

Выращивание малодислокационных монокристаллов германия

Руководитель: д-р техн. наук, профессор
Каплунов И.А.

Автор: студент магистратуры ФКСВ
Иванов М.А.

Проблема работы

- Для современной промышленности актуально использование малодефектных монокристаллов германия большого диаметра для изготовления подложек высокоэффективных фотоэлементов, СБИС и для оптических элементов.
- В РФ отсутствует промышленная технология выращивания малодефектных монокристаллов германия по методу Чохральского.

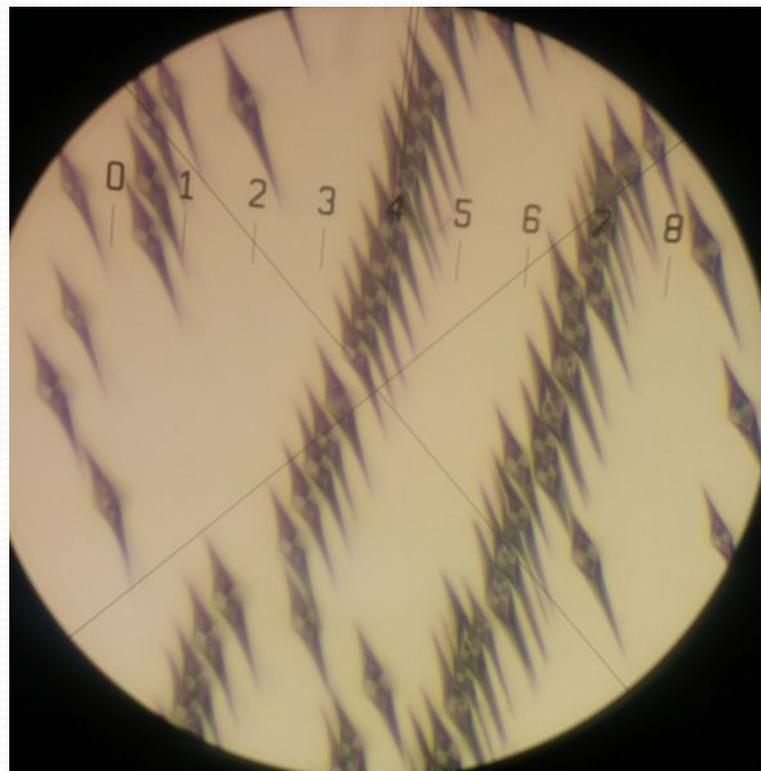
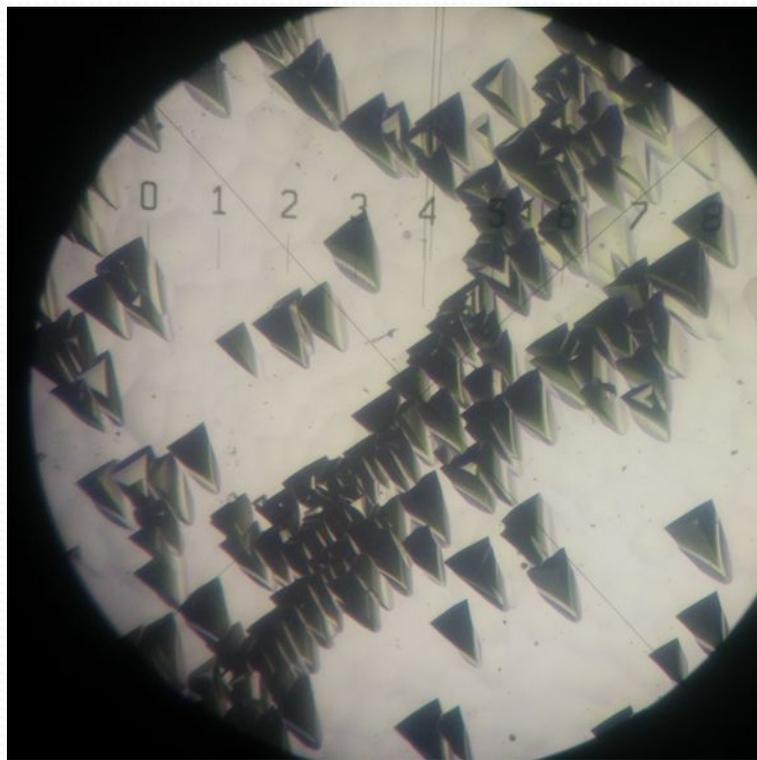
Цель работы

Изучение вопросов выращивания малодислокационных монокристаллов германия и определение условий их получения.

Требования к подложкам из германия для изготовления фотопреобразователей

Параметр	Требование	Ед.изм
Легирующая примесь	Ga	
Тип проводимости	p (акцептор)	
Диаметр пластины	$100 \pm 0,1$	мм
Толщина пластины	140-160	мкм
Ориентация	6° от (100) \rightarrow (111) $\pm 0.5^\circ$	
Неплоскостность/прогиб	< 10	мкм
Ориентация базового среза	$(100) \pm 2^\circ$	
Размер базового среза	32.5 ± 1	мм
Лазерная маркировка	Напротив базового среза	
Лицевая поверхность	Полированная, Epi-ready	
Тыльная поверхность	Шлифованная	
Удельное сопротивление	0,01-0,04	Ом·см
Уровень легирования	min: $0.4 \cdot 10^{18}$, max: $1.0 \cdot 10^{18}$	см ⁻³
Плотность дислокаций	< 300	см ⁻²
Готовность к эпитаксии	на период не менее 3 месяцев	

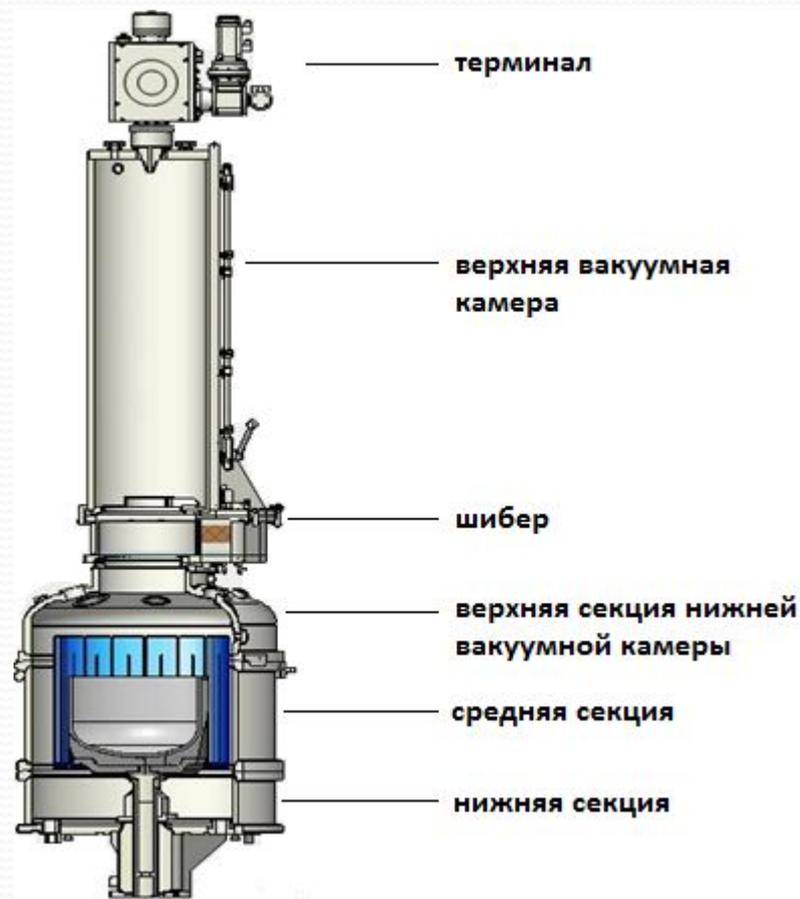
Дислокационное травление



Разработана производственная методика дислокационного травления образцов монокристаллов германия различных кристаллографических ориентаций

Выращивание монокристаллов германия

Кристаллы выращивались по методу Чохральского в установке ЕКЗ 2700 с гибким штоком.



Ростовая установка ЕКЗ 2700



Прочие измерения

УЭС германия

- Четырехзондовый метод

Тип проводимости германия

- Метод вольт-амперных характеристик

Температура расплава

- Пирометр

Температура нагревателя

- По УЭС нагревателя

Моделирование ростовых процессов

Задача: выбор оптимальной расчетной модели, описывающей динамику роста кристаллов германия с плоским фронтом кристаллизации при использовании способа Чохральского.

Управляющие параметры роста



Допущения моделирования

- Излучение описывается спектральной интенсивностью излучения $I_\nu(\vec{r}, \vec{\Omega}, t)$, равной количеству энергии, проходящей в момент времени t в направлении $\vec{\Omega}$, в единичном интервале частот, включающем частоту ν , и в единицу времени.
- Выполняется закон, согласно которому интенсивность излучения $I_\nu(\vec{r})$, испускаемого в среде, находящейся в термодинамическом равновесии, связана со спектральным коэффициентом поглощения $k_\nu(\vec{r})$ и интенсивностью излучения АЧТ $I_\nu(T)$ соотношением:

$$I_\nu(\vec{r}) = k_\nu(T(\vec{r})), \quad (1)$$

$$\text{где } I_\nu(T) = \frac{2h\nu^3}{c^2[\exp(h\nu/kT) - 1]}, \quad (2)$$

где h – постоянная Планка, c – скорость света в среде, k – константа Больцмана.

- Уравнение переноса излучения имеет вид

$$\Omega \nabla I_0(\vec{r}, \vec{\Omega}) + \beta_\nu(\vec{r}) I_\nu(\vec{r}, \vec{\Omega}) = k_\nu(\vec{r}) I_\nu(T) + \sigma_{S,\nu} \frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} I_\nu(\vec{r}, \vec{\Omega}') d\Omega', \quad (3)$$

где $\sigma_{S,\nu}$ – спектральный коэффициент рассеяния, а

$$\beta_\nu(\vec{r}) = k_\nu(\vec{r}) + \sigma_{S,\nu}(\vec{r}) \quad (4)$$

где β – спектральный коэффициент ослабления.

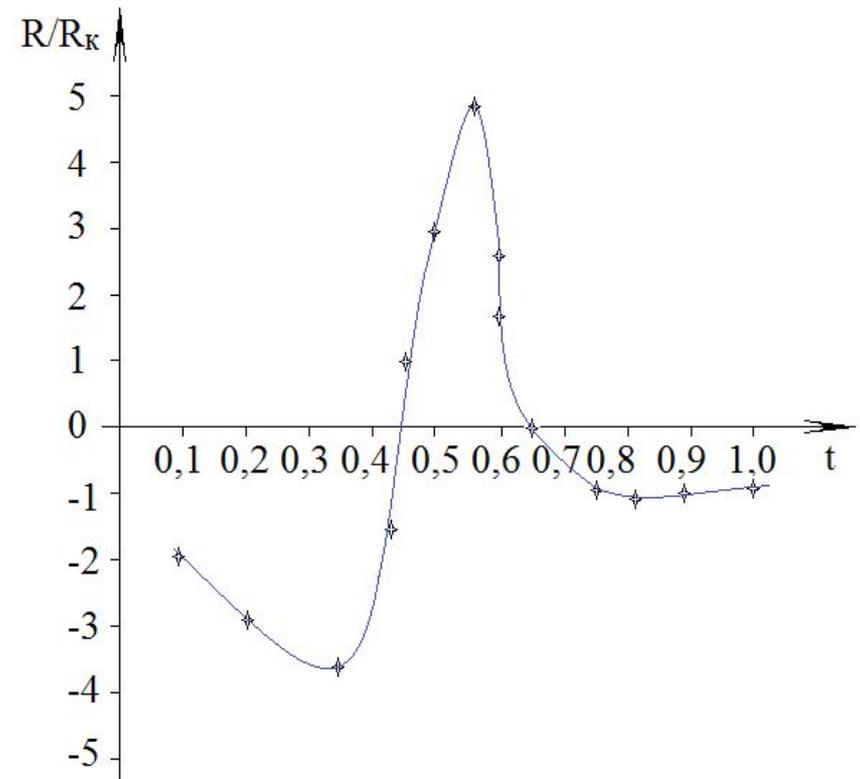
Результаты

- По найденным тепловым потокам вычислялись скорости кристаллизации, определяющие ФФК:

$$V_{\text{кр}} = \frac{q_1 - q_2}{L\rho_{\text{кр}}},$$

где L – скрытая теплота плавления, $\rho_{\text{кр}}$ – плотность кристалла, q_1 – результирующий поток тигля, уходящий с фронта кристаллизации в твердую фазу, а q_2 – тепловой поток, приходящий на фронт/из расплава.

Зависимость безразмерного радиуса кривизны R/R_k фронта кристаллизации кристалла германия от безразмерного времени процесса t –



Выводы по моделированию

Инверсия фронта кристаллизации приводит к интенсивному размножению дислокаций.

Модельные эксперименты подтвердили необходимость поддержания формы плоского фронта кристаллизации.

Малодислокационные монокристаллы ($\text{менее } 10^3 \text{ см}^{-2}$) возможны при значениях радиального температурного градиента в кристалле менее $\sim 1,0 \text{ K}^\circ/\text{см}$.

Экспериментально установлено, что угол конуса, возникающего при разращивании кристалла до заданного диаметра, должен составлять не более 30° .

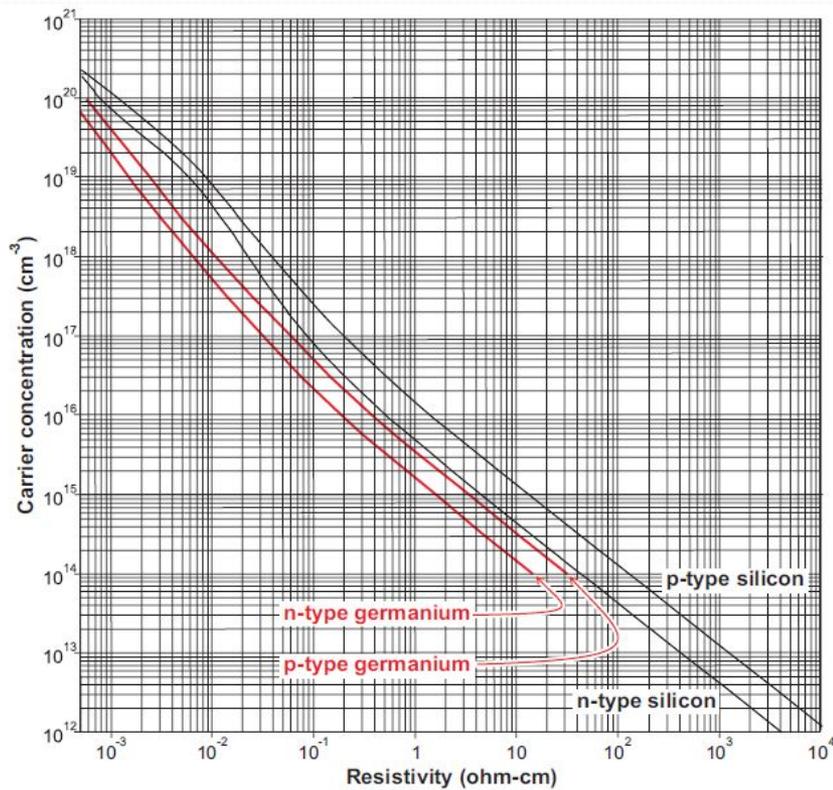
выращивания монокристаллов

германия



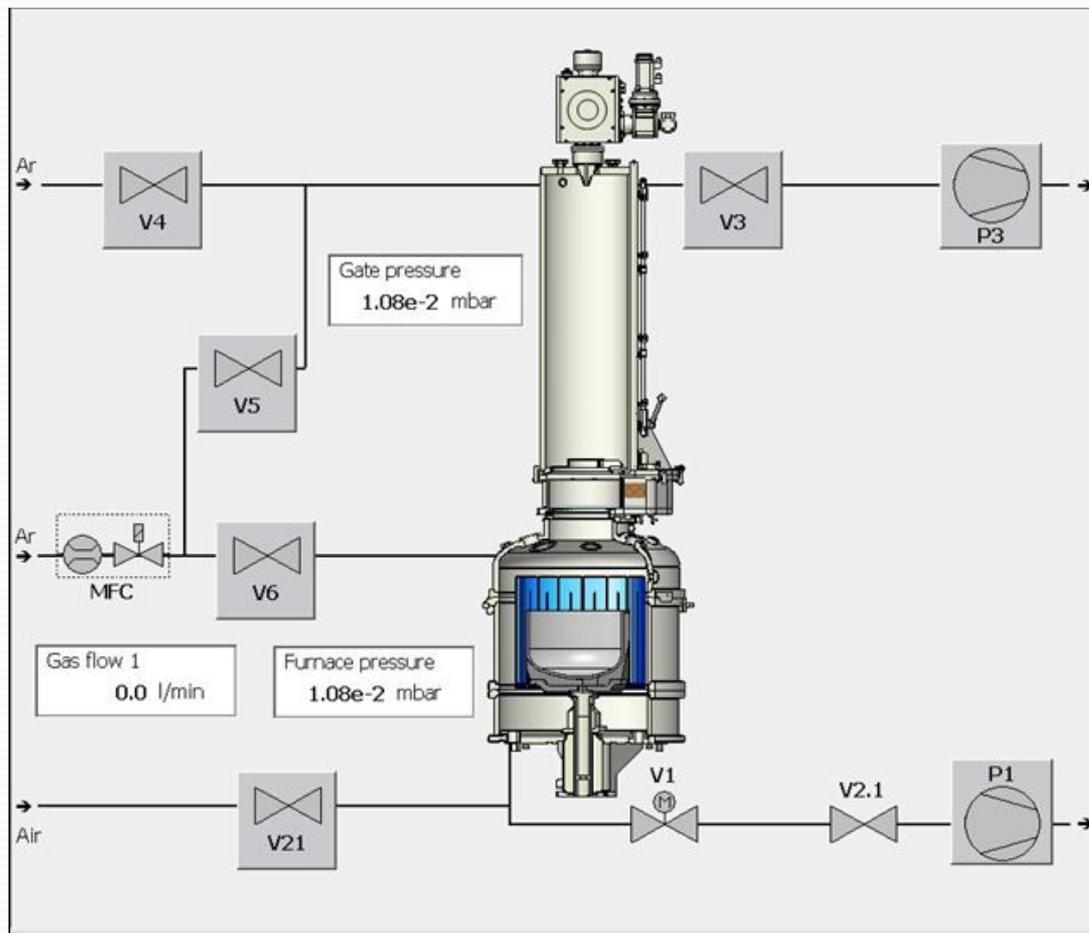
Загрузка

Для загрузки используется германий поликристаллический зонноочищенный (ГПЗ), прошедший химическую обработку с целью удаления оксидной пленки с его поверхности, а также обороты германия.



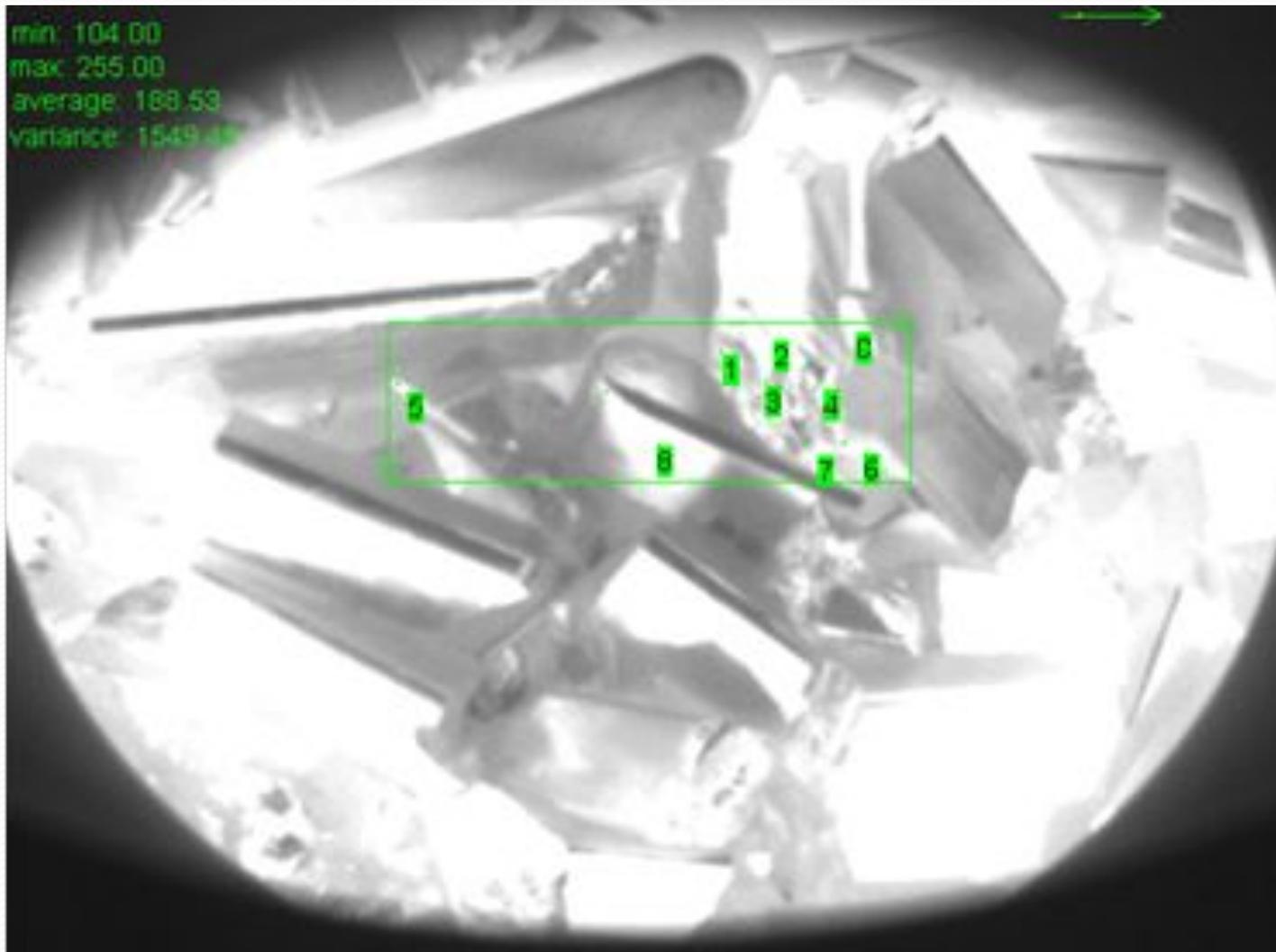
Зависимость удельного
электросопротивления
полупроводников от
концентрации примеси

Вакуумирование ростовой установки

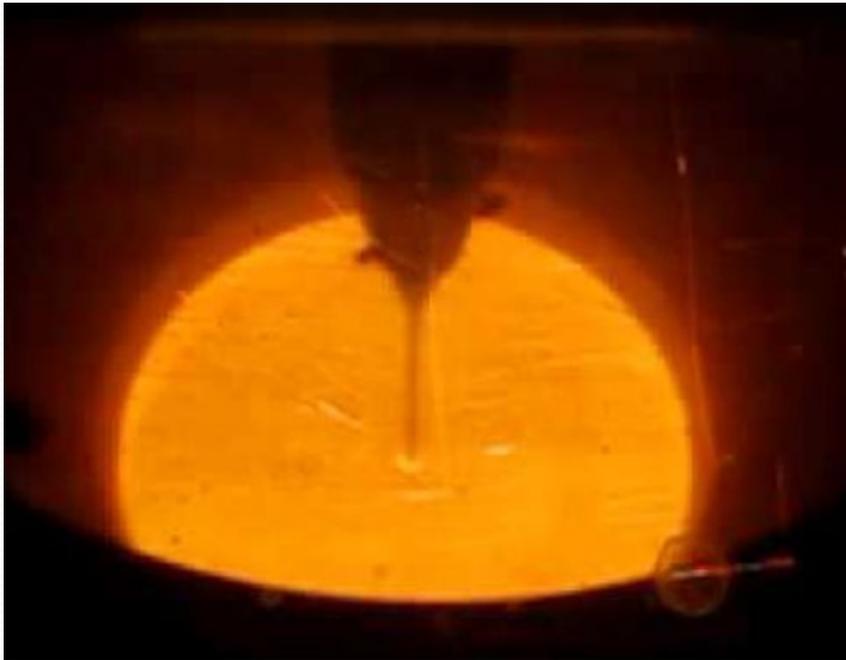


Вакуумирование ростовой установки осуществляется с целью подготовки атмосферы вакуумных камер к ростовому процессу

Плавка



Затравление



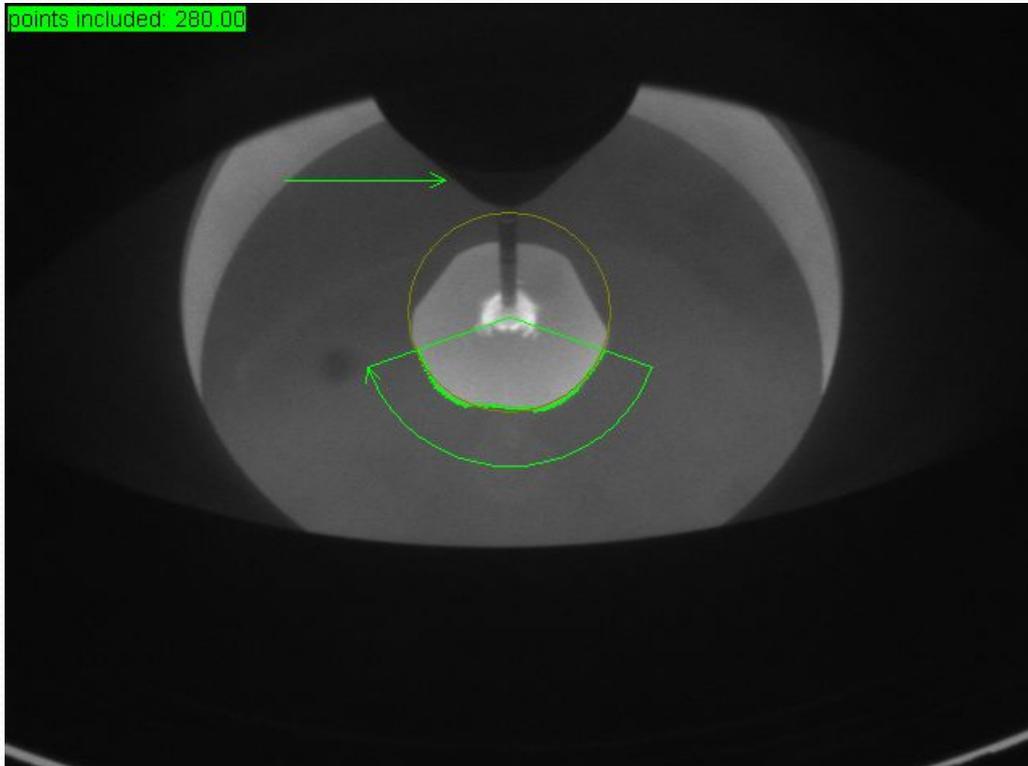
Затравление – подготовка к началу процесса выращивания, в которой затравочный кристалл приводится в контакт с расплавом.

Выращивание шейки



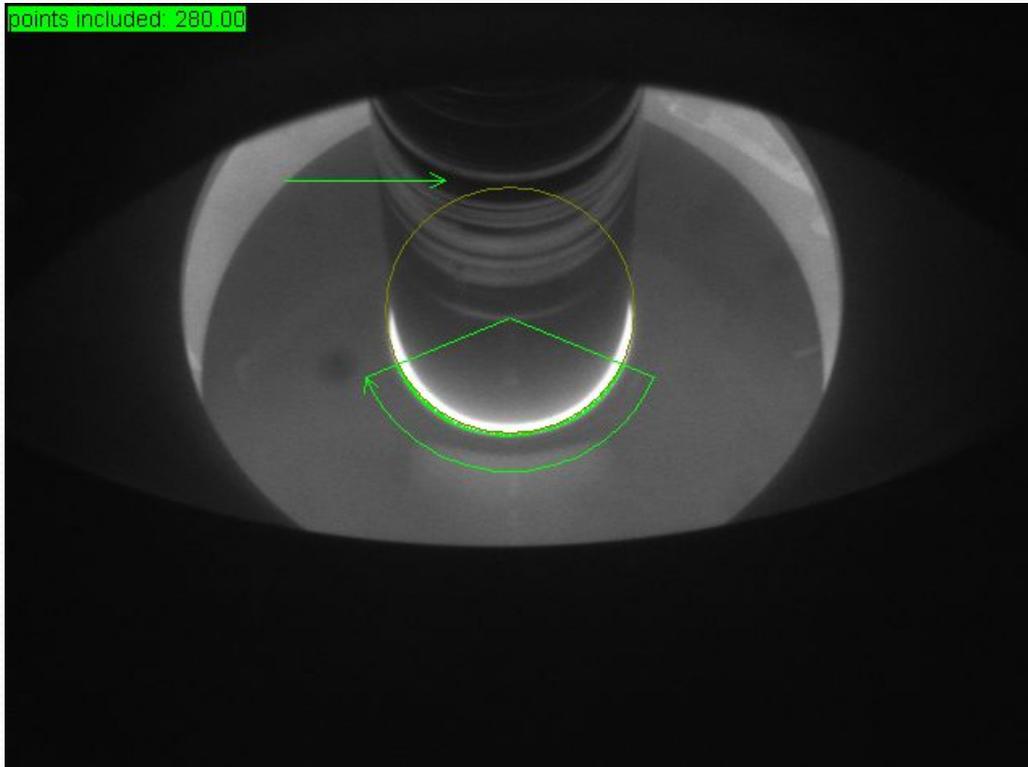
Выращивание шейки осуществляется для того, чтобы предотвратить прораствание дислокаций, образованных в результате термического удара, в объем растущего монокристалла.

Выход на диаметр



Чем меньше дислокаций в конце роста шейки, тем меньше дислокаций будет при выходе на заданный диаметр.

Рост цилиндра



Регулировка роста цилиндра должна осуществляться максимально мягко, без резких изменений температуры нагревателя или скорости вытягивания.

Выращивание обратного конуса и охлаждение

- Обратный конус выращивают для того, чтобы уменьшить последствия термического удара путем уменьшения диаметра сечения кристалла, который отрывают от поверхности расплава.
- Охлаждение малодислокационных кристаллов германия следует проводить как можно более медленно, особенно в диапазоне высоких температур (более 500°C).

Практическая часть

Выращено более 200 монокристаллов

Произведена оценка охлаждения растущего монокристалла аргоном

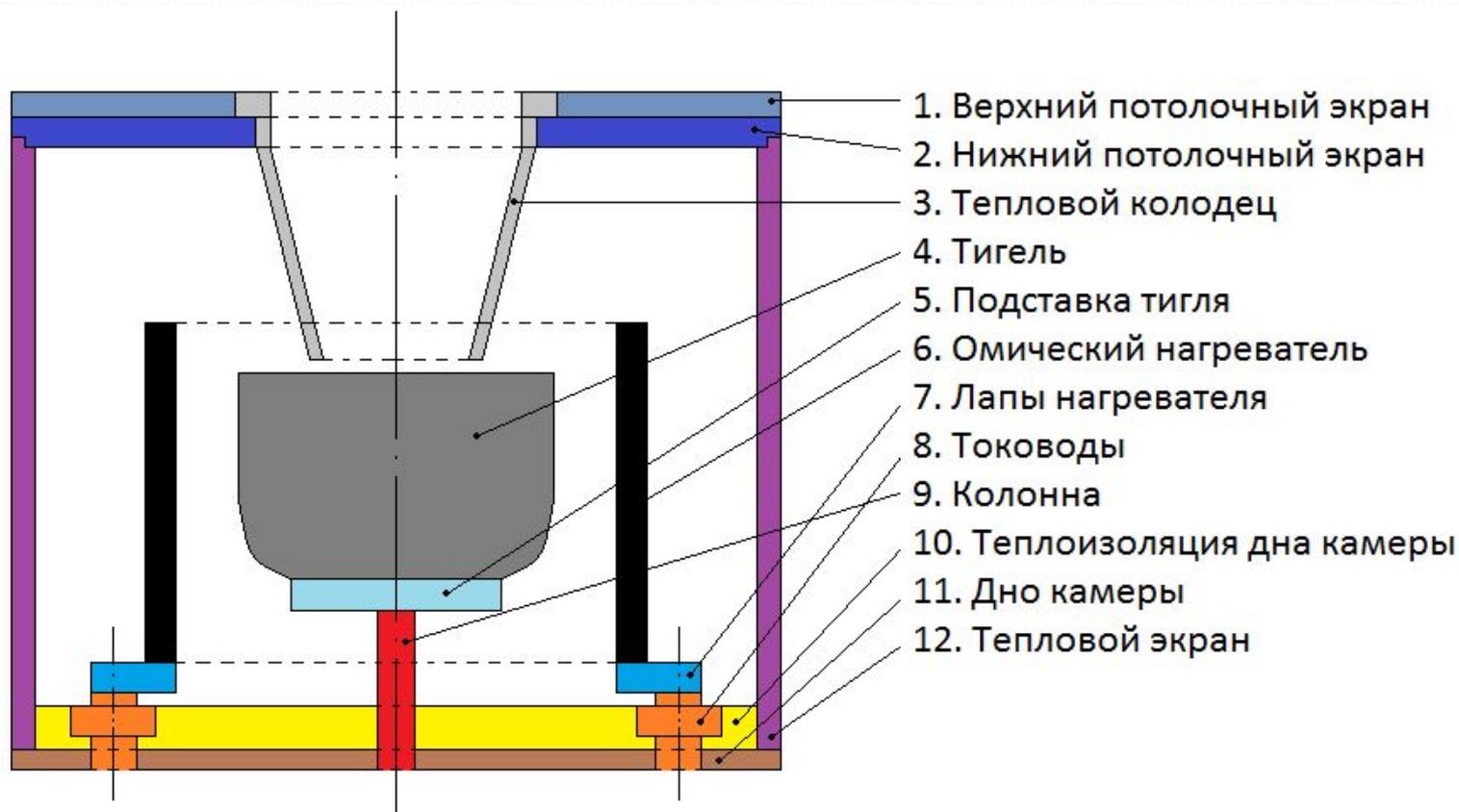
Произведена оценка негативного влияния оксидных пленок

Получены монокристаллы диаметром 55 мм и плотностью дислокаций 750 см^{-2}

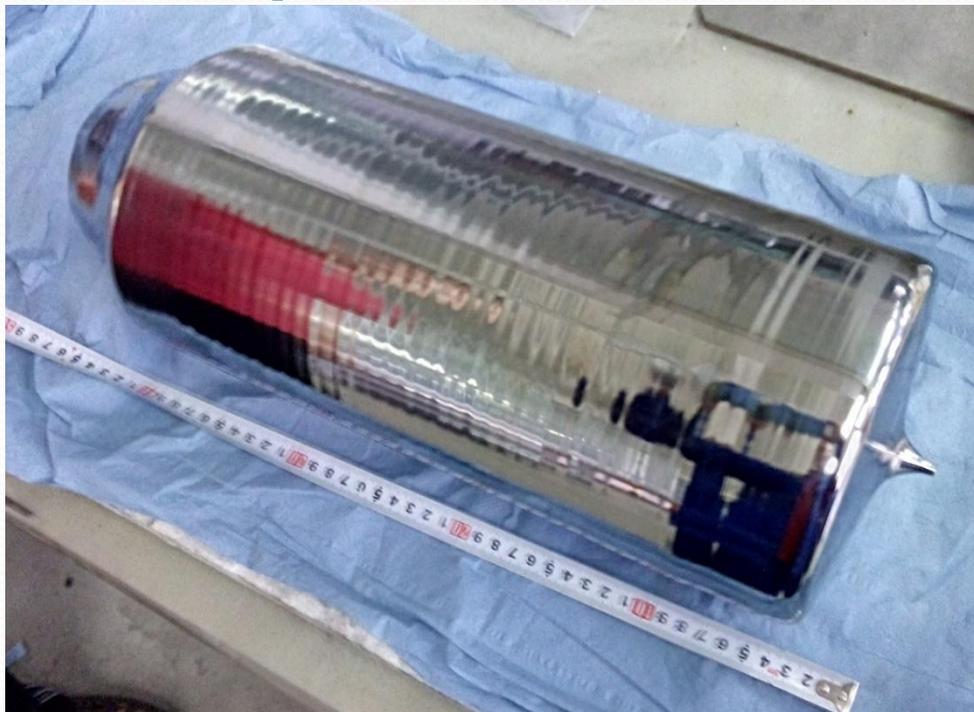
По итогам работ подана заявка на изобретение (Способ очистки поверхности расплава при выращивании монокристаллов германия /Заявка № 2017114619, приоритет 27.04.2017.

Выращивание монокристаллов

- ИНСТРУКЦИЯ ПО ВЫРАЩИВАНИЮ МОНОКРИСТАЛЛОВ
ГЕРМАНИЯ ИОТ-ПЭОК-01-16 (Издание № 1)

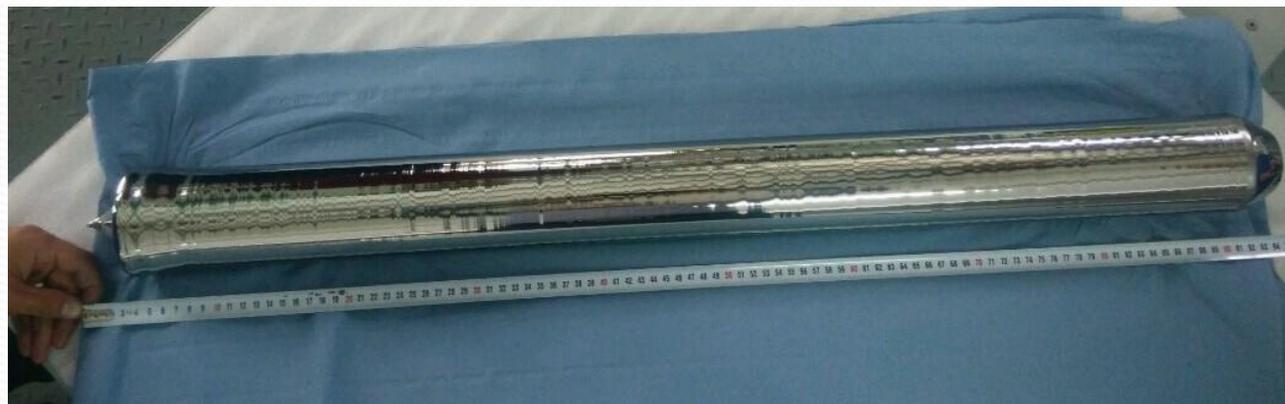


Выращенные монокристаллы

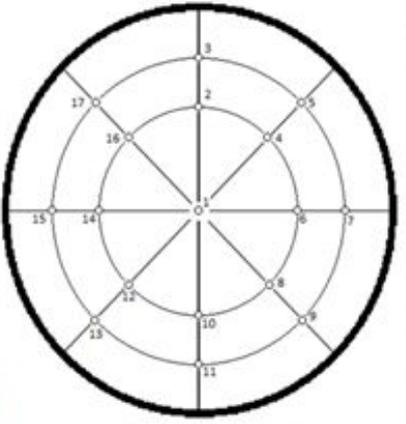


- Монокристалл диаметром 200 мм и длиной 400 мм

- Монокристалл диаметром 80 мм и длиной 950 мм



Контроль плотности дислокаций в монокристаллах

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
1	HM-16-454	[111]	55	Сечение конуса	№ точки	I	II	III	IV	Σ	ОБЩЕЕ			
2		1	3	1	2	1	7	Среднее арифметическое:	6,176471					
3		2	0	0	1	0	1	Среднее квадратическое:	6,847069					
4		3	5	0	4	4	13	Дисперсия:	9,279412					
5		4	0	1	5	2	8	Стандартный разброс:	3,046213					
6		5	2	5	3	0	10							
7		6	3	0	3	2	8	ЧЕТНЫЕ						
8		7	0	0	4	1	5	Среднее арифметическое:	5,25					
9		8	0	2	2	0	4	Среднее квадратическое:	5,937171					
10		9	0	5	3	0	8	Дисперсия:	8,785714					
11		10	0	0	1	1	2	Стандартный разброс:	2,964071					
12		11	2	1	0	0	3							
13		12	2	2	0	0	4	НЕЧЕТНЫЕ						
14		13	3	2	1	1	7	Среднее арифметическое:	7					
15		14	1	1	3	4	9	Среднее квадратическое:	7,632169					
16		15	1	3	0	1	5	Дисперсия:	10,57143					
17		16	3	1	0	2	6	Стандартный разброс:	3,251373					
18		17	0	4	1	0	5	Увеличение:	100 x					
19						Σ четн.:	42	Σ нечетн.:	56	Σ общ.:	105	Диаметр поля зр.:	0,1 см	
20						Средняя плотность дислокаций (1/см ²):	7,87E+02			Площадь поля зр.:	0,008 см ²			
21						Удельное сопротивление, центр (Ом*см):	0,55			Длина МУГ:	нет			
22						Удельное сопротивление - края:	0,6	0,6	0,59	0,61	Скопления МУГ: нет			
23						Удельное сопротивление, среднее (Ом*см):	0,59			Тип проводимости: n				
24	ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ													
25	Поворот дислокационной ямки в поле зрения 													

Плотность дислокаций в кристалле диаметром 55 мм и длиной прямого конуса 110 мм – **787 см⁻¹**

Выводы и результаты

1

- Выращивание малодислокационных кристаллов германия по методу Чохральского является сложной технологической задачей, требующей комплексного улучшения существующей технологии

2

- Одной из важнейших проблем выращивания монокристаллов германия является извлечение нерастворимых оксидных пленок с поверхности расплава.

3

- Наличие оксидных пленок затрудняет оценку применения математических моделей, насколько они адекватны реальному процессу. Присутствие инородных частиц часто приводит к би- и поликристаллизации во время проведения серийных процессов.

4

- Разработаны рекомендации к выращиванию малодислокационных кристаллов германия по методу Чохральского для каждого участка ростового процесса

5

- Разработаны методические указания для текущего производственного контроля плотности дислокаций в монокристаллах германия.

6

- Разработана инструкция по выращиванию монокристаллов германия ИОТ-ПЭОК-01-16 (Издание № 1)



**СПАСИБО ЗА
ВНИМАНИЕ!**