

# Three dimensional heteroepitaxy

**Doctoral Thesis**

**Author(s):**

Kreiliger, Thomas Christof

**Publication date:**

2015

**Permanent link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-010633661>

**Rights / license:**

In Copyright - Non-Commercial Use Permitted

DISS. ETH NO. 23164

# Three dimensional heteroepitaxy

A thesis submitted to attain the degree of

DOCTOR OF SCIENCES of ETH ZURICH

(Dr. sc. ETH Zurich)

presented by

THOMAS CHRISTOF KREILIGER

MSc ETH Physics

born on 01.04.1986

citizen of Willisau, LU

accepted on the recommendation of

Prof. Dr. Bertram Batlogg, Examiner, Supervisor

PD Dr. Hans von Känel, Co-Examiner

Prof. Leo Miglio, Co-Examiner

2015

# Abstract

Combining other semiconductors with the existing and well established silicon (Si) technology enables one to extend its functionalities beyond these of integrated electric circuits. In particular, optoelectronic devices such as solid state lighting sources are not possible with Si only, mainly since its intrinsic material properties with an indirect electronic band gap are not suitable.

In order to combine new semiconductor materials with Si, as for example gallium arsenide (GaAs), germanium (Ge) or silicon carbide (SiC), they can either be bonded as full layers to Si wafers or directly grown on Si substrates. The former method is already used by industry, but it has disadvantages of being fragile and expensive. The latter, so-called heteroepitaxial growth, is a very promising way to fabricate optoelectronic devices using all the advantages of the existing Si technology. However, there are severe difficulties to overcome for industrial application.

Most importantly, the two materials involved differ in their lattice parameter, which creates large densities of crystal defects, such as misfit dislocations and stacking faults (SFs), at the interface. They can also propagate as threading dislocations or planar defects even through the whole epitaxial layer and severely degrade its electrical performance. The second important issue is the mismatch in the thermal expansion coefficients of the two materials, which creates strain upon cooling down several hundred degrees from the growth temperature, leading to wafer bowing or even cracking of the epitaxial layer.

In this work, results of an alternative method of heteroepitaxial growth are presented. Due to deep patterning of the Si substrates into quadratic pillars before growth, three-dimensional (3D) structures at a micrometer scale instead of a conventional two-dimensional layer can be realized. This avoids the previously discussed issues to a large extent. It is shown that the concept is applicable to various different materials and growth techniques.

The first material combination presented is the Ge on Si which are lattice mismatched

by 4.2%, where our activities in 3D heteroepitaxy initially started by growing crystals using low-energy plasma-enhanced chemical vapor deposition (LEPECVD) at temperatures up to 700 °C. Structural analysis proves that the strain and the crystal defects in the 3D crystals are mostly absent just a few micrometers above the interface. Various electrical measurements were done on test structures to measure the diode performance between individual, slightly p-doped Ge crystals and the n-doped Si substrate. Dark current densities down to 1 mA/cm<sup>2</sup> were measured at –10 V bias voltage for an optimized structure including Si pillar surface passivation, which is comparable with commercial Ge homojunction p-n diodes.

As a possible application, an imaging detector is introduced which has a Ge absorber sensitive up to high-energy X-ray radiation of around 100 kV, directly grown on Si read-out electronics. The dark leakage current of a prototype detector structure with pixels comprising thousands of individual Ge crystals was tested as well and showed a dark current density of 0.04 A/cm<sup>2</sup> at –10 V. These values still need to be improved to below 1 mA/cm<sup>2</sup> for good device performance.

As an extension, results of the growth of GaAs by metal-organic vapor phase epitaxy (MOVPE) on the Ge/Si structures described before are shown in the second part. Since the lattice parameter and thermal expansion between GaAs and Ge fit almost exactly, this is a promising combination. GaAs is a favored material for optical emitters and detectors. Structural analysis revealed the facet distribution and the strain release depending on the geometrical aspect ratio (height/width). At aspect ratios larger than 0.5 the strain in the GaAs layer is almost fully released.

Finally, the analysis of 3C-SiC structures grown on deeply patterned Si substrates is shown in the third part. This combination would enable industrial fabrication of SiC based electric power devices grown on much cheaper Si substrates, but is challenging mainly because here the lattice misfit amounts to 18%. The epitaxy of 3C-SiC on Si requires yet another growth technique, low-pressure chemical vapor deposition (LPCVD), at much higher temperatures up to 1400 °C. Structural and SF defect density investigations are presented for Si(001) and Si(111) substrate orientations and various different pattern geometries.

Growth of 3C-SiC on ridges on offcut Si(001) substrates leads to good morphology of individual ridges and coalesced surfaces needed for device fabrication, but as a drawback only provides SF trapping and thermal strain release in one of the two lateral dimensions. Thus, the SF linear density is reduced to few hundreds cm<sup>-1</sup> parallel to the ridges, but

still amounts up to  $\sim 2000 \text{ cm}^{-1}$  perpendicular to the ridges. The use of hexagonal pillars on Si(111) substrates offers more efficient SF trapping, but the coalescence between crystals is very hard to control due to faceting. If coalescence starts too early, the SF density is still around  $3000 \text{ cm}^{-1}$ , compared to  $8000 \text{ cm}^{-1}$  for unpatterned areas.

Electric measurements on nickel silicide Schottky diodes fabricated on the surface of 3C-SiC/Si(001) structures are shown as well, having Schottky barrier heights around 0.56 eV after annealing up to  $675 \text{ }^\circ\text{C}$ . The reverse current density reaches  $100 \text{ A/cm}^2$  at  $-80 \text{ V}$  which is mostly due to the still high SF defect density in the structures.

Summarizing, the innovative approach of 3D heteroepitaxy is applied to three different material combinations and growth methods. Possible industrial applications are presented and in particular, the ongoing development activities for a X-ray imaging detector discussed.

# Zusammenfassung

Die Kombination zusätzlicher Halbleiter Materialien mit der weit verbreiteten Silizium (Si) Technologie ermöglicht es, über die elektrischen Schaltkreise hinaus gehende, zusätzliche Funktionen einzuführen. Konkret ist die Herstellung opto-elektronischer Bauteile wie zum Beispiel Festkörper Lichtquellen mit Si alleine nicht möglich, hauptsächlich weil seine grundlegenden Materialeigenschaften mit einer indirekten elektrischen Bandlücke unpassend sind.

Um neue Materialien mit Si zu kombinieren, beispielsweise Galliumarsenid (GaAs), Germanium (Ge) oder Siliziumkarbid (SiC), können sie entweder als ganze Schicht mit dem Si Wafer verbunden, oder direkt auf ein Si Substrat aufgewachsen werden. Die erstgenannte Technik wird bereits industriell verwendet, hat jedoch Nachteile, da sie fragil und teuer ist. Die letztgenannte Technik, so genannte Heteroepitaxie, ist eine sehr vielversprechende Möglichkeit zur Herstellung opto-elektronischer Bauteile die alle Vorteile der existierenden Si Technik beibehält. Für eine industrielle Anwendung müssen jedoch zahlreiche Schwierigkeiten gelöst werden.

Am wichtigsten ist der unterschiedliche Atomabstand im Kristallgitter der beiden involvierten Materialien, welcher zu hohen Dichten an Kristalldefekten führt, wie beispielsweise Fehlanpassungsdefekte oder Stapelfehler am Materialübergang. Diese können sich auch als Fadenversetzungen oder Flächendefekte durch die ganze epitaktische Schicht hindurch fortpflanzen und dadurch die elektrische Leistungsfähigkeit massiv verschlechtern. Die zweite wichtige Tatsache ist die Fehlanpassung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der beiden Materialien, die beim Abkühlen über mehrere Hundert Grad nach dem Wachstum eine mechanische Spannung bewirkt und zur Verbiegung des Wafers oder sogar zu Bruchspalten in der epitaktischen Schicht führt.

In dieser Arbeit werden Resultate einer alternativen Methode des heteroepitaktischen Wachstums präsentiert. Dank tiefer Strukturierung des Si Substrats in quadratische Säulen vor dem Wachstum entstehen drei-dimensionale (3D) Strukturen im Mikrometerbereich anstatt der üblichen, zwei-dimensionalen Schicht. Dies verhindert die vorher genannten Nachteile weitgehend. Es wird gezeigt, dass das Konzept für verschiedene

Materialien und Wachstumsmethoden anwendbar ist.

Die erste vorgestellte Materialkombination ist Ge auf Si, die eine Gitter Fehlanpassung von 4.2% aufweist und wo unsere Aktivitäten in 3D Heteroepitaxie durch die Anwendung der "niedrig-energetischen, Plasma-unterstützten chemischen Gasphasenabscheidung" (engl. LEPECVD) bis zu Temperaturen von 700 °C begonnen haben. Strukturanalysen zeigen dass die Dehnung und Kristalldefekte nach nur wenigen Mikrometern über dem Materialübergang weitgehend verschwunden sind. Verschiedene elektrische Messungen an Teststrukturen wurden gemacht um die Qualität der Dioden zwischen den einzelnen, leicht p-dotierten Ge Kristallen und dem n-dotierten Si Substrat zu messen. Dunkelstromdichten bis hinunter zu 1 mA/cm<sup>2</sup> bei einer Spannung von -10 V wurden für optimierte Strukturen mit Oberflächenpassivierung der Si Säule gemessen, welche mit denen von kommerziellen Ge p-n Dioden vergleichbar sind.

Als mögliche industrielle Anwendung wird ein Bildsensor mit einer Ge Absorptionsschicht vorgestellt welche bis zu hoch-energetischer Röntgenstrahlung von rund 100 kV sensitiv ist und direkt auf eine Si Ausleseelektronik aufgewachsen ist. Die Dunkelströme an einem solchen Detektor-Prototyp mit Pixeln die mehrere Tausend einzelne Ge Kristalle enthalten wurden getestet und zeigten Stromdichten von 0.04 A/cm<sup>2</sup> bei -10 V. Für eine gute Wirkungsweise des Detektors müssen diese Werte noch auf unter 1 mA/cm<sup>2</sup> verbessert werden.

Als Erweiterung werden im zweiten Teil Resultate des Wachstums von GaAs mit metallorganischer Gasphasenepitaxie (engl. MOVPE) auf den zuvor beschriebenen Ge/Si Strukturen gezeigt. Da der Atomabstand im Kristallgitter und die thermische Ausdehnung von GaAs und Ge praktisch gleich sind, bietet sich diese Kombination als vielversprechend an. Konkret ist GaAs ein bevorzugtes Material für optische Sender und Detektoren. Eine Strukturanalyse deckt die Verteilung der Facetten und die Relaxation der mechanischen Spannung auf, abhängig vom geometrischen Seitenverhältnis (Höhe/Breite). Oberhalb eines Seitenverhältnisses von 0.5 ist die Dehnung in der GaAs Schicht praktisch vollständig entspannt.

Im dritten Teil werden Resultate des Wachstums von SiC auf tief strukturierten Si Substraten gezeigt. Diese Kombination würde es erlauben, SiC basierte Leistungselektronik auf viel günstigeren Si Substraten industriell herzustellen. Doch der grosse Unterschied im Atomabstand von 18% ist sehr anspruchsvoll. Das Wachstum von 3C-SiC auf Si benötigt zudem eine andere Wachstumsmethode, "Niederdruck chemische Gasphasen-

abscheidung" (engl. LPCVD) bei viel höheren Temperaturen bis fast 1400 °C. Eine Analyse der Struktur und der Stapelfehler Defektdichten wird für Si(001) und Si(111) Substrat Orientierungen und etliche verschiedene Strukturierungen gezeigt.

Das Wachstum von 3C-SiC auf Streifen auf fehlorientierten Si(001) Substraten führt zu guter Morphologie einzelner Streifen und daraus entstehender, kontinuierlicher Oberfläche die für elektrische Bauteile benötigt wird. Als Nachteil bietet es nur in einer der beiden Dimensionen auf der Oberfläche eine Reduktion der Defekte und der thermisch induzierten mechanischen Spannung. Darum wird die lineare Stapelfehlerdichte parallel zu den Streifen zwar auf wenige hundert  $\text{cm}^{-1}$  reduziert, gleichzeitig aber beträgt sie in der Richtung senkrecht zu den Streifen immer noch bis zu  $2000 \text{ cm}^{-1}$ . Die Benutzung von hexagonalen Säulen auf Si(111) Substraten bietet diesbezüglich eine effizientere Reduktion, aber die Bildung planarer Bereiche durch das Zusammenwachsen ist aufgrund der Facettierung nur sehr schwer kontrollierbar. Findet das Zusammenwachsen zu früh statt, so beträgt die Stapelfehler Defektdichte immer noch um  $3000 \text{ cm}^{-1}$ , verglichen mit  $8000 \text{ cm}^{-1}$  auf unstrukturierten Flächen.

Ebenfalls beschrieben werden elektrische Messungen an Nickelsilizid Schottky Dioden die auf der Oberfläche dieser 3C-SiC/Si(001) Strukturen hergestellt wurden. Auswertungen zeigen eine Höhe der Schottky Barriere um 0.56 eV nach einer thermischen Behandlung bei 675 °C. Die Dunkelströme erreichen  $100 \text{ A/cm}^2$  bei  $-80 \text{ V}$ , was grösstenteils auf die hohe Defektdichte in den Strukturen zurück zu führen ist.

Zusammenfassend wird der innovative Ansatz der 3D Heteroepitaxie auf drei verschiedene Materialkombinationen und Wachstumsmethoden angewendet. Mögliche industrielle Anwendungen werden gezeigt und konkret die laufende Entwicklung eines Röntgendetektors diskutiert.