

06:07

## Морфология, структурные и электрофизические свойства монокристаллов бестигельного Si(111)

© К.Б. Фрицлер, Е.М. Труханов, В.В. Калинин

Институт физики полупроводников СО РАН им. Ржанова, Новосибирск  
E-mail: kbf@isp.nsc.ru

Поступило в Редакцию 19 февраля 2015 г.

Представлены результаты исследования структурного состояния поверхности и распределения электрофизических параметров по длине монокристаллов кремния, выращенных в направлении [111] методом бестигельной зонной плавки. Определены геометрические параметры морфологических признаков гранной формы тетрагонтриоктаэдра. Показано, что наросты, как и реберные выступы, являются морфологическим элементом поверхности слитка, характеризующим формы роста ромбического додекаэдра и тетрагонтриоктаэдра. Установлено, что в области наростов увеличивается неоднородность распределения времени жизни неравновесных носителей заряда, что обусловлено нестабильностью скорости кристаллизации.

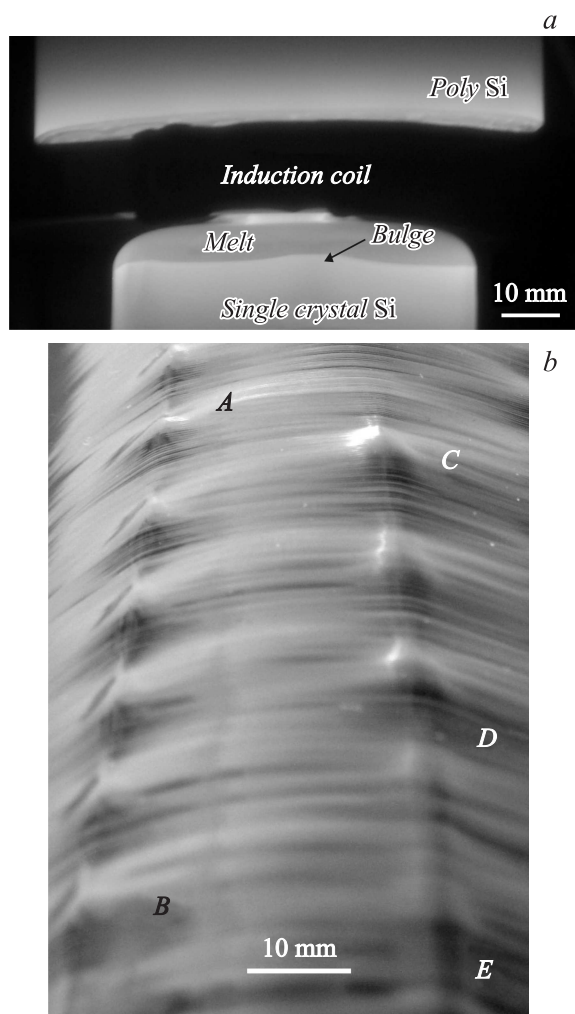
Метод бестигельной зонной плавки (БЗП) позволяет получать монокристаллы кремния высокого структурного качества: отсутствуют дислокации и понижено содержание таких нежелательных примесей, как кислород и углерод (менее  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ ). Существенное влияние на структурные и электрофизические параметры монокристаллов кремния оказывают процессы, происходящие на границе перехода твердая–жидкая фазы. Поля температур и термических напряжений, распределение концентраций примесей в растущем кристалле, а также гидродинамические характеристики потоков в расплаве крайне неоднородны и нестабильны во времени. Поэтому механизмы формирования морфологии слитков кремния, выращенных в таких сложных условиях, остаются не вполне понятными и являются предметом теоретических и экспериментальных исследований [1–3]. Нестабильность процесса кристаллизации приводит, в частности, к увеличению неоднородности распределения электрофизических параметров. Это, в свою очередь,

отрицательно сказывается на рабочих характеристиках приборов и структур, изготовленных на основе БЗП кремния.

Ранее нами было установлено [4], что при выращивании бездислокационных монокристаллов Si методом БЗП в кристаллографическом направлении [111] морфология поверхности слитков большого диаметра ( $D > D_t$ ) и малого диаметра ( $D < D_t$ ) различна. Диаметр  $D_t$  перехода (transition) от гранной формы октаэдра к форме ромбододекаэдра зависит от типа индуктора (у асимметричных индукторов он больше). Для объяснения природы данного явления была использована кристаллохимическая модель [5,6], учитывающая предварительную ассоциацию атомов в расплаве. Согласно [4], при росте слитков малого диаметра наблюдается только гранная форма роста октаэдра, однако в случае большого диаметра дополнительно реализуется форма ромбододекаэдра. Основными морфологическими элементами поверхности слитка, характеризующими различные формы роста, являются реберные выступы и полосы наклонных граней. Наблюдаются также наросты (в зарубежной литературе используется термин „bulges“ [3]), которые в литературе не связываются с формами роста. В предлагаемой статье показано, что они являются результатом реализации гранных форм ромбододекаэдра и тетрагонтриоктаэдра. Установлено, что проявление этих форм влияет на время жизни  $\tau$  неравновесных носителей заряда (ННЗ).

Исследование выполнено на монокристаллах Si(111), полученных методом БЗП, диаметром до 125 mm, значение  $D_t$  изменялось в пределах 40–80 mm. Величина  $\tau$  измерялась бесконтактным СВЧ-методом. Для возбуждения носителей заряда в слитке кремния использовался лазерный диод с длиной волны  $\lambda = 1.06 \mu\text{m}$ . Удельное электрическое сопротивление определялось четырехзондовым методом.

Исследования показали, что при диаметре монокристалла  $D > D_t$  в дополнение к реберным выступам формы роста ромбододекаэдра возникают также выступы гранной формы тетрагонтриоктаэдра. Это соответствует данным [5], согласно которым кристаллизация в рамках указанных форм роста происходит при близких значениях величины переохлаждения расплава. Реберные выступы обеих форм роста имеют одинаковые размеры и морфологические особенности, но отличаются своим местоположением на боковой поверхности слитка: разнесены на азимутальный угол  $\varphi \approx 30^\circ$ . Выступы тетрагонтриоктаэдра расположены вдоль линий пересечения поверхности кристалла с плоскостями  $\{112\}$ , проведенными через ось слитка. В области реберных выступов



**Рис. 1.** Наблюдение наростов в условиях *in situ* (a) и *ex situ* (b) регистрации; a — искривление фронта кристаллизации в области образования нароста (указано стрелкой); b — наросты гранных форм тетрагонтриоктаэдра (вдоль AB) и ромбододекаэдра (вдоль CE).

указанных форм возможно локальное возрастание тангенциальной и аксиальной скоростей роста, которое приводит к увеличению диаметра слитка и искривлению фронта кристаллизации (рис. 1, *a*). В результате на поверхности слитка возникают наросты (рис. 1, *b*), причем это происходит в условиях, когда контролируемые оператором параметры роста (скорости движения поликремния и монокремния, мощность генератора и др.) не меняются. На рис. 1, *b* вдоль отрезка *AB* показаны наросты гранной формы тетрагонтриоктаэдра, а вдоль *CD* — ромбододекаэдра, которые возникли на поверхности слитка диаметром 105 мм. Вдоль образующей цилиндра *CE* возникли как наросты, так и реберные выступы (последние наиболее выражены на участке *DE*). Высота и ширина наростов достигают соответственно 20 и 15 мм. Данные морфологические элементы наблюдаются только при бездислокационном росте кристалла и не изменяют свою форму при воздействии вибрации.

На монокристаллах с наростами имеет место существенная неравномерность распределения параметра  $\tau$ . Квазипериод осциллирующих изменений времени жизни ННЗ (рис. 2, *a*) коррелирует с периодом образования наростов и составляет  $\sim 30\text{--}50$  мм. Осцилляции наблюдаются только в кристаллах с высоким средним временем жизни носителей заряда (более 2 мс), а их амплитуда может достигать 6 мс. На данном рисунке показаны 2 отчетливо выраженных ( $z_1 = 35$  и  $z_2 = 90$ ), а также 3 слабо выраженных ( $z_3 = 140$ ,  $z_4 = 160$  и  $z_5 = 225$ ) минимума  $\tau$ . Каждый минимум соответствует вершине нароста и максимуму скорости кристаллизации. Значение  $z = 0$  принято для области перехода конической части слитка в цилиндрическую.

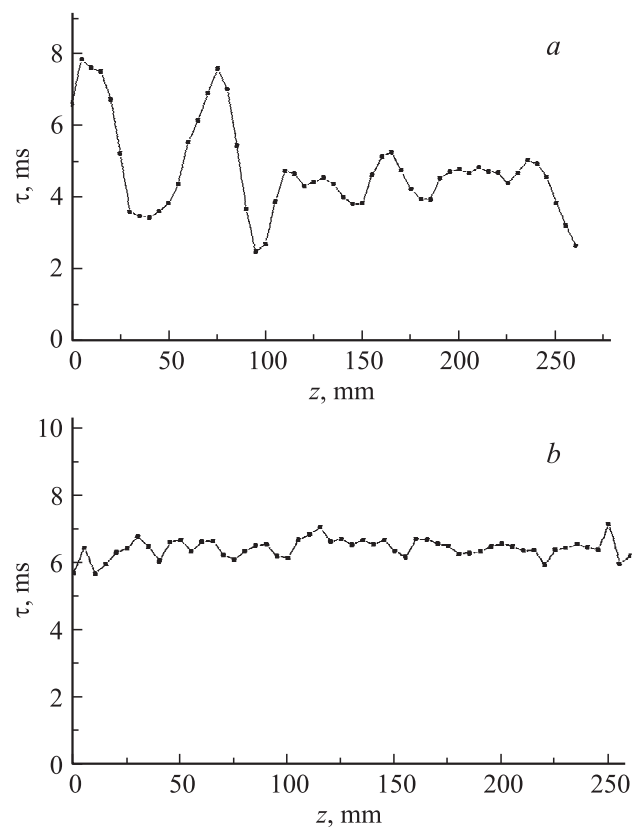
Механизм влияния изменений скорости роста  $V$  на параметр  $\tau$  описывается следующими зависимостями. Согласно [7], эффективный коэффициент распределения примеси определяется выражением

$$k = \frac{k}{k_0 + (1 - k_0) \exp(-V\delta/D)},$$

где  $k_0$  — равновесный коэффициент распределения,  $D$  — коэффициент диффузии примеси в расплаве,  $\delta$  — толщина диффузионного слоя. С увеличением  $V$  возрастает коэффициент  $k$  и соответственно концентрация центров рекомбинации  $N_R$ , определяющих время жизни ННЗ. Согласно теории Шокли–Рида–Холла [8,9], в простейшем случае имеет место

$$\tau = 1/\sigma v_{th} N_R,$$

где  $\sigma$  — сечение захвата и  $v_{th}$  — тепловая скорость носителей заряда.



**Рис. 2.** Зависимости  $\tau$  и  $h$  от аксиальной координаты слитка  $z$ :  $a$  и  $b$  — зависимости  $\tau(z)$  для кристалла, диаметр которого ( $D$ ) был уменьшен в результате шлифовки ( $a$  —  $D = 84$  mm (исходный слиток),  $b$  —  $D = 65$  mm);  $c$  — нормированные зависимости  $\tau(z)$  и  $h(z)$  для конической части кристалла ( $D < 70$  mm).

Поэтому колебания  $V$  сопровождаются осцилляциями  $\tau$ . Согласно [8,9], центрами рекомбинации неравновесных носителей заряда являются примеси, создающие глубокие энергетические уровни в запрещенной зоне кристалла. Это согласуется с результатами наших исследований, показавших, что осцилляции  $\tau$  не сопровождаются изменениями удельного сопротивления  $\rho$ . Важно указать, что изменения

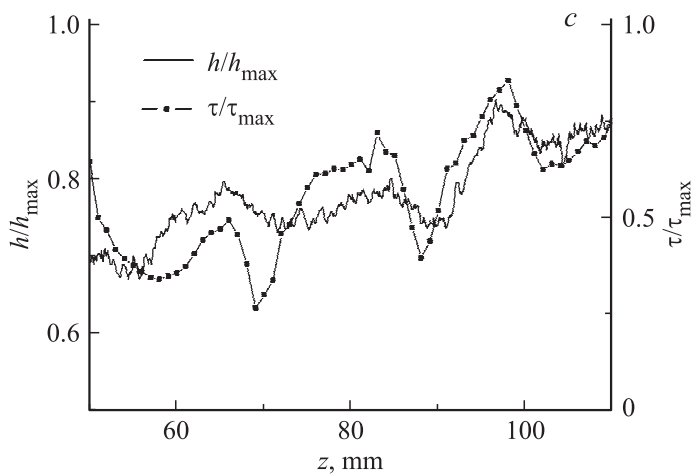


Рис. 2 (продолжение).

скорости  $V$  и концентрации  $N_R$  имеют место только в приповерхностной части слитка вблизи наростов. На рис. 2, *b* продемонстрировано, что при сошлифовывании слоя толщиной  $\sim 10$  mm осцилляции  $\tau$  исчезают.

Рост в условиях формы октаэдра имеет сравнительно стабильный характер и не сопровождается образованием наростов. Для установления влияния скорости роста слитка на  $\tau$  нами был выращен ряд монокристаллов, на которых при  $D < D_t$  контролируемо изменялась  $V$  при помощи технологического параметра  $h$  — расстояния от индуктора до фронта кристаллизации. Отметим, что изменение происходило однородно по всему фронту кристаллизации. Для слитка, максимальный диаметр которого составлял 70 mm, на рис. 2, *c* представлены зависимости  $h/h_{\max}$  и  $\tau/\tau_{\max}$  (кривые 1 и 2 соответственно) от вертикальной координаты  $z$ , являющейся расстоянием между фронтом кристаллизации и затравкой. Для кривых 1 и 2 имеет место синфазное распределение максимумов и минимумов, что демонстрирует общую природу осцилляций  $\tau$ , показанных на рис. 2, *a* и *c*. Значения  $h_{\max}$  и  $\tau_{\max} = 7$  ms были зарегистрированы на цилиндрической части слитка.

Таким образом, показано, что рост бездислокационных монокристаллов Si(111) большого диаметра ( $D > D_t$ ), полученных методом БЗП, осуществляется в рамках двух гранных форм — ромбического

додекаэдра и тетрагонтриоктаэдра. Реберные выступы данных форм имеют близкие размеры, но отличаются своим местоположением на боковой поверхности слитка. Впервые установлено, что морфологическими признаками данных форм являются не только реберные выступы, но и наросты. Их возникновение свидетельствует о нестабильном характере процесса кристаллизации и сопровождается осцилляциями времени жизни неравновесных носителей заряда по длине кристалла. Амплитуда колебаний  $\tau$  достигает 6 ms, а периодичность обычно составляет 30–50 nm и определяется распределением наростов. Установление морфологических признаков гранной формы тетрагонтриоктаэдра способствует развитию метода in-situ контроля генерации дислокаций, впервые предложенному в [4].

## Список литературы

- [1] *Duffar T.* (ed.). *Crystal Growth Processes Based on Capillarity: Czochralski, Floating Zone, Shaping and Crucible Techniques.* John Wiley & Sons, 2010. 566 p.
- [2] *Barinova G., Sabanskis A., Muiznieks A.* // *J. Crystal Growth.* 2014. V. 391. P. 13–17.
- [3] *Barinova G., Sabanskis A., Muiznieks A.* // *J. Crystal Growth* 2014. V. 401. P. 137–140.
- [4] *Фрицлер К.Б., Труханов Е.М., Калинин В.В.* и др. // *Письма в ЖТФ.* 2007. Т. 33. В. 12. С. 55–60.
- [5] *Строитель С. А., Камарали В.В., Муравицкий С.А.* // *Процессы роста и синтеза полупроводниковых кристаллов и пленок.* Новосибирск: Наука, 1975. С. 42–44.
- [6] *Губенко А.Я.* // *Кристаллография.* 2001. Т. 46. № 1. С. 88.
- [7] *Burton J.A., Prim R.C., Schlichter W.P.* // *J. Chem. Phys.* 1953. V. 21. N 11. P. 1987–1991.
- [8] *Shockley W., Read W.T.* // *Phys. Rev.* 1952. V. 87. P. 835–842.
- [9] *Hall R.N.* // *Phys. Rev.* 1952. V. 87. P. 387.