

Влияние нестационарных воздействий на концентрационную микронеоднородность при выращивании кристаллов методом вертикальной направленной кристаллизации

А.Н. Дормидонтов

Национальный исследовательский университет «МИЭТ»

Influences of Non-Stationary Equipment Conditions on Concentration Microinhomogeneity at the Vertical Directed Crystals Growth

A.N. Dormidontov

National Research University of Electronic Technology

Исследовано влияние нестационарных воздействий в ростовой установке на образование концентрационных микронеоднородностей примеси в кристаллах, выращенных методом вертикальной направленной кристаллизации. Рассчитана концентрационная микронеоднородность при погрешности поддержания температурного профиля в печи в пределах 0,01 – 0,5 К и неравномерном перемещении тигля с шагом от 0,1 до 100 мкм. Даны рекомендации по уменьшению концентрационной микронеоднородности в кристаллах.

Ключевые слова: выращивание полупроводниковых кристаллов; метод вертикальной направленной кристаллизации; полосы роста; численное моделирование.

The influence of the non-stationary effects in the growth equipment on formation of the concentration microinhomogeneities of impurity in crystals, grown by the method of vertical directed crystallization, has been investigated. The concentration microinhomogeneity has been numerically calculated with the furnace temperature profile control error within 0.1 to 0.5 K and with the non-stationary movement of the crucible with the step from 0.1 to 100 microns. The recommendations for reducing the concentration microinhomogeneity in crystals have been given.

Keywords: semiconductor growth, Bridgman method, VCF method, growth striation, numerical simulation.

Результаты экспериментов по выращиванию кристаллов полупроводников и полупроводниковых соединений показывают, что методы вертикальной направленной кристаллизации позволяют получать кристаллы с высоким структурным совершенством [1, 2]. Это достигается благодаря возможности задавать необходимый осевой температурный профиль вдоль тигля, который контролируется на протяжении всего процесса роста кристалла. Однако нестационарные воздействия со стороны оборудования приводят

к флуктуациям температуры и нарушают технологический процесс. Образование микроскопических неоднородностей состава кристалла, так называемых полос роста, – одно из следствий таких флуктуаций. Эти полосы нарушают однородность свойств полупроводниковых подложек, что в дальнейшем оказывает негативное влияние на качество эпитаксиальных слоев и характеристики полупроводниковых приборов.

К однородности состава кристалла предъявляются достаточно высокие требования [3]:

Материал	Неоднородность состава, $\Delta x/x$
Легированные кристаллы	$10^{-2} - 10^{-3}$
Магнитные и магнитооптические кристаллы	$10^{-4} - 10^{-5}$
Полупроводниковые кристаллы твердых растворов	
$GaAs_xP_{1-x}$, $Ga_xIn_{1-x}As$, $Ga_xIn_{1-x}Sb$, $Cd_xHg_{1-x}Te$	$10^{-4} - 10^{-5}$
Оптические кристаллы.....	$10^{-5} - 10^{-7}$

Проблема образования микроскопических концентрационных неоднородностей в виде полос роста на сегодняшний день достаточно хорошо изучена. Известно, что они образуются из-за колебаний скорости роста кристалла и сегрегации примеси между твердой и жидкой фазами [4]. К колебаниям скорости роста могут приводить различные причины. В первую очередь, это результат влияния нестационарной конвекции в расплаве и нестационарных воздействий со стороны ростового оборудования [4]. При выращивании кристаллов методом вертикальной направленной кристаллизации с затравкой внизу конвекция обычно имеет стационарный ламинарный характер. Поэтому основной причиной образования полос роста являются флуктуации температуры, вызванные погрешностями в системе регулирования технологической установки. Следует особо выделить такие нестационарные воздействия, как неравномерное перемещение тигля относительно нагревательных элементов шаговым двигателем и погрешность в поддержании требуемой температуры в печи.

Цель настоящей работы – математическое моделирование нестационарных воздействий на концентрационную микронеоднородность [5].

Математическое моделирование выполнено на примере роста кристалла арсенида галлия, легированного кремнием ($GaAs:Si$). Для моделирования процесса роста кристалла рассматривались области расплава, кристалла и тигля. В области расплава учитывалось течение жидкости под влиянием естественной конвекции и решалась система уравнений Навье–Стокса в приближении Буссинеска. В кристалле и тигле рассчитывался перенос тепла в результате решения уравнения теплопроводности. Перенос легирующей примеси рассматривался только в расплаве в результате диффузии и конвективных течений. На фронте кристаллизации ставились условия Стефана и учитывался эффект сегрегации примеси. Задача рассматривалась в двумерном осесимметричном случае. Более подробно постановка задачи, моделирование нестационарных воздействий и численная схема решения описаны в работах [5–7].

Нестационарные воздействия для каждой конкретной установки могут быть определены из ее технических характеристик. Для различных установок точность контроля температурного профиля в печи ΔT варьируется от 0,03 до 1 К [3, 8–11], а шаг перемещения тигля Δh может принимать значения от 0,1 до 100 мкм [10, 12, 13]. Однако для большинства современных установок ΔT составляет 0,1 К, а Δh – не более 1 мкм. Нестационарные воздействия, соответствующие указанным диапазонам значений, приводят к различным концентрационным микронеоднородностям в кристаллах.

Влияние неравномерного перемещения тигля. При исследовании влияния неравномерного перемещения тигля на концентрационную микронеоднородность выполнены численные расчеты, в которых шаг перемещения тигля Δh задается в диапазоне от 0,5 до 100 мкм, а средняя скорость движения тигля v_T – от 0,5 до 10 мм/ч. Полученные результаты средней концентрационной микронеоднородности δC представлены в табл.1.

Таблица 1

Рассчитанная концентрационная микронеоднородность δC в зависимости от шага перемещения тигля Δh и скорости его движения v_T

Скорость перемещения тигля v_T , мм/ч	Шаг перемещения тигля Δh , мкм				
	0,5	1,0	10	50	100
0,5	$2 \cdot 10^{-8}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$
1	0	$3 \cdot 10^{-8}$	$9 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$
2	0	0	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$
5	0	0	$2 \cdot 10^{-6}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$
10	0	0	0	$8 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-4}$

Значение δC вычисляется по формуле

$$\delta C = \frac{1}{M} \sum_{n=1}^M (C_{\max}^n - C_{\min}^n) / C^n,$$

где C_{\max}^n , C_{\min}^n , C^n – максимальное, минимальное и среднее значение концентрации в пределах одной полосы вдоль оси роста в n -м узле сетки по радиусу; M – количество узлов равномерной сетки по радиусу внутри области кристалл – расплав.

Таким образом, чем больше шаг и меньше скорость перемещения тигля, тем выше значение δC . В выполненных расчетах δC имеет максимальное значение $2 \cdot 10^{-2}$ при $v_T = 0,5$ мм/ч и $\Delta h = 100$ мкм. С увеличением скорости или уменьшением шага перемещения тигля микронеоднородность уменьшается.

Для современных установок шаг перемещения тигля Δh обычно составляет не более 1 мкм. При этом максимальное значение концентрационной микронеоднородности равно $3 \cdot 10^{-7}$, что удовлетворяет требованиям для рассматриваемых кристаллов. Следовательно, в таких установках нестационарные воздействия, вызываемые неравномерным перемещением тигля шаговым двигателем, не оказывают влияния на качество кристаллов, а именно на величину микроскопической неоднородности.

Из полученных результатов также следует, что δC уменьшается при увеличении скорости роста. Поэтому для уменьшения концентрационной микронеоднородности в кристалле можно увеличить скорость его роста. Это можно сделать в тех установках, в которых перемещение тигля происходит с достаточно большим шагом, например 50 или 100 мкм.

Влияние температурных флуктуаций. Моделирование температурных флуктуаций на нагревательных элементах выполнялось путем добавления к невозмущенному температурному профилю на боковой границе области дополнительных синусоидальных колебаний. При этом концентрационная микронеоднородность δC рассчитывалась для ряда модельных задач, в которых амплитуда колебаний ΔT задавалась в диапазоне 0,01 – 0,5 К, а период колебаний τ – в пределах от 5 до 3000 с. В каждой отдельной задаче амплитуда и период колебаний полагались постоянными на протяжении всего расчета. Вычисленные

значения концентрационной микронеоднородности δC в зависимости от амплитуды и периода колебаний при средней скорости роста кристалла v_p , равной 10 и 5 мм/ч, приведены в табл.2 (максимальные значения δC выделены жирным шрифтом).

Из полученных результатов следует, что значение δC увеличивается при увеличении амплитуды колебаний ΔT . Поэтому для уменьшения микронеоднородности в кристаллах очевидным решением является повышение точности контролирования температуры. По максимальным значениям δC при фиксированной амплитуде ΔT можно формулировать требования к точности контролирования температуры в ростовых установках для получения требуемой микронеоднородности в кристаллах. Например, для получения неоднородности порядка $10^{-3} - 10^{-2}$, которая требуется в легированных кристаллах, точность контролирования температуры может быть 0,25 К. В этом случае максимально возможная концентрационная микронеоднородность будет в допустимых пределах.

Таблица 2

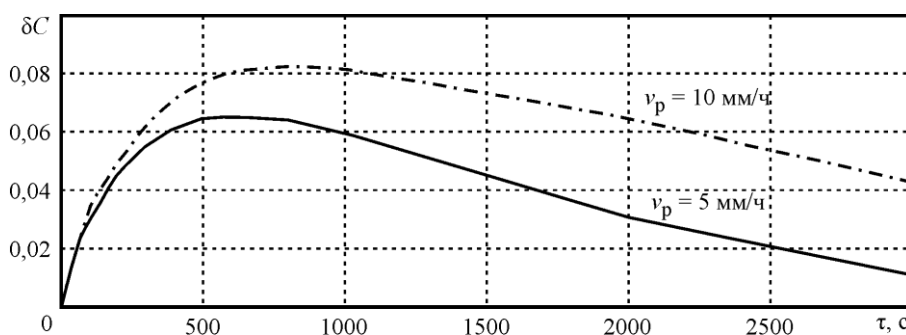
Рассчитанная концентрационная микронеоднородность δC при колебаниях температуры

Период колебаний τ , с	Амплитуда колебаний ΔT , К					
	0,01	0,025	0,05	0,1	0,25	0,5
$v_p = 10$ мм/ч						
5	$8 \cdot 10^{-7}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
25	$4 \cdot 10^{-6}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
50	$3 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$
75	$1 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$
100	$1 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$
200	0	$1 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$
300	0	0	$2 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
400	0	0	$1 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
500	0	0	$9 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
1000	0	0	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
2000	0	0	0	0	$7 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$
3000	0	0	0	0	$3 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-2}$
$v_p = 5$ мм/ч						
5	$3 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$
25	$2 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$
50	$5 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$
75	$1 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$
100	$2 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$
200	$4 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$
300	0	$1 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
400	0	$9 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$7 \cdot 10^{-2}$
500	0	$7 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$	$8 \cdot 10^{-2}$
1000	0	$3 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$9 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$8 \cdot 10^{-2}$
2000	0	0	$1 \cdot 10^{-4}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$
3000	0	0	0	0	$1 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$

В отличие от шага перемещения тигля точность контролирования температуры оказывается более критическим технологическим параметром. Для современных установок она обычно составляет 0,1 К. Из полученных результатов следует, что при такой точности концентрационная микронеоднородность может достигать значений порядка 10^{-2} (см. табл.2). Это значение является предельно допустимым для легированных кристаллов и недопустимым для магнитных, оптических или сложных многокомпонентных полупроводниковых кристаллов, для которых значение δC должно находиться в пределах $10^{-4} - 10^{-7}$. Как показывают расчеты, чтобы гарантированно получать такую неоднородность, точность контролирования температуры должна быть не менее 0,01 К. На сегодняшний день установок с такой точностью регулирования температуры нет. При этом кристаллы, удовлетворяющие таким требованиям, удается получать [3]. Приведенные в настоящей работе требования сформулированы по максимальному значению δC при фиксированной амплитуде ΔT . Однако помимо амплитуды колебаний концентрационная микроскопическая неоднородность зависит и от периода колебаний.

С увеличением периода колебаний при фиксированной амплитуде δC сначала возрастает, достигая своего максимума, а затем уменьшается (см. табл.2). Такая зависимость позволяет предложить другой способ достижения в кристаллах требуемой концентрационной микронеоднородности. При определенном значении периода температурных колебаний возникает наиболее негативный эффект (рисунок). В этом случае в кристалле формируются полосы роста с максимальной концентрационной микронеоднородностью. Например, если амплитуда $\Delta T = 0,5$ К, то при $v_p = 10$ мм/ч максимальная микронеоднородность возникает при $\tau = 600$ с, а при $v_p = 5$ мм/ч – при $\tau = 800$ с.

Таким образом, для уменьшения микроскопической неоднородности необходимо по возможности так выполнять регулирование температуры в печи, чтобы в спектре температурных флуктуаций не возникали наиболее негативные гармоники (см.табл.2).



Зависимость микроскопической неоднородности в кристалле от периода колебаний температуры на боковых граничных условиях при амплитуде колебаний $\Delta T = 0,5$ К

В результате математического моделирования нестационарных воздействий в оборудовании при выращивании кристалла арсенида галлия, легированного кремнием, методом вертикально направленной кристаллизации рассчитана количественная связь между конкретными значениями погрешностей измерения технологических параметров на данном оборудовании и величиной концентрационной микронеоднородности.

Полученные результаты позволяют оценить влияние неравномерного перемещения тигля и погрешности контролирования температуры в печи на качество кристаллов, а также сформулировать рекомендации по уменьшению концентрационной микронеоднородности в них.

Литература

1. *Birkmann B., Rasp M., Stenzenberger J., Muller G.* Growth of 3" and 4" gallium arsenide crystals by the vertical gradient freeze (VGF) method // J. of Crystal Growth. – 2000. – Vol. 211. – Is. 1–4. – P. 157–162.
2. *Марков А.В.* Выращивание монокристаллов арсенида галлия с высоким структурным совершенством методом вертикально направленной кристаллизации // Изв. вузов. Материалы электронной техники. – 2006. – № 6. – С. 16–19.
3. *Hans J. Scheel.* Theoretical and technological solution of the striation problem// Journal of Crystal Growth. – 2006. – Vol. 287. – Is. 2. – P. 214–223.
4. *Мюллер Г.* Выращивание кристаллов из расплава. Конвекция и неоднородности: пер. с англ. – М.: Мир, 1991. – 143 с.
5. *Гончаров В.А., Дормидонтов А.Н.* Численное моделирование влияния нестационарных условий на образование концентрационных полос роста при выращивании кристаллов методом Бриджмена / Изв. вузов. Электроника. – 2013. – №6 (104). – С. 3–9.
6. *Гончаров В.А., Марков Е.В.* Численная схема моделирования задач термоконвекции // Ж. вычисл. матем. и матем. физ. – 1999. – Т. 39. – № 1. – С. 87.
7. *Гончаров В.А.* Об одном методе решения двухфазной задачи Стефана с неплоской границей // Ж. вычисл. матем. и матем. физ. – 2000. – Т.40. – № 11. – С. 1706–1715.
8. *Potard C., Dusserfle P., Duffar T.* Impurity striations during Bridgman growth of InSb // Cryst. Res. Technol. – 1997. – Vol. 32. – Is. 7. – P. 925–929.
9. *Филиппов М., Бабушкин Ю.В., Грибенюков А.И., Гинсар В.Е.* Система управления многозонной термической установкой для выращивания кристаллов по методу Бриджмена // Изв. Томского политехнического университета. – 2010. – Т 316. – № 5. – С. 146–151.
10. *Avetisov I.Kh., Zharikov E.V., Zinovev A.Yu., Melkov A.Yu.* A computer-based facility for investigating the melt hydrodynamics during Bridgman crystal growth at low-frequency vibrations in a melt // Instruments and Experimental Techniques. – 2004. – Vol. 47. – Is. 4. – P. 554–561.
11. *Гоник М.М., Боевкин В.И.* Повышение точности управления температурным режимом в установках выращивания кристаллов // Управление большими системами: сб. тр. – 2010. – № 28. – С. 211–229.
12. Официальный сайт компании ОАО НИИ Изотерм. – URL: <http://nii-izoterm.ru/> (дата обращения: 01.08.2013).
13. Официальный сайт ФГУП «ЦЭНКИ». – URL: <http://www.tsenki.com/> (дата обращения: 06.03.2014).

Статья поступила
27 октября 2014 г.

Дормидонтов Алексей Николаевич – аспирант кафедры высшей математики МИЭТ. *Область научных интересов:* численные методы, математическое моделирование роста кристаллов, программирование. **E-mail: dormik-87@mail.ru**