

05.3;12

## **In situ контроль структуры кристаллов бестигельного Si (111) на основе поведения реберных выступов**

© К.Б. Фрицлер, Е.М. Труханов, В.В. Калинин,  
П.Л. Смирнов, А.В. Колесников, А.П. Василенко

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

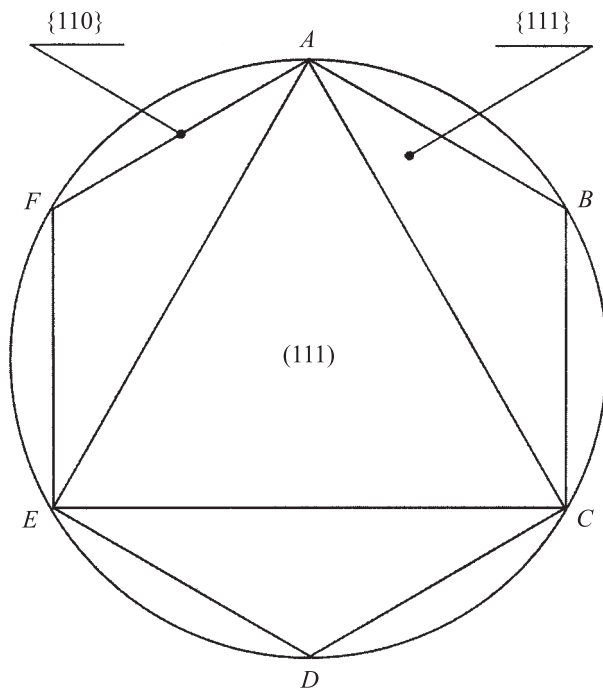
*В окончательной редакции 6 января 2007 г.*

Представлены результаты исследования морфологии боковой поверхности слитков монокристаллического кремния диаметром до 125 mm, выращенных в направлении [111] методом бестигельной зонной плавки на установках FZ-20 (фирма Haldor Topse) в ИФП СО РАН. Впервые описаны геометрические характеристики и морфологические особенности наиболее часто встречающихся на боковой поверхности слитка реберных выступов. Это позволило из множества наблюдающихся выступов выделить относящиеся к гранным формам роста октаэдра и ромбододекаэдра. Для симметричного и асимметричного индукторов установлены диаметры слитков, при превышении которых в бездислокационных кристаллах возникают выступы ромбододекаэдра. Их присутствие предлагается использовать для *in situ* контроля структурного состояния кристалла.

PACS: 81.10.Aj, 81.10.Fq

До настоящего времени единственным способом *in situ* контроля структурного состояния монокристаллов кремния, выращенных методом бестигельной зонной плавки (БЗП), является регистрация формы боковой поверхности слитка. Основными морфологическими элементами данной поверхности являются реберные выступы (РВ) [1–5]. Они образуются у кристаллов, выращенных в неравновесных условиях, и являются аналогами ребер и вершин, возникающих в равновесных условиях. Распределение РВ на боковой поверхности слитка определяется, в первую очередь, направлением роста [3]. Влияние структурного состояния растущего кристалла на поведение РВ рассмотрено в [1–7].

С.А. Строителевым указано [4,5], что при выращивании БЗП Si [111] возможно формирование не только РВ октаэдра (РВО), широко исследованное в мировой литературе [1–3], но и возникновение РВ



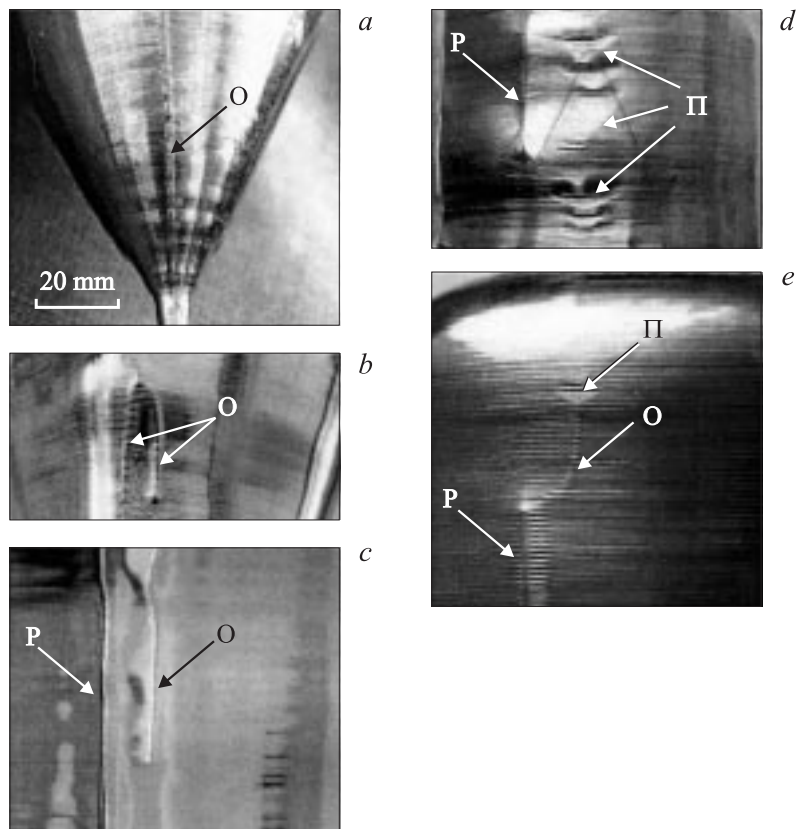
**Рис. 1.** Схема расположения на поперечном сечении слитка монокристалла Si(111) реберных выступов граничных форм октаэдра и ромбического додекаэдра.

ромбододекаэдра (РВР). В первом случае на поверхности кристалла формируются РВ, расположенные в окрестностях точек  $A$ ,  $C$  и  $E$ , а во втором вблизи точек  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $D$ ,  $E$ ,  $F$  (рис. 1). Через  $\{110\}$  обозначена одна из шести кристаллографических плоскостей данного типа, которые параллельны оси слитка и формируют РВР, а через  $\{111\}$  — одна из трех наклонных плоскостей, формирующих РВО. Таким образом, в области точек  $A$ ,  $C$ ,  $E$  возможно образование как РВО, так и РВР. На выращенных нами слитках число РВ обычно колеблется от 3 до 10. Наблюдается образование в области одной из точек  $A$ ,  $C$  или  $E$  двух и даже трех РВ. Для идентификации граничных форм роста октаэдра и ромбического додекаэдра необходимо описание морфологических особенностей РВ указанных типов и анализ их поведения в зависимости от условий выращивания. В литературе такие данные отсутствуют.

Исследование выполнено на слитках БЗП Si диаметром до 125 mm, выращенных в направлении [111] методом бестигельной зонной плавки на установках FZ-20 (фирма Haldor Topse) в ИФП СО РАН. Использовались симметричные и асимметричные индукторы. Из множества наблюдающихся РВ были выделены два подмножества, элементы которых имеют близкую геометрию и морфологическую структуру. Элементы первого подмножества были отнесены к РВО, так как возникают только в области точек *A*, *C* и *E*, а элементы второго — к РВР, поскольку приблизительно равновероятно возникают как вблизи *A*, *C* и *E*, так и вблизи точек *B*, *D* и *F* (рис. 1).

Три РВО, расположенные через  $120^\circ$ , всегда присутствуют на начальном участке конусной части бездислокационных монокристаллов (рис. 2, *a*), а РВР появляются, когда диаметр слитка достигает величины  $D_C = 45$  mm в случае симметричных индукторов или  $D_A = 80$  mm в случае асимметричных. Выступы РВО и РВР заметно отличаются по своим размерам. Высота первых не превышает 1 mm, а высота РВР составляет от 2 до 3.5 mm. Важнейшие из особенностей РВО и РВР представлены на рис. 2, *a–e*, демонстрирующих коническую часть слитка (*a*), внизу которой расположен участок перетяжки, а также цилиндрические части слитка (*b–e*). Вверху рис. 2, *e* изображен завершающий участок слитка. На данных рисунках представлены фотоснимки фрагментов боковых поверхностей различных слитков диаметром около 100 mm. Выступы РВО и РВР обозначены буквами *O* и *P* соответственно.

На исследованных слитках РВО располагаются с точностью до нескольких градусов в вершинах треугольника *A*, *C* и *E*, а выступы РВР могут быть сдвинуты от вершин шестиугольника (рис. 1) на углы до 15 градусов. В отличие от РВР, выступам РВО свойственно разбиваться на сравнительно мелкие участки (единицы–десятки mm), которые расположены вдоль общей образующей цилиндра и нередко искривляются. Кроме того, возможно двоение РВО, не наблюдающееся у РВР. При двоении один из РВО является протяженным (левый выступ рис. 2, *b*), а длина второго обычно составляет несколько миллиметров. На примере правого выступа на рис. 2, *b* демонстрируется редкий случай, когда длина „короткого“ участка достигает 20 mm. На рис. 2, *c* представлен распространенный случай одновременного присутствия РВО и РВР. Положение выступа *O* с точностью до нескольких градусов соответствует угловой координате одной из точек *A*, *C* или *E* (рис. 1), а положение *P* сдвинуто приблизительно на  $13^\circ$ . При выращивании



**Рис. 2.** Реберные выступы гранной формы октаэдра (O) и ромбического додекаэдра (P), возникающие на этапах роста монокристалла кремния от разращивания слитка (a) до завершающего участка (e).

участка слитка, представленного на рис. 2, d, имели место механические вибрации, возникшие от независимого внешнего источника. Их воздействие привело к интенсивному долговременному перемешиванию расплава, что никак не повлияло на морфологию РВР (см. выступ P), но вызвало трансформацию РВО в полосу наклонных граней (участки полосы обозначены П). Неодинаковое воздействие вибраций на форму РВО и РВР является важным фактором, свидетельствующим о различной природе этих выступов.

Во время роста слитки PBO и PBP могут взаимно переходить друг в друга. При этом образующие цилиндрической поверхности, соответствующие положениям реберных выступов различного типа, могут как совпадать, так и отличаться. На рис. 2, *e* показана трансформация от PBP к PBO, при этом имеет место искривление PBO, в результате чего положения образующих, соответствующих прямолинейным участкам выступов P и O, отличаются. В данном случае трансформация обусловлена переходом от роста бездислокационного кристалла к росту дислокационного. Отметим, что в дислокационном кристалле не зарегистрировано разбиение PBO на мелкие участки и его двоение, типичное для бездислокационного кристалла. Важно указать, что в дислокационных кристаллах не наблюдается образование PBP.

В исследованных кристаллах для регистрации дислокаций и определения их плотности использовались рентгеновская топография на пропускание (методы аномального прохождения и аномального поглощения), а также обработка пластин в структурно-чувствительном травителе (использовались травители Сиртла и Шиммеля [ASTM F47-94]). В рамках рентгеновских методик можно было зарегистрировать даже одиночные дислокации, а с помощью химического травления — определять плотность дислокаций до  $10^6 \text{ см}^{-2}$ .

На рис. 2, *e* буквой П указана треугольная площадка наклонной грани  $\{111\}$ , возникшая в результате кратковременного перемешивания расплава. В данном случае на расплав воздействовал внутренний источник — нарушение равномерного перетекания жидкой фазы от стержня поликремния. Отметим, что если на поверхности слитка присутствуют все три PBO, разнесенные на  $120^\circ$ , то как при кратковременном, так и при долговременном возмущении расплава треугольные площадки и их скопления возникают на всех трех выступах. Однако на выступах PBP какие-либо морфологические изменения не наблюдаются.

Нами проверено более ста дислокационных и бездислокационных слитков Si [111] и установлено, что если на цилиндрической части слитка диаметром  $D > D_A$  пропадают PBP и присутствуют только PBO, то это связано с переходом от роста бездислокационного кристалла к росту дислокационного. В процессе роста в окрестностях любой из точек A, C, E (рис. 1) наблюдаются следующие варианты проявления гранных форм: 1) возникновение одиночного PBO; 2) образование двух PBO; 3) возникновение одиночного PBP; 4) образование одного PBO и одного PBP; 5) возникновение одного PBP и двух PBO. Последний

вариант является наиболее редким. Варианты 2–5 наблюдаются только у бездислокационных кристаллов. В окрестностях точек  $B$ ,  $D$  и  $F$  (рис. 1) возможно как возникновение одиночного РВР, так и отсутствие каких-либо выступов. Максимальное зарегистрированное количество РВ, пересекающих перпендикулярное оси сечение бездислокационного слитка, равно 12, а минимальное — 3.

В представленной работе впервые описаны морфологические особенности наиболее часто встречающихся видов реберных выступов, что позволило отнести множество наблюдающихся на слитках выступов к гранным формам октаэдра и ромбического додекаэдра. Результаты представленных исследований расширяют возможности *in situ* контроля структурного состояния монокристаллов БЗП кремния, поскольку отличать РВО и РВР вполне возможно при росте слитка. Если на поверхности слитка Si [111] диаметром более 80 mm присутствуют только реберные выступы гранной формы роста октаэдра и отсутствуют выступы ромбического додекаэдра, то имеет место рост дислокационного кристалла. Наличие хотя бы одного выступа ромбического додекаэдра на поверхности слитка диаметром  $D > D_A$  является признаком роста бездислокационного кристалла.

## Список литературы

- [1] *Ciszek T.F.* // *Crystal Growth*. 1971. V. 10. P. 263–268.
- [2] *Preparation and properties of solid state materials* / Ed. W.R. Wilcox. V.5. W. Keller, A. Muhlbauer. Floating-zone silicon. New York, 1981. P. 237.
- [3] *Салли И.В., Фалькевич Э.С.* Управление формой роста кристаллов. Киев: Наук. думка, 1989. С. 158.
- [4] *Строителев С.А.* Кристаллохимический аспект технологии полупроводников. Новосибирск: Наука, 1976. С. 193.
- [5] *Строителев С.А., Камарали В.В., Муравицкий С.А.* // Процессы роста и синтеза полупроводниковых кристаллов и пленок. Новосибирск: Наука, 1975. С. 42–44.
- [6] *Фрицлер К.Б., Труханов Е.М., Калинин В.В.* и др. // Актуальные вопросы современного естествознания. 2004. В. 2. С. 32–48.
- [7] *Фрицлер К.Б., Труханов Е.М., Калинин В.В.* и др. Пленочная рентгеновская интерферометрия и некоторые проблемы технологии БЗП кремния. — Приложение к книге: Данильчук Л.Н., Окунев А.О., Ткаль В.А. и др. Рентгеновская топография кремния на основе пленочной интерферометрии эпитаксиальных систем и эффекта Бормана. Великий Новгород, 2006. С. 325–351.