

# 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.

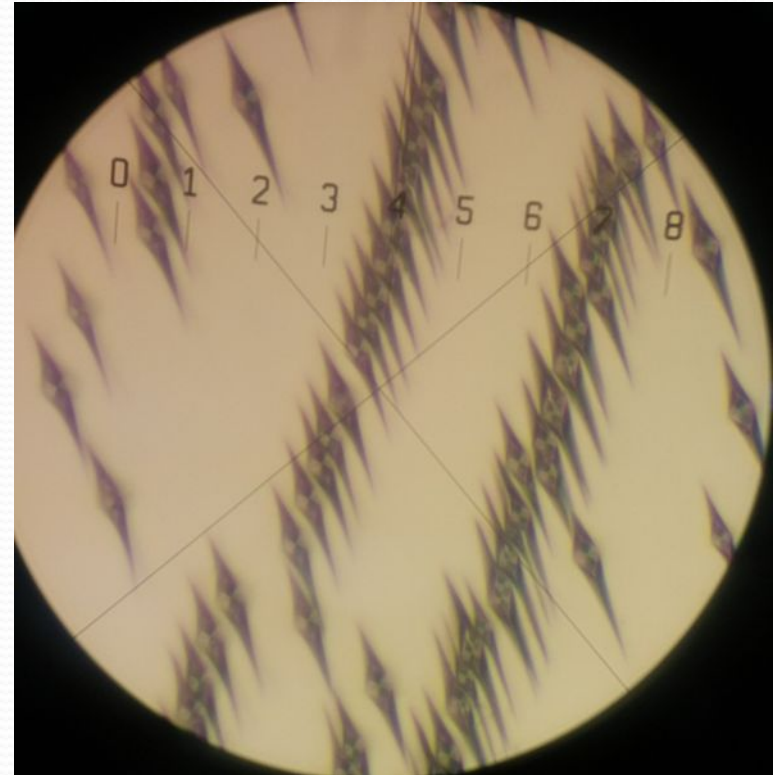
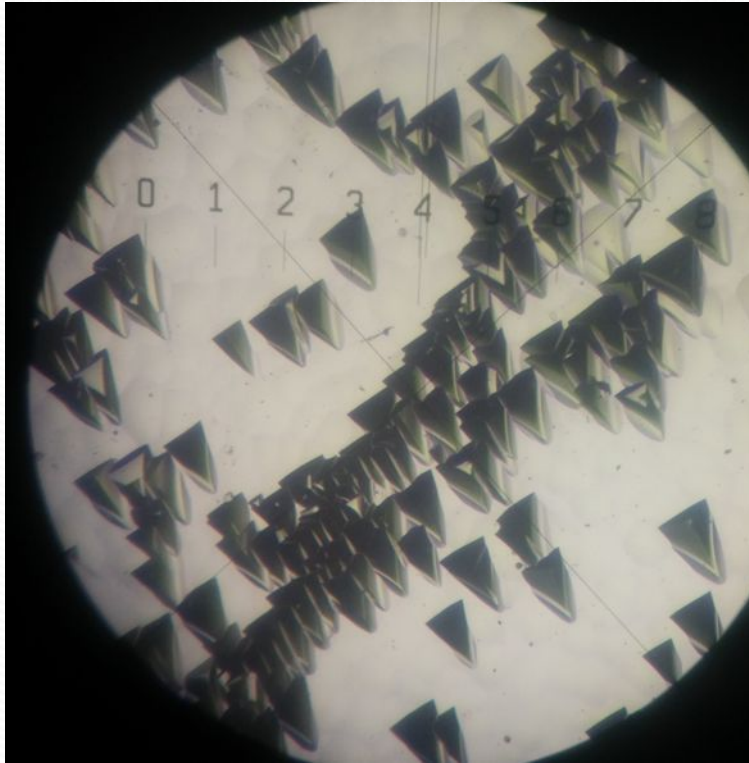
# Цель работы

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	$6^\circ$ от (100) $\rightarrow$ (111) $\pm 0.5^\circ$	
Неплоскостность/прогиб	$< 10$	мкм
Ориентация базового среза	$(100) \pm 2^\circ$	
Размер базового среза	$32.5 \pm 1$	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 <sup>-3</sup>
Плотность дислокаций	$< 300$	см <sup>-2</sup>
Готовность к эпитаксии	на период не менее 3 месяцев	

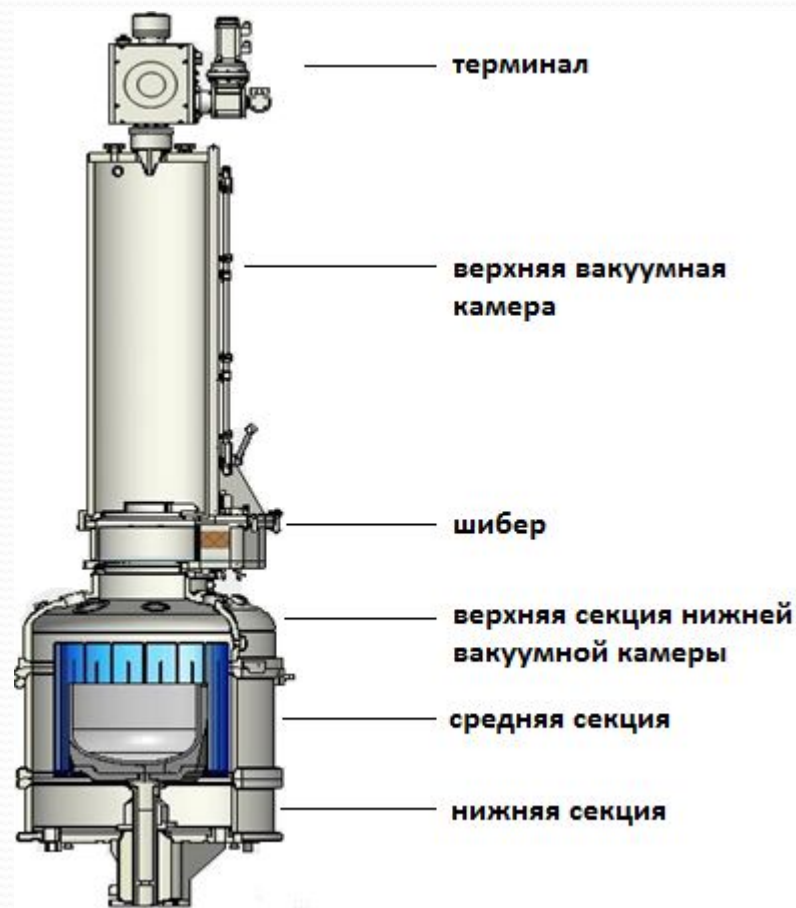
# Дислокационное травление



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  $\nu$ , 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  $\beta$  – спектральный коэффициент ослабления.

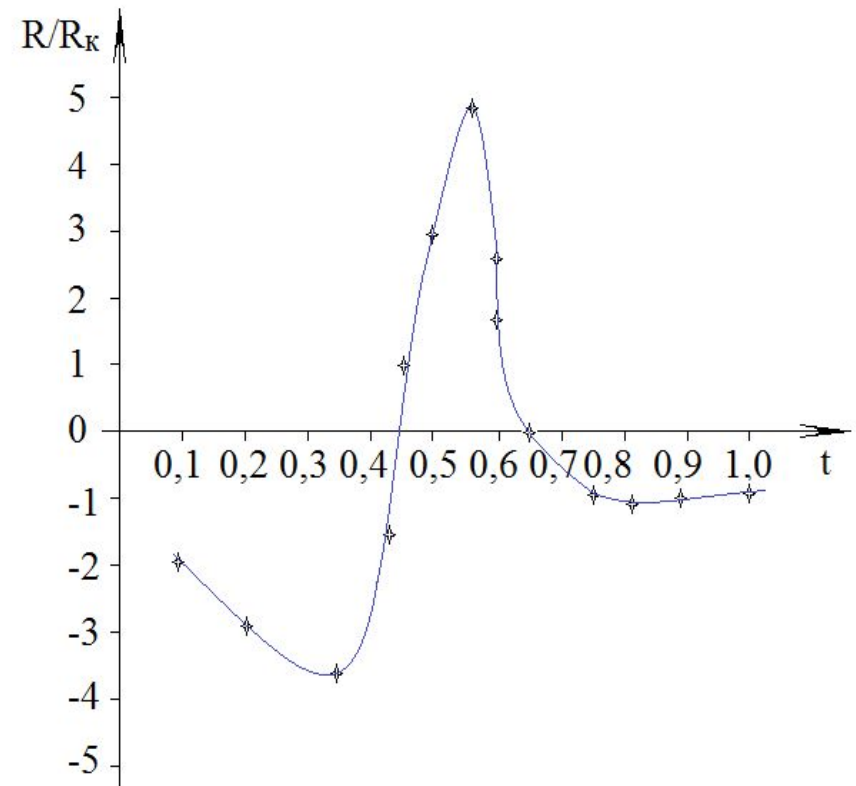
# Результаты

- 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  $30^\circ$ .

# выращивания монокристаллов

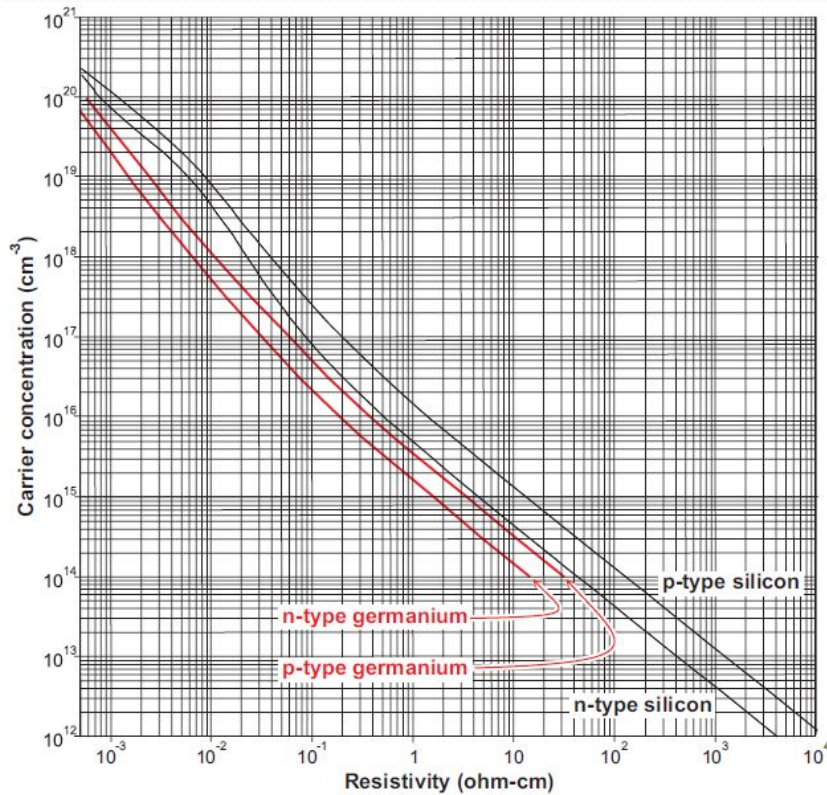
## германия





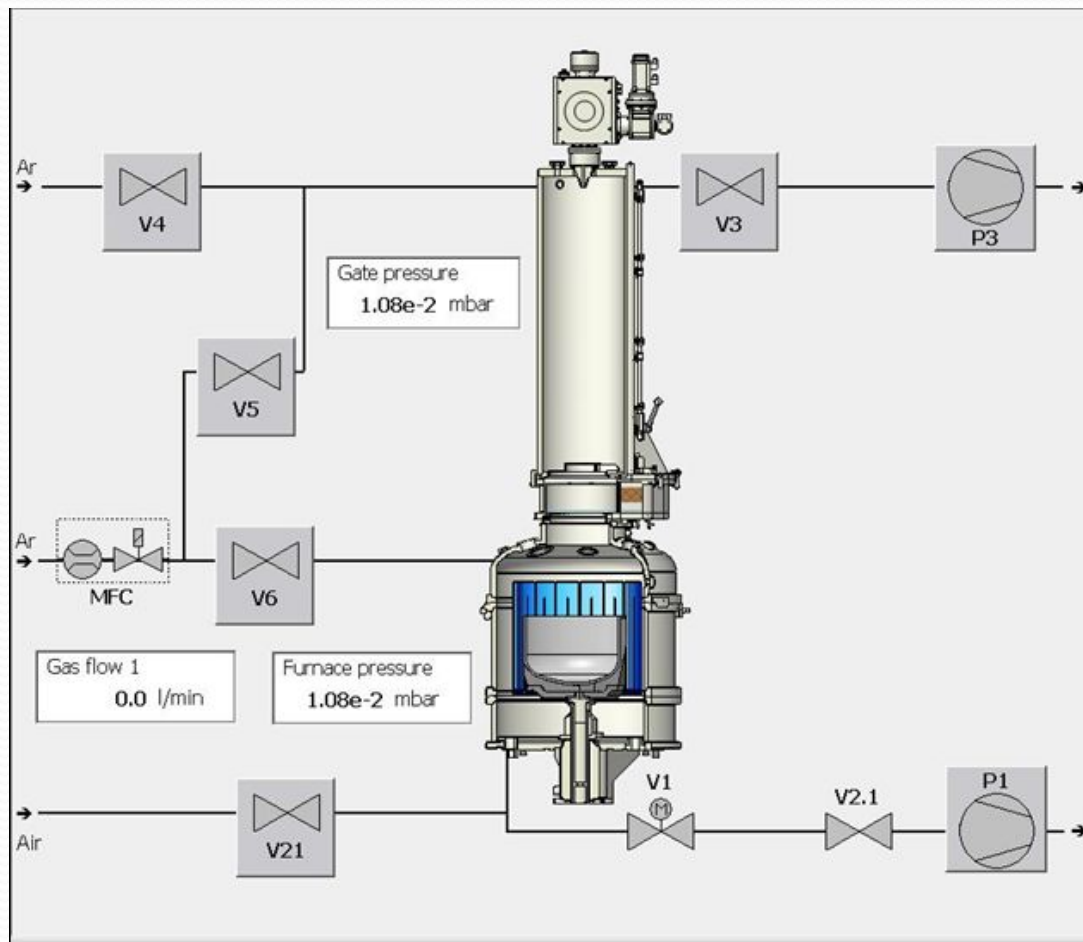
# Загрузка

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



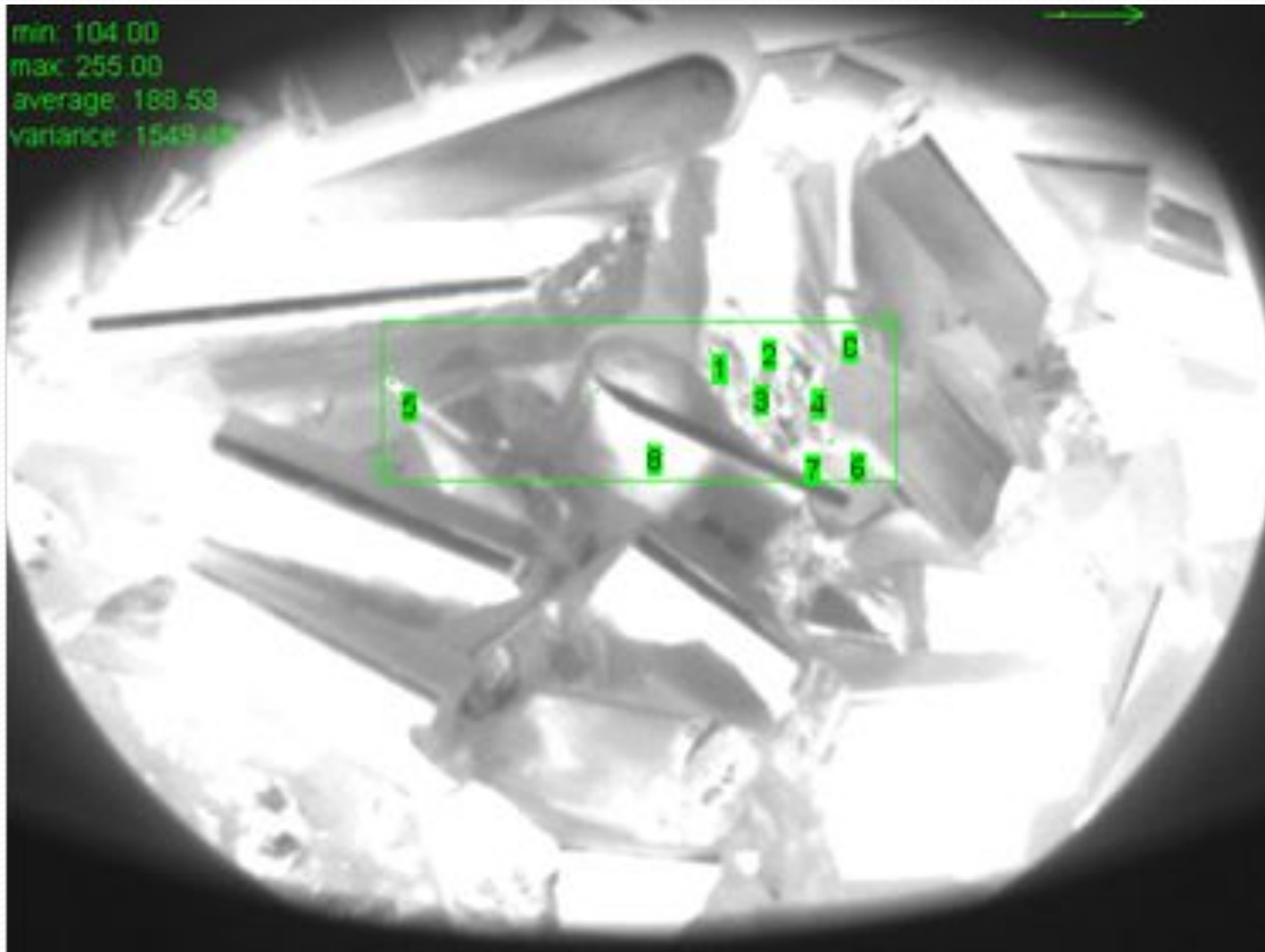
Зависимость удельного электросопротивления полупроводников от концентрации примеси

# Вакуумирование ростовой установки



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

# Плавка

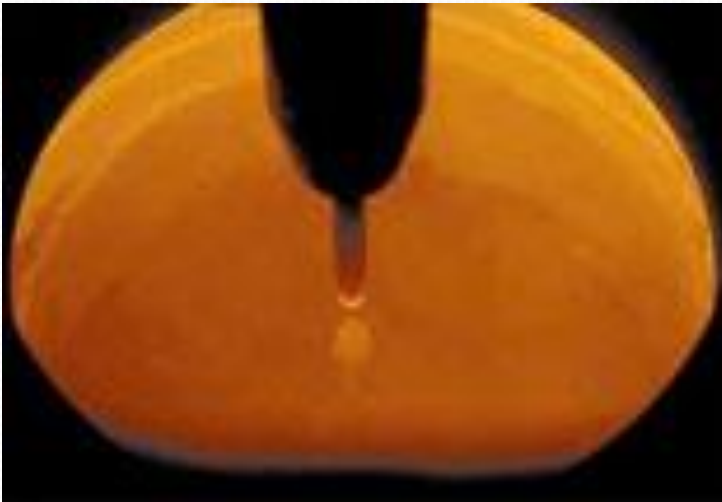


# Затравление



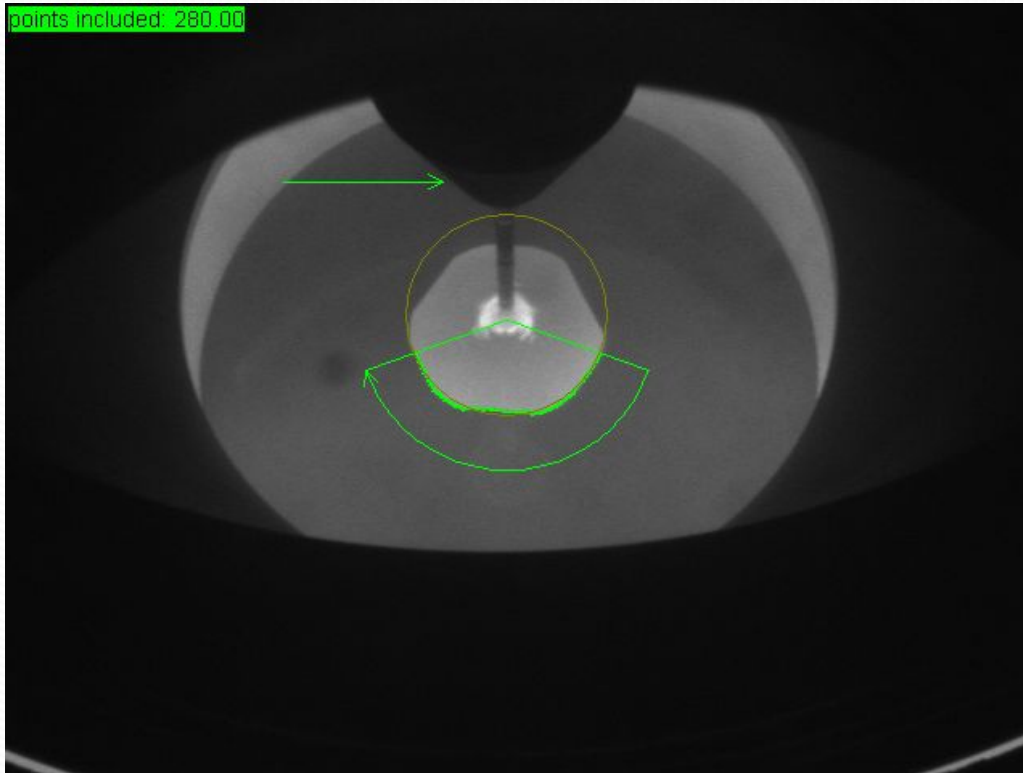
Затравление – подготовка к началу процесса выращивания, в которой затравочный кристалл приводится в контакт с расплавом.

# Выращивание шейки



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

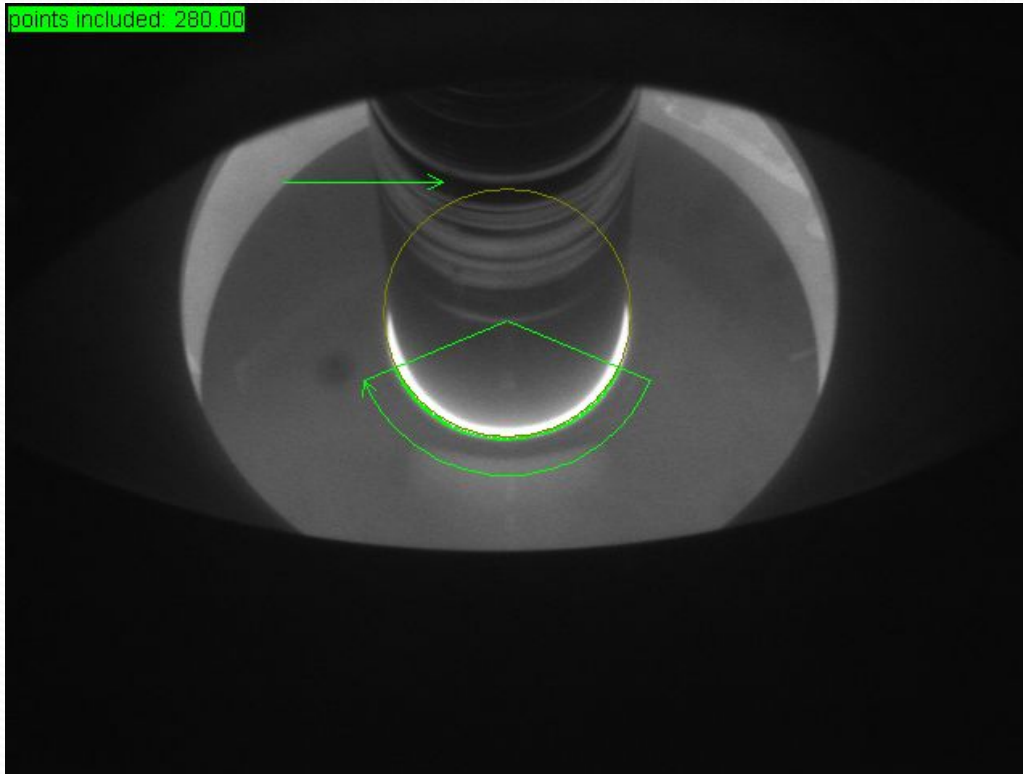
# Выход на диаметр



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  $500^{\circ}\text{C}$ ).

# Практическая часть

Выращено более 200 монокристаллов

Произведена оценка охлаждения растущего монокристалла аргоном

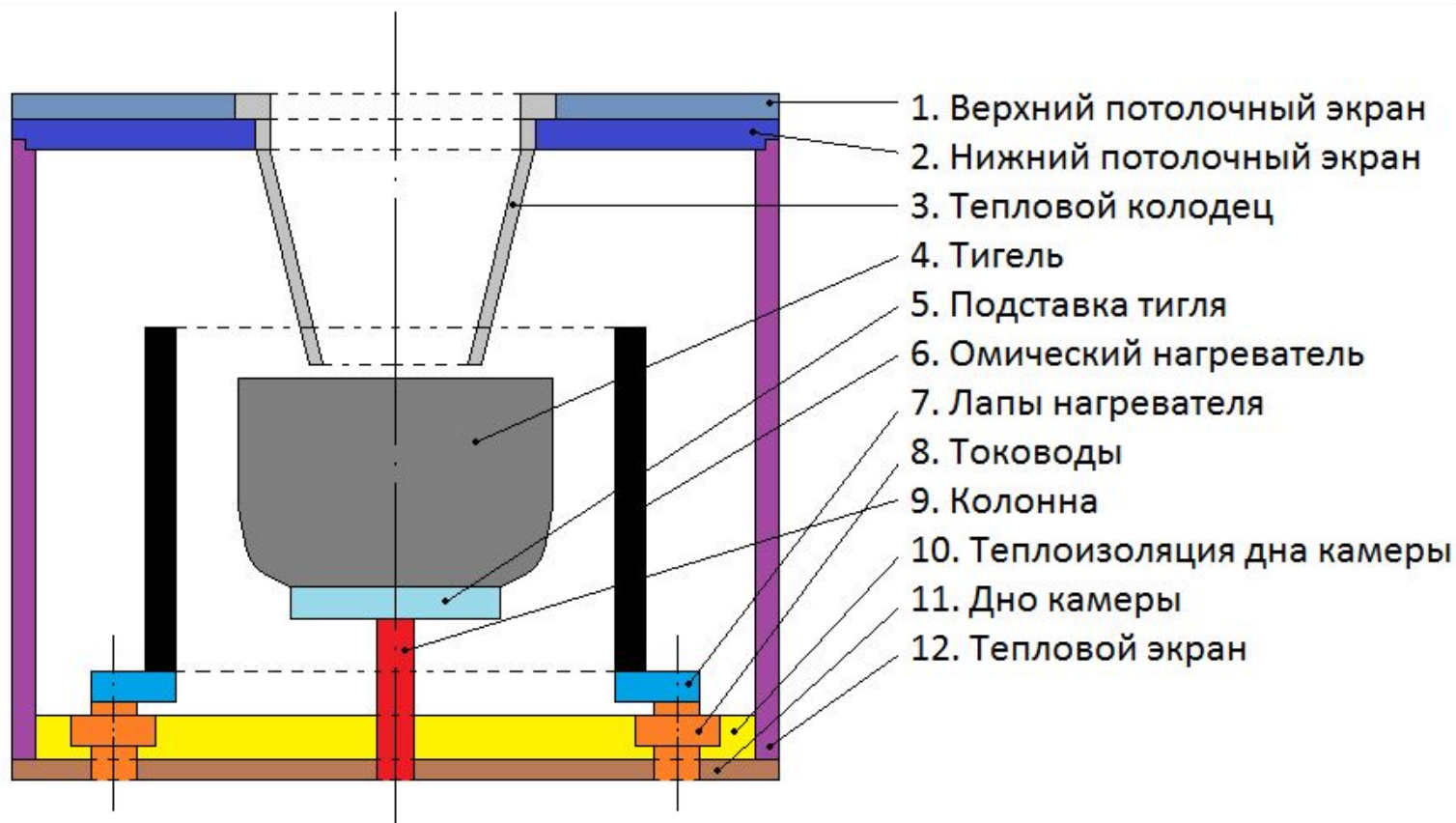
Произведена оценка негативного влияния оксидных пленок

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

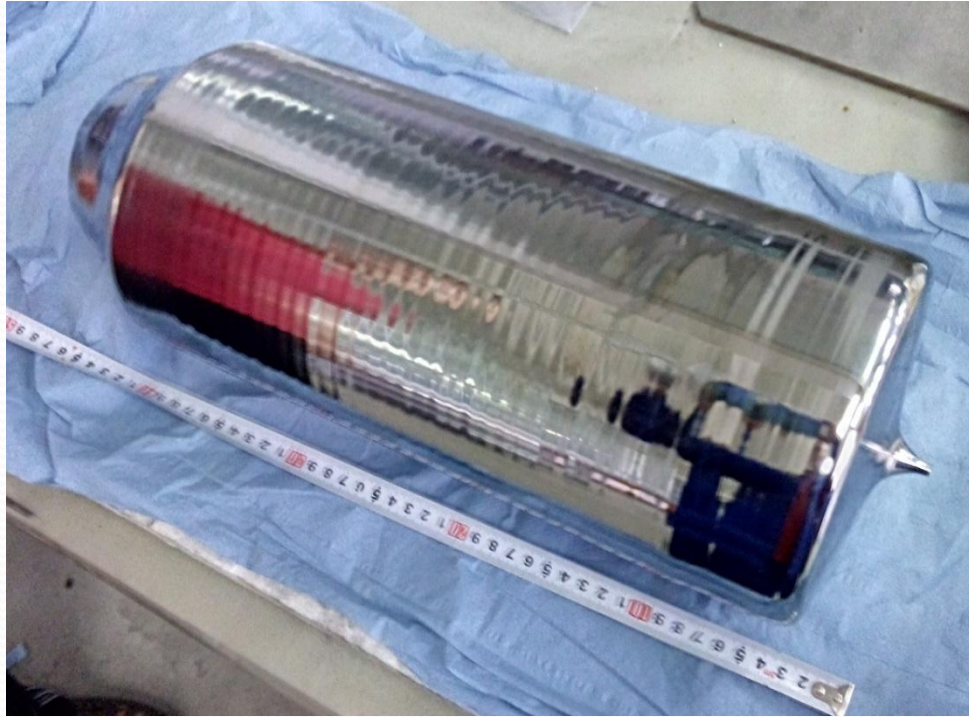
По итогам работ подана заявка на изобретение (Способ очистки поверхности расплава при выращивании монокристаллов германия /Заявка № 2017114619, приоритет 27.04.2017.

# Выращивание монокристаллов

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

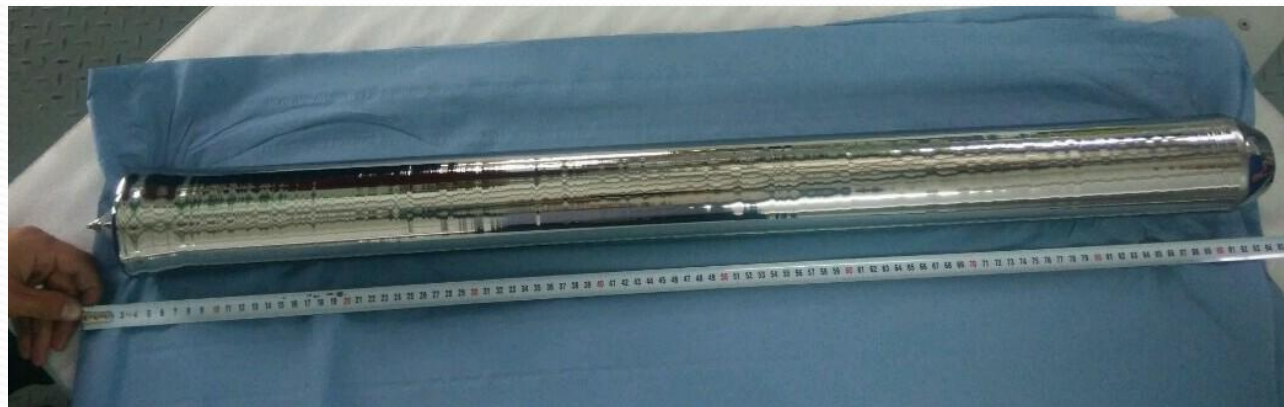


# Выращенные монокристаллы



- 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	Сечения верш	№ 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	ЧЕТНЫЕ			
7						6	3	0	3	2	8	Среднее арифметическое:		5,25	
8						7	0	0	4	1	5	Среднее квадратическое:		5,937171	
9						8	0	2	2	0	4	Дисперсия:		8,785714	
10						9	0	5	3	0	8	Стандартный разброс:		2,964071	
11						10	0	0	1	1	2	НЕЧЕТНЫЕ			
12						11	2	1	0	0	3	Среднее арифметическое:		7	
13						12	2	2	0	0	4	Среднее квадратическое:		7,632169	
14						13	3	2	1	1	7	Дисперсия:		10,57143	
15						14	1	1	3	4	9	Стандартный разброс:		3,251373	
16						15	1	3	0	1	5	Увеличение:		100 x	
17						16	3	1	0	2	6	Диаметр поля зр.:		0,1 см	
18						17	0	4	1	0	5	Площадь поля зр.:		0,008 см <sup>2</sup>	
19	Σ четн.:					42	Σ нечетн.:		56	Σ общ.:		105	Длина МУГ:		нет
20	Средняя плотность дислокаций (1/см <sup>2</sup> ):					7,87E+02					Скопления МУГ:		нет		
21	Удельное сопротивление, центр (Ом*см):					0,55					Тип проводимости:		p		
22	Удельное сопротивление - края:					0,6	0,6	0,59	0,61						
23	Удельное сопротивление, среднее (Ом*см):					0,59									
24	ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ														
25	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">                     Поворот дислокационной ямки в поле зрения                 </div>														
26															

Плотность дислокаций в кристалле диаметром 55 мм и длиной прямого конуса 110 мм – **787 см<sup>-1</sup>**



# 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!**