

X線マイクロ回折による $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ バッファ層の局所領域歪構造評価 Analysis of Local Strain of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ Buffer layers by X-ray Microdiffraction

中塚 理^a, 志村 洋介^a, 筒井 宣匡^a, 酒井 朗^b,
今井 康彦^c, 田尻 寛男^c, 坂田 修身^c, 木村 滋^c, 財満 鎮明^a
Osamu Nakatsuka^a, Yosuke Shimura^a, Norimasa Tsutsui^a, Akira Sakai^b,
Yasuhiko Imai^c, Hiroo Tajiri^c, Osami Sakata^c, Shigeru Kimura^c, and Shigeaki Zaima^a

^a名古屋大学大学院工学研究科, ^b大阪大学大学院基礎工学研究科, ^c高輝度光科学研究センター
^aGraduate School of Eng., Nagoya Univ., ^bGraduate School of Eng. Sci., Osaka Univ., ^cJASRI

歪緩和 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶層形成技術の構築に向けて、Si(001)基板上に形成した $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層内の局所領域における歪構造の解明を目的に、SPring-8 の BL13XU におけるマイクロ回折測定を行った。逆格子マップ測定から、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層のマイクロビームの照射領域内には複数の離散的ドメイン構造が存在し、個々に異なる傾斜角を持ってエピタキシャル成長している様子が明らかになった。また、歪緩和のための $500^\circ\text{C}\sim 600^\circ\text{C}$ の熱処理によって、この局所的な結晶構造の揺らぎは低減されることがわかった。

We investigated the local strain structure of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x/\text{Ge}$ heteroepitaxial layers formed on Si(001) substrates by using x-ray microdiffraction. The microdiffraction reciprocal space mapping revealed that there are some local domains in the $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ layer within the micro-beam irradiation area and each domain is epitaxially grown with an individual tilting angle to the Si substrate. We also found that the crystalline structure becomes homogeneous by the annealing for strain-relaxation.

キーワード：歪、ゲルマニウム、シリコン、次世代超々大規模集積回路、X線マイクロ回折

背景と研究目的：シリコン系超々大規模集積回路 (ULSI) の基本素子である相補型金属-酸化物-半導体 (CMOS) トランジスタにおいて、低消費電力と高速性を両立する技術として、高移動度チャネル材料としての $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 混晶や Ge が近年急速に注目を集めている。さらに、Ge への面内伸張歪の印加によって、無歪 Ge に比較して電子、正孔双方のキャリア移動度を 1.5~4 倍程度に向上できる可能性が予測されている¹⁾。

我々は、Ge よりも格子定数の大きな $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶をバッファ層に用いて、この上に Ge をエピタキシャル成長させることで、面内二軸伸張歪を有する Ge 層の形成を検討している^{2,3)}。ULSI 応用に要求される 1%程度の歪量を有する伸張歪 Ge 層の形成には、Sn 組成 7%程度の高品質な $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶層を作製する必要がある。しかし、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 中への Sn の平衡固溶限界は 1%程度のため、Sn 析出を抑制しながら、歪緩和した $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶層を非平衡的に形成する技術が必要となる。本技術の確立には、Si 基板上に形成したヘテロエピタキシャル $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶層内における歪構造および結晶転位構造の解明が重要である。本課題においては、歪緩和 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶形成

技術の構築に向けて、マイクロ回折法による $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 混晶層内の局所領域における歪構造の解明を目的とした。

実験：Si(001)基板上への分子線エピタキシー成長法を用いて $\text{Ge}_{0.960}\text{Sn}_{0.040}$ (50nm)/Ge(40nm)/Si 基板多層構造を準備した⁴⁾。 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層の歪緩和を促すため、一部の試料は窒素雰囲気中にて 500°C 、60分間あるいは 600°C 、10分間の熱処理を施した。SPring-8 BL13XUに設置されたマイクロ回折光学系を用いて試料の結晶構造評価を行った。エネルギー 8keV (波長 0.123984nm) の X線を、ゾーンプレートを用いて鉛直方向 $0.70\mu\text{m}\times$ 水平方向 $2.19\mu\text{m}$ にまで集光し、試料表面に照射した。対称面である 004面の逆格子空間マップおよび ω ロッキングカーブを測定しながら、試料鉛直方向にビームを走査する面内マップを測定し、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層の結晶性を評価した。

結果、および、考察：Fig.1 に熱処理前の試料の Ge および $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 004 逆格子点近傍における逆格子空間マップを示す。 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 004 面の逆格子点は強度の高い領域が分散した対称性の崩れた形状をしている。これは、Ge 上に形

成された $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層内において、マイクロビームの照射領域内にいくつかの離散的なドメイン構造が存在し、個々に異なる傾斜角を持ってエピタキシャル成長している可能性を示唆している。同様の傾向は Si 上に成長した $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ 層のマイクロ回折測定においても確認されており⁵⁾、成長直後の $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層は、マイクロメートルスケールの領域においては、その均一性が崩れていることがわかる。

熱処理前後の試料に対して、X線マイクロビームを鉛直方向に $37.5\mu\text{m}$ の距離に渡って走査しながら、各点において $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 004 面ロックングカーブを測定して得られた、面内ロックングカーブマップを Fig.2 に示す。熱処理前の試料においては、X線照射位置の変化に伴って回折強度が増減していることがわかる。一方、熱処理後の試料においては、熱処理温度が高い場合ほど X線照射位置に対する強度の変化は小さい。熱処理前の試料においては、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層内における格子置換位置に取り込まれた Sn の組成あるいは $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層の

歪緩和の度合いに、バラつきがあるために、その格子定数に揺らぎが存在すると推測される。そのため、ある特定の面間隔 (2 θ) で測定したロックングカーブにおいて、位置に依存した強度変化が生じていると考えられる。本結果から、このような結晶性の揺らぎは数 μm のスケールで存在することがわかる。一方、この揺らぎは、高温の熱処理を施し、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層の歪緩和を促進することで均質化され、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層の格子定数が一定値になることも明らかになった。熱処理による歪緩和の進行において、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層/Ge 界面におけるミスフィット転位伝播が生じ、ドメインの融合などによって面内の歪が均一化されるものと考えられる。

今後の課題：今後、更なる Sn 組成の向上に向けては、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層からの局所的な Sn 析出機構の理解が重要となる。マイクロビーム回折を用いた評価によって、 $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 層内における局所的な Sn 組成の揺らぎと歪緩和や転位伝播との相関性を理解することで、Sn 析出抑制技術に向けた知見の構築が期待される。

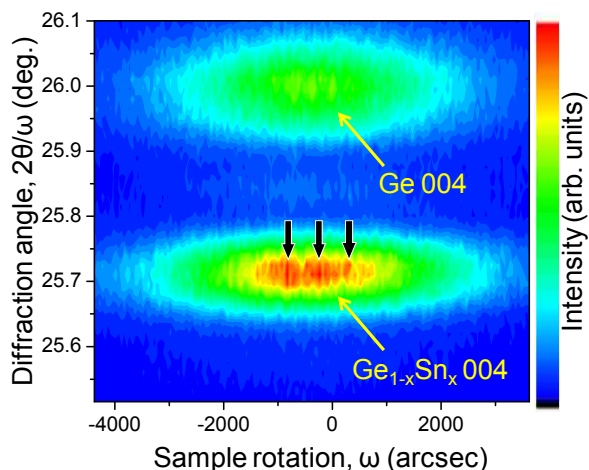


Fig. 1 X-ray microdiffraction 2DRSM of Ge and $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 004 diffraction spots for the as-grown $\text{Ge}_{0.960}\text{Sn}_{0.004}/\text{Ge}/\text{Si}(001)$ sample.

参考文献

- 1) M. V. Fischetti *et al.*, Appl. Phys. Lett. **80**, 2234 (1996).
- 2) S. Takeuchi *et al.*, Semicond. Sci. Tech. **22**, S231 (2007).
- 3) S. Takeuchi *et al.*, Appl. Phys. Lett. **92**, 231916 (2008).
- 4) Y. Shimura *et al.*, Jpn. J. Appl. Phys. **48**, 04C130 (2009).
- 5) S. Mochizuki *et al.*, Thin Solid Films **508**, 128 (2006).

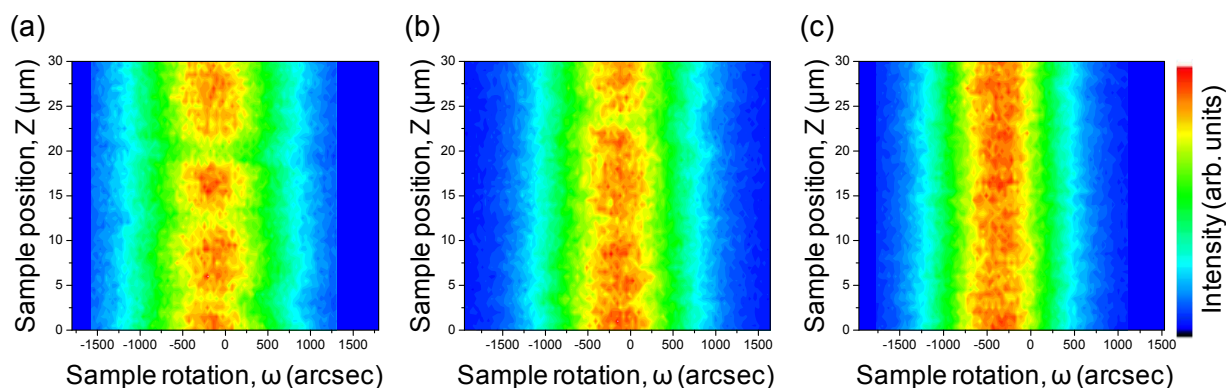


Fig. 2 Contour maps of the $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ 004 reflection intensity in a series of the x-ray rocking curves obtained from the different positions of $\text{Ge}_{1-x}\text{Sn}_x$ layers for $\text{Ge}_{0.960}\text{Sn}_{0.004}/\text{Ge}/\text{Si}$ samples (a) before and after annealing (b) at 500°C for 60 min and (c) 600°C for 10 min.