КНС с незначительным добавлением легирующей примеси *n*-типа (удельное сопротивление в диапазоне  $200\text{--}600\text{ Ом}\cdot\text{см}$ ), предназначенные для анализа профиля распределения удельного сопротивления по толщине. Стандартный режим гетероэпитаксиального наращивания КНС состоит из пяти стадий: 1) продувка объема реактора азотом и наполнение сухим  $\text{H}_2$ ; 2) нагрев до температуры выше  $1000^\circ\text{C}$  и отжиг сапфировых подложек; 3) охлаждение до температуры осаждения; 4) осаждение слоя КНС требуемой толщины при температуре  $950\text{--}960^\circ\text{C}$ ; 5) охлаждение и продувка реактора водородом, затем азотом.

Первая серия экспериментов направлена на исследование зависимости структурных и электрофизических характеристик КНС от температуры осаждения начального слоя кремния и его термообработки (отжига). Ход проведения экспериментальных процессов отличался введением дополнительной стадии между 3-й и 4-й. В результате осаждение начального слоя КНС толщиной около 100 нм осуществлялось при температуре  $910\text{--}930^\circ\text{C}$  (режим № 1);  $960\text{--}980^\circ\text{C}$  (режим № 2);  $950\text{--}960^\circ\text{C}$  и термообработке

при температуре 910–930 °С в течение 5–30 мин (режим № 3); 950–960 °С и термообработке при температуре 960–980 °С в течение 5–30 мин (режим № 4) (рис.1).

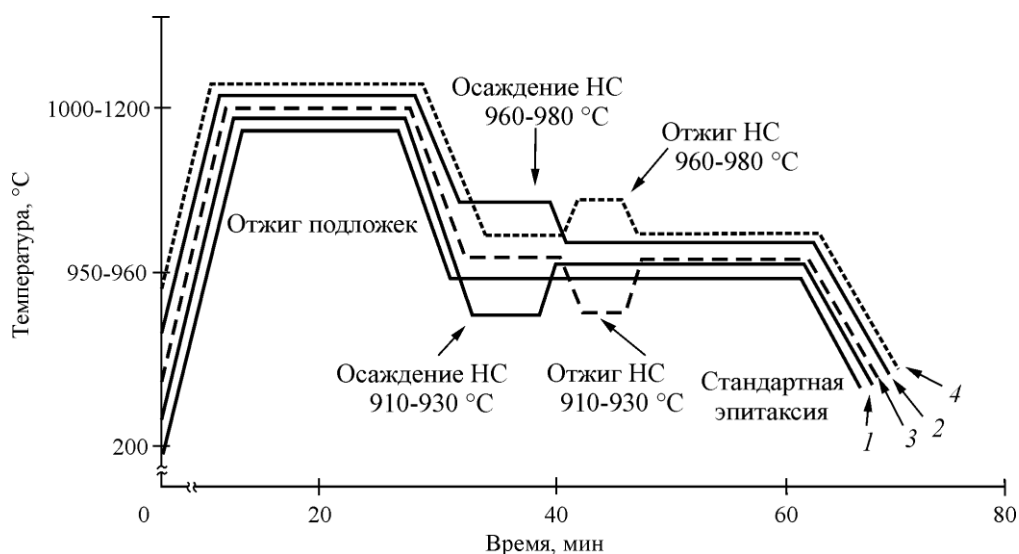


Рис.1. Циклограмма технологических режимов первой серии экспериментов.

Номера кривых соответствуют номерам режимов (НС – начальный слой)

Fig.1. Cyclogram of the studied process techniques of the first series of experimental processes.  
Number of the curves corresponds by the numbers of the process techniques (НС – initial layer)

Вторая серия экспериментов направлена на определение изменения параметров структур КНС в зависимости от температуры термообработки начального слоя кремния и температуры осаждения основного объема слоя. Осаждение начального слоя КНС толщиной около 100 нм проводилось при температуре 910–930 °С, после чего осуществлялась его термообработка при температуре 930–975 °С в течение 5–30 мин. После этого основные слои толщиной 300 и 600 нм осаждались при температуре 960–1005 °С. Для большей достоверности получаемых результатов проведено более 100 опытных процессов в указанных диапазонах температур.

На полученных структурах контролировались следующие параметры: толщина эпитаксиального слоя с помощью ИК-фурье спектроскопии (ФСМ1201, ООО «Инфраспек», г. Санкт-Петербург), удельное сопротивление четырехзондовым методом (ResMap 178, «CDE» Inc., США), светорассеяние от поверхности кремниевого слоя методом УФ-рассеяния (Рефлекс 375, ООО «Рефлекс Лайт», г. Москва, г. Зеленоград) и электрофизическое состояние границы раздела кремний – сапфир методом фотоЭДС (ЕРИПП, ЗАО «Телеком-СТВ», г. Москва, г. Зеленоград). Полученные гетероэпитаксиальные слои КНС также исследовались с помощью рентгеноструктурного анализа (X-Ray-Minilab, ООО «Институт рентгеновской оптики», г. Москва) и методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (Centaur U HR с длиной волны лазера 532 нм, ООО «Нано Скан Технология», г. Москва, г. Зеленоград). Анализ профиля распределения удельного сопротивления по толщине слоев КНС 300 и 600 нм проводился методом сопротивления растекания (SSM 130, Solid State Measurements Co Ltd, США).

Метод УФ-рассеяния заключается в регистрации интенсивности светорассеяния излучения ультрафиолетового лазерного пучка ( $\lambda \approx 0,37$  мкм) при сканировании рабочей поверхности слоя КНС. Структурные нарушения, образующиеся на стадии формирования и коалесценции зародышевых островков (дефекты упаковки, микродвойники), а также во время роста и релаксации основного объема слоя (дислокации несоответст-

вия), формируют характерный микрорельеф на поверхности кремния, рассеивающий свет. Использование УФ-диапазона позволяет детектировать свет как рассеянный от микрорельефа поверхности, так и частично рассеянный от внутренних дефектов на глубине проникновения около 200 нм [12]. Согласно современным требованиям к структурам КНС допустимо значение УФ-рассеяния не более 1 ppm.

Метод фотоЭДС заключается в облучении границы раздела кремний – сапфир световыми импульсами с длиной волны 430 нм сквозь сапфировую подложку, регистрации сигнала поверхностной фотоЭДС (ПФЭ) с помощью бесконтактного емкостного электрода и аналитическом расчете формы импульсного сигнала при различных интенсивностях облучения. Электрофизическое состояние границы раздела, характеризующее данным методом, отражает степень автолегирования алюминием и плотность структурных дефектов вблизи межфазной границы кремний – сапфир. Для исследуемых изделий КНС с концентрацией легирующего элемента  $4-8 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$  *n*-типа максимально допустимое значение ПФЭ составляет 450 мВ [13].

**Результаты и их обсуждение.** Диаграмма сравнения технологических режимов, исследуемых в первой серии экспериментов, показана на рис.2. Значения контрольных параметров УФ-рассеяния и ПФЭ для каждого режима составляют среднее арифметическое от суммарного значения параметра в исследуемом температурном диапазоне. Режимы № 2 и 4 не подходят для использования в процессе изготовления КНС. Осаждение начального слоя КНС при температуре 960–980 °С и его термообработка при той же температуре вызвали ухудшение структурных и электрофизических характеристик слоев КНС. Об этом можно судить по высоким значениям УФ-рассеяния (1,4–1,9 ppm) и ПФЭ (490–560 мВ). Структуры КНС, полученные по технологическим режимам № 1 и 3, отличаются малыми значениями УФ-рассеяния (0,30–0,35 ppm) и ПФЭ (165–250 мВ). При сравнении режимов № 1 и 3 со стандартным режимом эпитаксии КНС можно отметить, что наращивание начального слоя при температуре 910–930 °С приводит к снижению ПФЭ практически в два раза. Термообработка при температуре 910–930 °С начального слоя, сформированного при температуре 950–960 °С, также приводит к снижению ПФЭ и УФ-рассеяния по сравнению со стандартным режимом гетероэпитаксии. Однако, сравнивая режимы № 1 и 3, можно отметить, что формирование начального слоя при температуре 910–930 °С позволяет максимально понизить ПФЭ, что значительно уменьшит эффект автолегирования алюминием от подложки на начальной

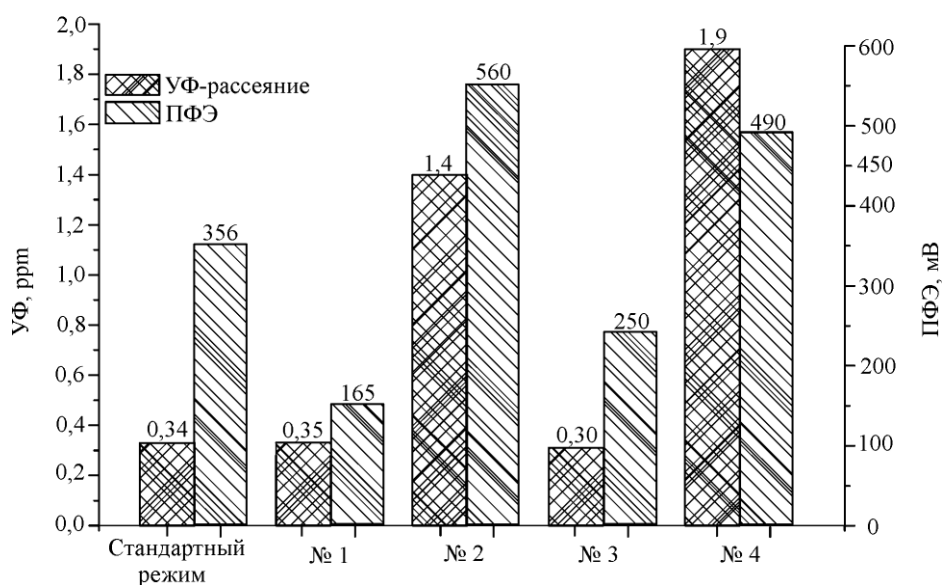


Рис.2. Диаграмма сравнения технологических режимов первой серии экспериментов

Fig.2. Comparison chart of the studied process techniques of the first series of experimental processes стадии роста слоя. Тем не менее вследствие разброса температуры по ПД структуры, загруженные на верхний и нижний ярусы, имеют повышенные значения УФ-рассеяния (до 0,52 ppm) (табл.1). Видимо, это связано с тем, что при температуре пиролиза моносилана ниже 910 °С подвижность образующих слой адатомов уменьшается, вследствие чего степень дефектности начального слоя возрастает.

Таблица 1

**Однородность контрольных параметров структур КНС в опытных процессах первой серии экспериментов**

Table 1

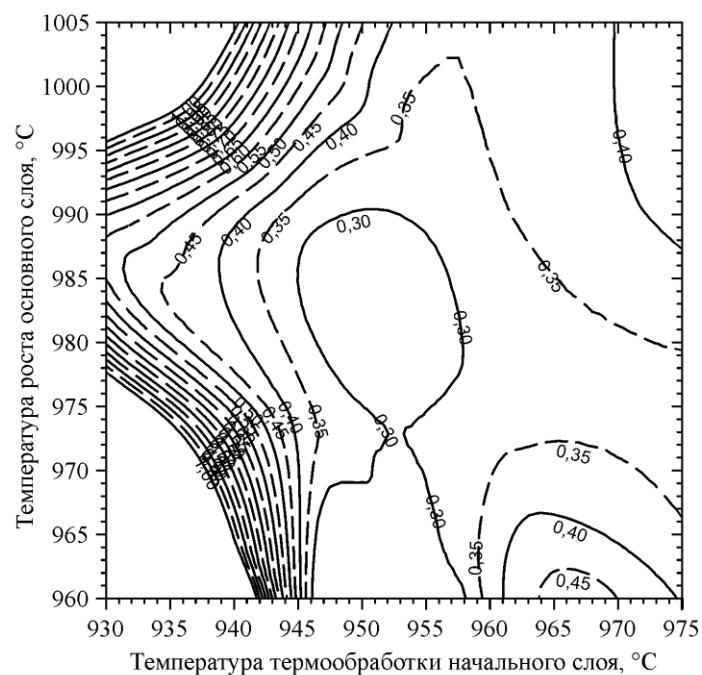
**Uniformity of quality parameters of SOS wafers in first series of experimental processes**

Ярус (положение пластины)	Удельное сопротивление, Ом·см	Толщина слоя, нм	УФ-рассеяние, ppm	ПФЭ, мВ	Режим
Верхний	8,8	610	0,52	430	Стандартный
Средний	6,3	597	0,31	308	
Нижний	7,6	605	0,39	414	
Верхний	6,2	612	0,46	168	№ 1
Средний	4,7	606	0,28	155	
Нижний	4,8	608	0,40	148	
Верхний	8,6	612	0,28	278	№ 3
Средний	5,9	602	0,22	206	
Нижний	7,3	611	0,32	235	

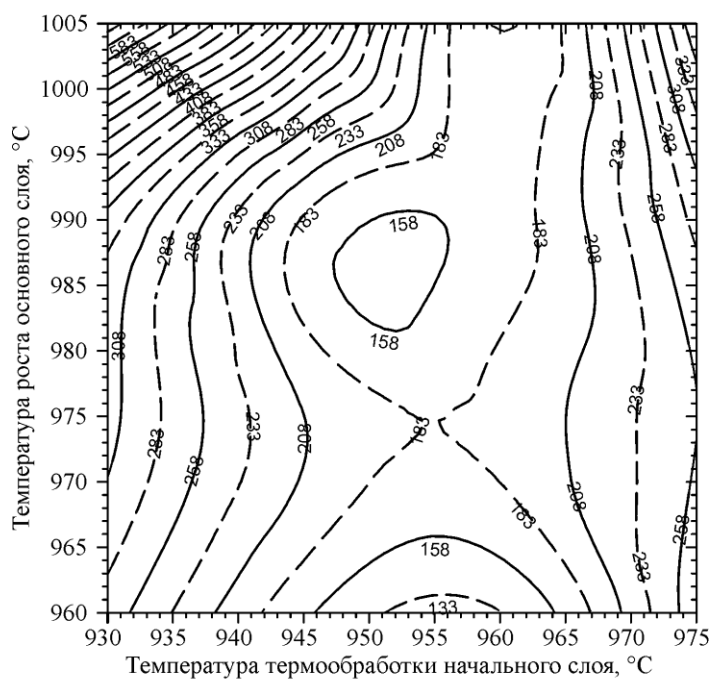
Результаты второй серии экспериментов показаны на рис.3. Контурная диаграмма, отражающая зависимость УФ-рассеяния от температуры термообработки начального слоя и температуры роста слоя требуемой толщины (основного слоя), показана на рис.3,а. Термообработка начального слоя в диапазоне температур 942–975 °С позволяет получать структуры КНС с допустимым значением УФ-рассеяния (не более 1 ppm) в диапазоне температур 960–1005 °С. Структуры со значением УФ-рассеяния меньше

0,3 ppm можно получить при температуре термообработки примерно 945–958 °С и температуре роста основного слоя примерно 960–990 °С. Аналогичная зависимость для ПФЭ показана на рис.3,б. Термообработка начального слоя при температуре 930–942 °С приводит к повышению значений ПФЭ (выше допустимых 450 мВ) в области высокой температуры осаждения основного слоя 995–1005 °С (см. рис.3 левый верхний угол). За исключением указанной области, ПФЭ не превышала допустимого предела во всех процессах второй серии. Термообработка начального слоя при температуре 945–965 °С позволяет получать структуры КНС со значениями ПФЭ 133–383 мВ в широком диапазоне температур (960–1005 °С) осаждения основного слоя.

Обнаружено, что однородность УФ-рассеяния и ПФЭ для структур КНС, полученных в одном процессе, значительно возросла (табл.2). Влияние разброса значений температуры по поверхности ПД на качество структур снизилось при проведении этапов наращивания начального слоя при температуре 910–930 °С и его термообработки при 930–975 °С. Вероятно, на этапе термообработки происходит частичная рекристаллизация начального слоя, позволяющая увеличить однородность структурных и электрофизических характеристик слоев КНС.



**a**



**б**

Рис.3. Контурные диаграммы, описывающие температурные зависимости УФ-рассеяния (а) и поверхностной фотоЭДС (б)  
Fig.3. Contour diagrams describing the temperature dependences of the value of UV scattering (a) and the value of the surface PV (b)

Таблица 2

Однородность контрольных параметров структур КНС в опытных процессах второй серии экспериментов

Table 2

Uniformity of quality parameters of SOS wafers in second series of experimental processes

Ярус (положение пластины)	Удельное сопротивление, Ом·см	Толщина слоя, нм	УФ-рассеяние, ppm	ПФЭ, мВ	$T_1/T_2$ , °С
Верхний	5,2	598	0,41	206	945/970
Средний	4,5	596	0,40	197	
Нижний	3,8	596	0,38	193	
Верхний	5,8	610	0,29	162	955/980
Средний	5,9	608	0,30	158	
Нижний	6,7	609	0,31	161	
Верхний	11,2	612	0,40	195	965/990
Средний	10,6	612	0,37	197	
Нижний	9,5	615	0,34	203	

Примечание:  $T_1$  – температура термообработки начального слоя КНС;  $T_2$  – температура роста основного слоя КНС.

Рентгеноструктурный анализ слоев кремния на сапфире толщиной 300 и 600 нм проводился с помощью стандартной рентгенооптической схемы Брегга – Брентано. Измерение кривых качания проводилось для симметричного дифракционного отражения Si (400). Минимальные значения ширины кривой качания (ШКК) для структур КНС, полученных при использовании низкотемпературного осаждения начального слоя при температуре 910–930 °С, его термообработке при температуре 945–965 °С и наращивании основного слоя при температуре 970–990 °С, составили 0,24 ° для толщины 600 нм и 0,35 ° для толщины 300 нм (рис.4,а). Высокое структурное совершенство полученных слоев подтверждается результатами работы [8], в которой проводились измерения ШКК структур КНС, полученных методом гидридной эпитаксии при атмосферном давлении. В [8] значение ШКК для слоя КНС толщиной 300 нм равно 0,98°, для слоя КНС толщиной 780–800 нм – около 0,5°. Таким образом, наблюдается снижение степени дефектности изготовленных слоев КНС толщиной 300 и 600 нм более чем в два раза.

Дифрактометрические измерения, проведенные на ряде опытных структур КНС из первой и второй серий экспериментов, показали, что для структур, изготовленных по стандартному технологическому режиму гетероэпитаксии, фиксируется напряжение сжатия. Сумма главных латеральных напряжений имеет порядок –2,72 ГПа. В то же время для структур КНС, изготовленных с применением низкотемпературной начальной стадии и термообработки сформированного начального слоя, сумма главных латеральных напряжений сжатия имеет порядок –1,94 ГПа. Наблюдаемое уменьшение ШКК, вероятно, является следствием процесса термического отжига структурных дефектов и механических напряжений кристаллической решетки кремния, образовавшихся в начальном слое КНС после коалесценции зародышевых островков. Известно, что при релаксации упругих напряжений решетки, вызванных деформацией, образуются линейные дефекты (дислокации несоответствия, прорастающие дислокации), способные прорасти в объем слоя и выходить на рабочую поверхность [10, 11]. Релаксация упругих напряжений и последующий отжиг локализованных в тонком начальном слое (100 нм) структурных дефектов, вероятно, позволяют формировать совершенный «затравочный» слой с пониженной дефектностью.

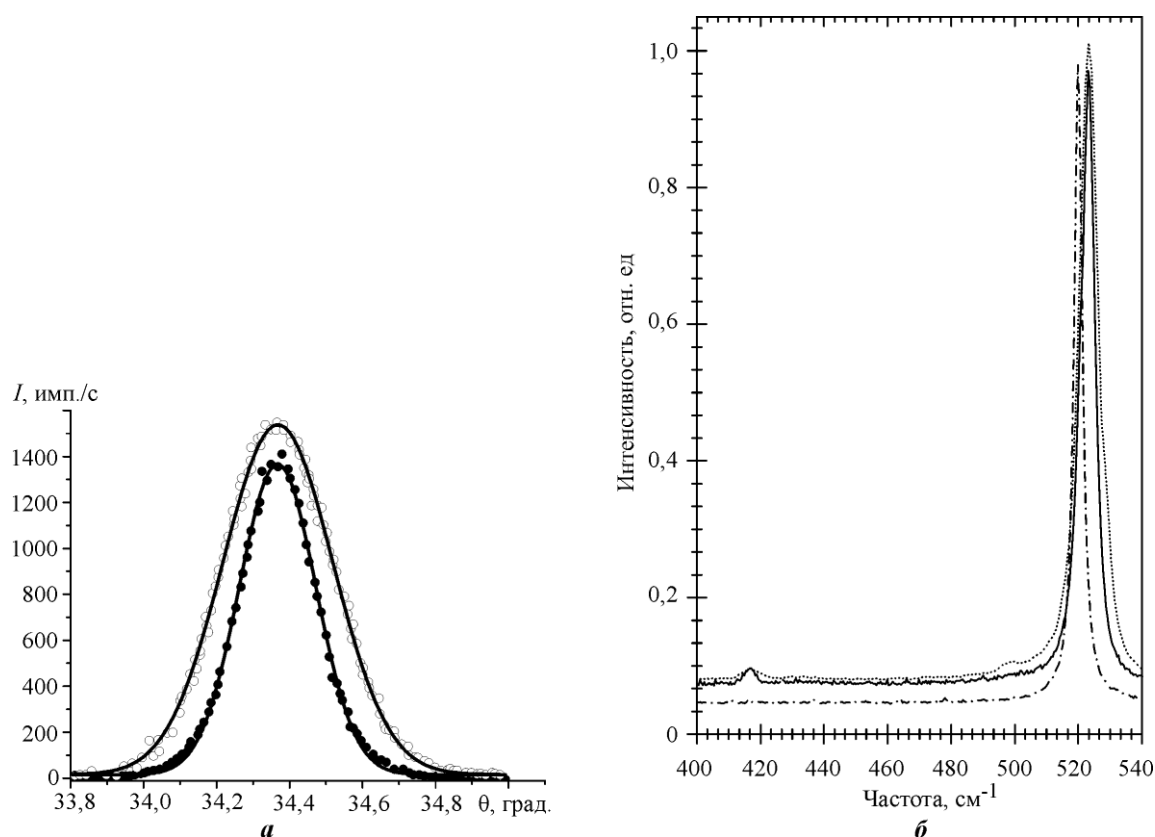


Рис.4. Кривые качания симметричного дифракционного отражения Si (400) для структур КНС с толщиной слоя кремния 300 нм, ШКК 0,35 ° (○) и 600 нм, ШКК 0,24 ° (●) (а) и спектры комбинационного рассеяния, нормированные по пику вблизи 520 см<sup>-1</sup>: - · - · - референсный пик от подложки кремния КДБ-10; от структуры КНС 300 нм: — технологический режим второй серии; ····· стандартный режим эпитаксии (б)

Fig.4. X-ray rocking curves for the symmetric Si (400) reflection for SOS wafers with a different thickness: ○ – 300 nm with the FWHM 0,24°; ● – 600 nm nm with the FWHM 0,35° (a) and Raman spectra normalized by the peak near 520 cm<sup>-1</sup>: - · - · - reference peak from silicon substrate KDB-10; — from SOS wafer 300 nm obtained by the technique of the second series; ····· from the SOS wafer 300 nm obtained by the standard approach (b)

На рис.4,б приведены результаты спектроскопии комбинационного рассеяния (СКР) для двух структур КНС, сформированных при использовании различных технологических режимов. Проводилась засветка лазером с длиной волны 532 нм (25 мВт, радиус пятна лазера ~1 мкм) области переходного слоя кремний – сапфир сквозь сапфировую подложку. Наличие пиков в области 498–505 см<sup>-1</sup> соответствует наноразмерным частицам кремния с размерами от 3,4 до 4,2 нм [14]. Появление пиков от тонких (~300 нм) слоев кремния указывает на существенные механические напряжения в структуре формируемого слоя, особенно вблизи границы кремний – сапфир. Очевидно, возникающие механические напряжения являются причиной формирования наноразмерных кластеров на этапе коалесценции начального слоя. Образование данных частиц приводит к снижению упругой деформации кристаллической решетки кремния за счет неполной релаксации начального слоя, что можно наблюдать по увеличению ШКК и ширины пиков СКР для тонких слоев, полученных при неоптимальном технологическом режиме. В таких слоях наблюдается образование повышенных механических напряжений сжатия в приповерхностной части слоя кремния. Напряжения сжатия по

сумме главных латеральных напряжений составляют около  $-1,96$  ГПа, что следует из положения пика  $528,5 \text{ см}^{-1}$  и данных работ [15]. Механические напряжения в слоях, сформированных при использовании низкотемпературной начальной стадии роста и термообработки начального слоя, составляют около  $-0,81$  ГПа при положении пика  $523,5 \text{ см}^{-1}$ , что является достаточно приемлемым значением для формирования элементов электроники на подобной структуре [10].

Исследование профилей распределения удельного сопротивления по толщине слоя КНС с помощью зондового метода сопротивления растекания (Spreading resistance probe, SRP) проведено на структурах с толщиной слоя 300 и 600 нм (рис.5). Представленные профили позволяют проследить изменение удельного сопротивления слоя с ростом его толщины, характер которого связан с эффектом автолегирования слоя кремния (*n*-тип, фосфор) примесью алюминия (*p*-тип) от подложки. Наблюдаемое явление перекомпенсации легирующей примеси в слое кремния приводит к резкому возрастанию удельного сопротивления по мере приближения профиля к межфазной границе кремний – сапфир, где эффект автолегирования алюминия усилен. Установлено, что формирование начального слоя при пониженной температуре и его термообработка позволяют снизить эффект автолегирования кремния алюминием из подложки. Быстрое зарачивание открытой поверхности сапфира слоем кремния при температуре  $910\text{--}930$  °С делает возможным формирование начального слоя, содержащего минимально возможную концентрацию алюминия. Представленные на рис.5 профили характеризуются улучшенной однородностью по сравнению со стандартным профилем удельного сопротивления аналогичной структуры, представленным в работе [17]. Однородность удельного сопротивления наблюдается до глубины 160–180 нм для КНС с толщиной слоя 300 нм и до 300–350 нм для КНС с толщиной слоя 600 нм.

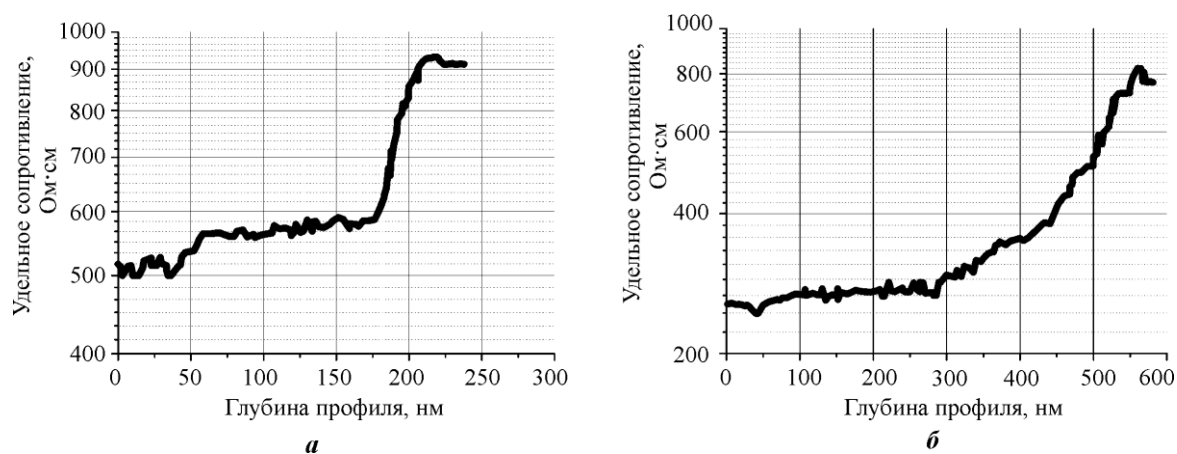


Рис.5. Профили распределения удельного сопротивления по толщине слоя КНС, полученные методом SRP: *a* – для слоя толщиной 300 нм; *б* – для слоя толщиной 600 нм

Fig.5. Resistivity profiles of SOS layers by SRP method, where: *a* – profile for 300 nm layer; *b* – profile for 600 nm layer

**Заключение.** В ходе проведенных работ определено, что формирование начального слоя КНС при пониженной температуре ( $910\text{--}930$  °С) позволяет значительно снизить степень автолегирования кремния алюминием из подложки. Проведение термообработки начального слоя КНС при температуре  $945\text{--}965$  °С в течение 5–30 мин приводит к улучшению структурного совершенства и однородности электрофизических парамет-

ров структур КНС, а также к снижению механических напряжений в слое до  $-0,8$  ГПа. Можно отметить высокую однородность контрольных параметров слоев в широком диапазоне температур роста ( $960-1005$  °С) основного слоя между отдельными процессами. Использование технологического режима, включающего в себя наращивание начального слоя КНС при пониженной температуре и его последующую термообработку, приводит к значительному увеличению однородности качества изделий в одном процессе вследствие уменьшения влияния вертикального температурного градиента на параметры слоев КНС.

### Литература

1. **Kaya T., Koser H., Culurciello E.** Low-voltage temperature sensor for micropower harvesters in silicon-on-sapphire CMOS // *Electronics letters*. – 2006. – Vol. 42. – No. 9. – P. 526–528.
2. **Galchev T., Welch W.C., Najafi K.** Low-temperature MEMS process using plasma activated silicon-on-silicon (SOS) bonding // *IEEE 20th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (Hyogo, Japan, 21–25 January 2007)*. – IEE Xplore Digital Library, 2007. – P. 309–312.
3. **Ndubuisi G.C., Liu J., Cowley J.M.** Characterization of the annealed (0001) surface of sapphire ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and interaction with silver by reflection electron microscopy and scanning reflection electron microscopy // *Microsc. Res. Tech.* – 1992. – Vol. 20 (4). – P. 439–449.
4. Improvement of thin silicon on sapphire (SOS) film materials and device performances by solid phase epitaxy **Q.-Y. Wang, J.-P. Nie, F. Yu et al.** // *Materials Science and Engineering: B*. – 2000. – Vol. 72. – P. 189–192.
5. **Wang Q.-Y., Zan Yu., Wang J., Yu Y.-H.** Comparison of properties of solid phase epitaxial silicon on sapphire films recrystallized by rapid thermal annealing and furnace annealing // *Materials Science and Engineering: B*. – 1995. – Vol. 29. – P. 43–46.
6. **Chistilin A.A., Romanov A.A., Moskovskaya Yu.M., Ulanova A.V.** Influence of implantation of silicon and oxygen ions into a heteroepitaxial silicon layer on a sapphire substrate on the leakage currents of n-channel transistors of CMOS IC SOS technology // *Russian Microelectronics*. – 2011. – Vol. 40. – P. 209. – 214.
7. **Baeri P., Rimini E.** Laser annealing of silicon // *Materials Chemistry and Physics*. – 1996. – Vol. 46. – Iss. 2–3. – P. 169–177.
8. Large thickness-dependent improvement of crystallographic texture of CVD silicon films on r-sapphire / **M. Mozzykh, S. Samoilenkov, V. Amelichev et al.** // *J. Cryst. Growth*. – 2013. – Vol. 383. – P. 145–150.
9. Study of the structural properties of silicon-on-sapphire layers in hydride-chloride / **E.M. Sokolov, S.D. Fedotov, V.N. Statsenko et al.** // *Vapor-Phase Epitaxy Semiconductors*. – 2017. – Vol. 51. – No. 13. – P. 1692–1697.
10. **Панков В.С., Цыбульников М.Б.** Эпитаксиальные кремниевые слои на диэлектрических подложках и приборы на их основе / Под ред. А. Ю. Малинина. – М.: Энергия, 1979. – 89 с.
11. Potentialities and basic principles of controlling the plastic relaxation of GeSi/Si and ge/si films with stepwise variation in the composition / **Yu.B. Bolkhovityanov, A.K. Gutakovskii, A.S. Deryabin et al.** // *Semiconductors*. – 2008. – Vol. 42. – No. 1. – P. 1–20.
12. **Игнатов А.Ю., Постолов В.С., Сабельникова М.М.** Оптические методы контроля параметров гетероэпитаксиального слоя кремния структур КНС // VI Международная конференция «Химия твердого тела и современные микро- и нанотехнологии», Кисловодск – Ставрополь: СевКавГТУ, 2006. – 510 с.
13. **Федотов С.Д., Тимошенко С.П., Соколов Е.М., Стаценко В.Н.** Мониторинг структурного качества границы раздела «кремний сапфир» методом поверхностной фотоЭДС // *Изв. вузов. Радиоэлектроника*. – 2017. – № 5. – С. 28–36.
14. Raman studies of silicon nanocrystals embedded in silicon suboxide layers / **N.E. Maslova, A.A. Antonovsky, D.M. Zhigunov et al.** // *Semiconductors*. – 2010. – Vol. 44. – No. 8. – P. 1040–1043.
15. **Anastassakis E., Cantarero A., Cardona M.** Piezo-Raman measurements and anharmonic parameters in silicon and diamond // *Physical Review B*. – 1990. – Vol. 41. – No. 11. – P. 7529 – 7535.

Поступила 12.02.2018. г.; принята к публикации 19.06.2018 г.

**Федотов Сергей Дмитриевич** – научный сотрудник АО «ЭПИЭЛ» (Россия, 124460, г. Москва, г. Зеленоград, 1-й Западный пр., д. 12, стр.2), аспирант Института нано- и микросистемной техники Национального исследовательского университета

тета «МИЭТ» (Россия, 124498, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, д.1), fedotov@epiel.ru

**Соколов Евгений Макарович** – ведущий научный сотрудник АО «ЭПИЭЛ» (Россия, 124460, г. Москва, г. Зеленоград, 1-й Западный пр., д. 12, стр.2), sokolov@epiel.ru

**Стаценко Владимир Николаевич** – главный конструктор АО «ЭПИЭЛ» (Россия, 124460, г. Москва, г. Зеленоград, 1-й Западный пр., д. 12, стр.2), vstatsenko@epiel.ru

**Ромашкин Алексей Валентинович** – кандидат технических наук, научный сотрудник НОЦ «ЗМНТ» Национального исследовательского университета «МИЭТ» (Россия, 124498, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, д.1), ведущий инженер Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана (Россия, 105005, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д. 5, стр.1)

**Тимошенко Сергей Петрович** – доктор технических наук, профессор, директор Института нано- и микросистемной техники Национального исследовательского университета «МИЭТ» (Россия, 124498, г. Москва, г. Зеленоград, пл. Шокина, д.1)

### References

1. Kaya T., Koser H., Culurciello E. Low-voltage temperature sensor for micropower harvesters in silicon-on-sapphire CMOS. *Electronics letters*, 2006, vol. 42, no. 9, pp. 526–528.
2. Galchev T., Welch W. C., Najafi K. Low-temperature MEMS process using plasma activated Silicon-On-Silicon (SOS) bonding. *IEEE 20th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*. IEEE Xplore Digital Library, 2007, pp. 309–312.
3. Ndubuisi G.C., Liu J., Cowley J.M. Characterization of the annealed (0001) surface of sapphire ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) and interaction with silver by reflection electron microscopy and scanning reflection electron microscopy. *Microsc. Res. Tech.*, 1992, vol. 20 (4), pp. 439–449.
4. Wang Q.-Y., Nie J.-P., Yu F., Liu Zh.-L., Yu Y.-H. Improvement of thin silicon on sapphire (SOS) film materials and device performances by solid phase epitaxy. *Materials Science and Engineering: B*, 2000, vol. 72, pp. 189–192.
5. Wang Q.-Y., Zan Yu., Wang J., Yu Y.-H. Comparison of properties of solid phase epitaxial silicon on sapphire films recrystallized by rapid thermal annealing and furnace annealing. *Materials Science and Engineering: B*, 1995, vol. 29, pp. 43–46.
6. Chistilin A.A., Romanov A.A., Moskovskaya Yu.M., Ulanova A.V. Influence of implantation of silicon and oxygen ions into a heteroepitaxial silicon layer on a sapphire substrate on the leakage currents of n-channel transistors of CMOS IC SOS technology. *Russian Microelectronics*, 2011, vol. 40, pp. 209–214.
7. Baeri P., Rimini E. Laser annealing of silicon. *Materials Chemistry and Physics*, 1996, vol. 46, iss. 2-3, pp. 169–177.
8. Moyzykh M., Samoilenov S., Amelichev V., Vasiliev A., Kaul A. Large thickness-dependent improvement of crystallographic texture of CVD silicon films on r-sapphire. *J. Cryst. Growth*, 2013, vol. 383, pp. 145–150.
9. Sokolov E. M., Fedotov S. D., Statsenko V. N., Timoshenkov S. P., Emelyanov A. V. Study of the structural properties of silicon-on-sapphire layers in hydride-chloride vapor-phase epitaxy. *Semiconductors*, 2017, vol. 51, no. 13, pp. 1692–1697.
10. Papkov V. S., Cybul'nikov M. B. *Silicon epitaxial layear on dielectric substrates and devices on them*. Pod red. A. Ju. Malinina, Moscow, Energiya Publ., 1979. 89 p. (In Russian).
11. Bolkhovityanov Yu. B., Gutakovskii A. K., Deryabin A. S., Pchelyakov O. P., Sokolov L. V. Potentialities and basic principles of controlling the plastic relaxation of GeSi/Si and Ge/Si films with stepwise variation in the composition. *Semiconductors*, 2008, vol. 42, no. 1, pp. 1–20.
12. Ignatov A.Yu., Postolov V.S., Sabel'nikova M.M. Optical methods for the parameters control of heteroepitaxial silicon in SOS wafers. *Proceedings of the 6th International Conference on Solid State Chemistry and Modern Micro- and Nanotechnology*, Kislovodsk, Stavropol', Sept. 17–22, 2006. (In Russian).
13. Fedotov S. D., Timoshenkov S. P., Sokolov E. M., Statsenko V. N. The monitoring of structural quality of silicon-sapphire inter-face by the surface photovoltage method. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii*

*Rossii. Radioelektronika = Journal of the Russian Universities. Radioelectronics*, 2017, no. 5, pp. 28–36. (In Russian)

14. Maslova N.E., Antonovsky A.A., Zhigunov D.M., Timoshenko V.Yu., Glebov V.N., Seminogov V.N. Raman studies of silicon nanocrystals embedded in silicon suboxide layers. *Semiconductors*, 2010, vol. 44, no. 8, pp. 1040–1043.

15. Anastassakis E., Cantarero A., Cardona M. Piezo-Raman measurements and anharmonic parameters in silicon and diamond. *Physical Review B*, 1990, vol. 41, no. 11, pp. 7529–7535.

Submitted 12.02.2018; Accepted 19.06.2018.

**Information about the authors:**

**Sergey D. Fedotov** – PhD student of the Intellectual Technical Systems Department, National Research University of Electronic Technology (Russia, 124498, Zelenograd, Moscow, Shokin sq., 1), researcher, JSC «EPIEL» (Russia, 124460, Moscow, Zelenograd, 1-st Zapadny proezd, 12, bld.2), fedotov@epiel.ru

**Evgeniy M. Sokolov** – Leading Researcher, JSC «EPIEL» (Russia, 124460, Moscow, Zelenograd, 1-st Zapadny proezd, 12, bld.2), sokolov@epiel.ru

**Vladimir N. Statsenko** – Chief Designer, JSC «EPIEL» (Russia, 124460, Moscow, Zelenograd, 1-st Zapadny proezd 12, bld.2), vstatsenko@epiel.ru

**Alexey V. Romashkin** – Cand. Sci (Eng.), Researcher of the Institute of Nano- and Microsystem Technology, National Research University of Electronic Technology (Russia, 124498, Moscow, Zelenograd, Shokin sq., 1), Leading Engineer of the Bauman Moscow State Technical University (Russia, 105005, Moscow, 2-ya Baumanskaya, 5, bld. 1)

**Sergey P. Timoshenkov** – Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Institute of Nano- and Microsystem Technology, National Research University of Electronic Technology (Russia, 124498, Moscow, Zelenograd, Shokin sq., 1)