

03;12

Сорбционное вакуумирование ростовой ячейки при зонной сублимационной перекристаллизации

© В.Н. Лозовский, С.В. Лозовский, Г.В. Валов

Южно-Российский государственный технический университет
(Новочеркасский политехнический институт), Новочеркасск
Южный научный центр РАН, Ростов-на-Дону
E-mail: valov@ssc-ras.ru

Поступило в Редакцию 3 августа 2012 г.

Показано, что благодаря сорбции растущим слоем остаточных газов их давление в ростовой микроячейке при зонной сублимационной перекристаллизации уменьшается на несколько порядков по сравнению с давлением в вакуумной камере, в которой находится ячейка. Обсуждены пути использования указанного эффекта.

Известно, что поверхность слоя, осаждаемого из молекулярного потока, является в момент своего образования хорошим геттером [1]. Если объем ростовой ячейки и натекание в ней достаточно малы, то ее сорбционная очистка может существенно улучшить вакуумные условия роста слоя. В данной работе осуществлена оценка этого эффекта применительно к методу зонной сублимационной перекристаллизации (ЗСП).

Процесс ЗСП происходит в тонкой вакуумной зоне между поверхностями сублимирующего источника и подложки [2]. В простейшем случае источник и подложка представляют собой соосные плоскопараллельные пластины радиусом R , образующие ростовую микроячейку, располагающуюся в вакуумной камере (рис. 1) с некоторым давлением остаточных газов P_0 , которое обычно лежит в пределах 10^{-5} – 10^{-2} Па.

Толщина ростовой вакуумной зоны l при ЗСП удовлетворяет условиям

$$l \ll R \text{ и } l \ll \lambda_0, \quad (1)$$

где λ_0 — средняя длина свободного пробега молекул газа при давлении P в микроячейке. Эти условия обеспечивают: высокий коэффициент

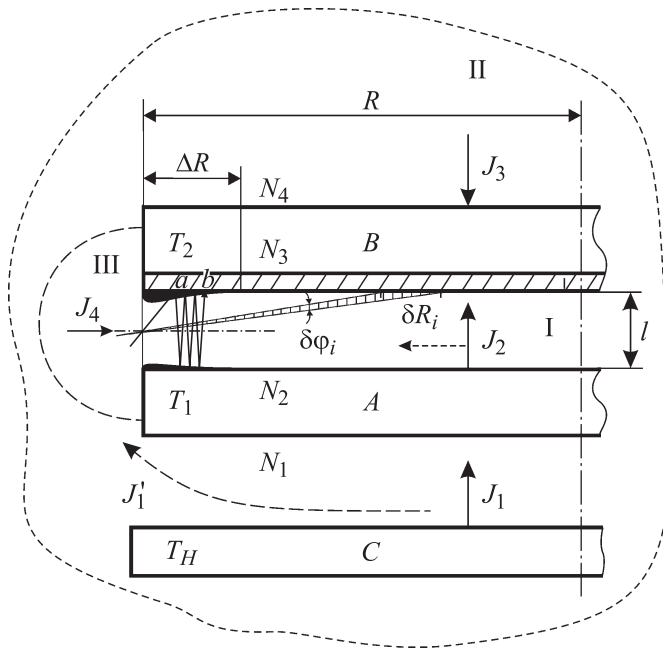


Рис. 1. Схема сечения ростовой микроячейки и характер поведения молекулы, проникающей в нее ($\delta\varphi_i$ — углы, в пределах которых чужеродные молекулы попадают извне на одинаковые по ширине радиальные кольцевые площадки δR_i поверхности N_3 ; T_H , T_1 , T_2 — температуры нагревателя, пластины-источника и пластины-подложки соответственно).

переноса атомов от источника к подложке даже при малых коэффициентах прилипания ($\alpha < 1$), возможность сублимационной очистки рабочих поверхностей источника и подложки в режиме *in situ* и снижение требований к давлению остаточных газов в вакуумной камере P_0 . Перечисленные достоинства ЗСП как метода получения слоев проявляются полнее с увеличением диаметра используемых пластин.

Снижение при ЗСП требований к величине давления в вакуумной камере P_0 объясняется тем, что давление P в ростовой ячейке меньше P_0 . Этот эффект обычно связывают с геометрическим фактором ($l \ll R$). Однако геометрический фактор может ограничить лишь скорость на-

текания остаточных газов в микроячейку, но не их установившееся давление. Для возникновения условия $P < P_0$ должен существовать сток чужеродных молекул в самой микроячейке. Таким стоком является поверхность растущего слоя, сорбирующая молекулы. Сорбция в микроячейке из-за ее малых размеров не может быть исследована известными методами [1]. В данной работе эффективность сорбционного вакуумирования микроячейки оценивалась по результатам влияния остаточных газов на морфологию поверхностей N_1 , N_2 , N_3 и N_4 (рис. 1). Используются атомно-силовая (Solver HV), конфокальная лазерная (Keyence VK-9700) и электронная (Quanta 200) микроскопия, энергодисперсионный рентгеновский микроанализ (EDAX Genesis). Источником и подложкой служили пластины кремния КДБ-10 (111), прошедшие стандартную двухстороннюю шлифовку, полировку и очистку. Температурный режим ЗСП обеспечивался плоским резистивным молибденовым нагревателем (С на рис. 1).

На рис. 1 изображено сечение ростовой микроячейки, образованной поверхностью N_2 источника (А) и поверхностью N_3 подложки (В) с осажденным на ней слоем (заштрихован) и периферийной областью ΔR (зачернена). Микроячейка и вакуумная камера представлены областями I и II. Взаимодействие между ними происходит в области III. Молекулярные потоки J_1 и J_3 , воздействующие на поверхности N_1 и N_4 , определяются давлением в вакуумной камере P_0 . Обычно молекула, имеющая малый коэффициент прилипания, попадая извне в микроячейку, многократно переотражается поверхностями N_2 и N_3 (рис. 1). Поток J_2 образован атомами сублимирующего ростового вещества (кремний). Основная часть потока J_2 направлена от источника к подложке и создает на ней эпитаксиальный слой. Поверхность источника N_2 непрерывно сублимирует, очищаясь одновременно от чужеродных атомов, а поверхность N_3 их сорбирует.

Поверхности N_1 , N_2 , N_3 и N_4 , первоначально полированные, приобретают в процессе ЗСП специфические морфологические особенности (рис. 2, а-с). На поверхности источника N_1 образуется гексагонально-упорядоченная система пологих каплевидных островков (рис. 2, а). Механизм возникновения подобных структур описан авторами ранее [3]. В состав островков входит молибден (2.5 at.%), т.е. поток J_1 содержит атомы, испаряемые нагревателем. Ничто не ограничивает попадания этих атомов в область III (рис. 1) и в состав потока J_4 , что описано ниже. Поверхность N_4 под действием потока J_4 приобретает хаотический

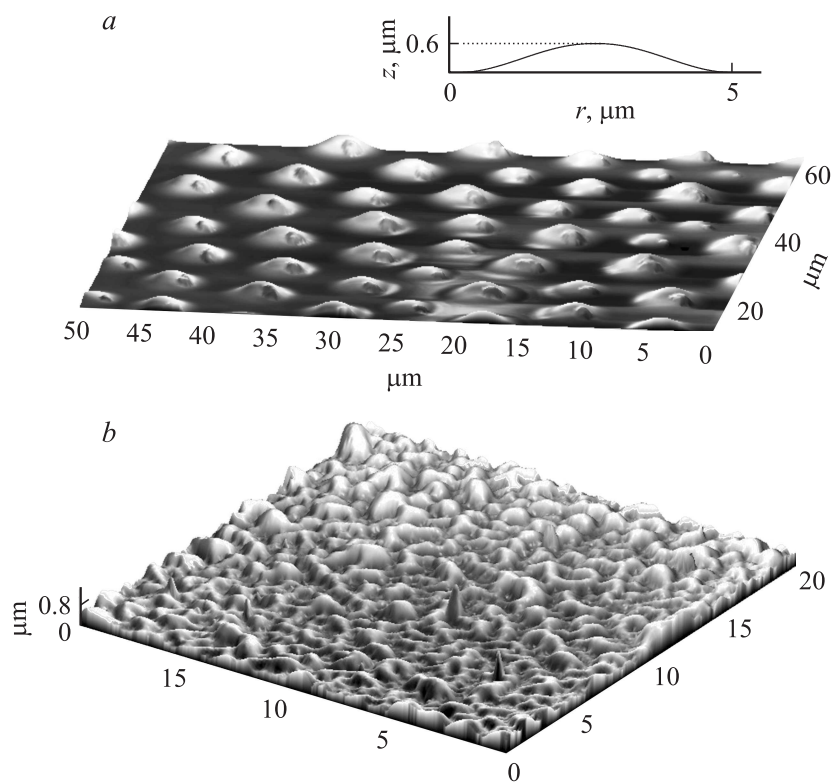


Рис. 2. Морфология поверхностей: N_1 (a), N_4 (b) и центральной части поверхности растущего эпитаксиального слоя кремния (c). На вставке фрагмента (a) показан профиль сечения островка с характерными размерами.

рельеф (рис. 2, b). Это может быть объяснено воздействием на кремний молекул кислорода и азота при высоких температурах. На поверхности основной части эпитаксиального слоя N_3 (рис. 2, c). Такая морфология, а также каплевидные образования и молибден не обнаружены.

Изложенное показывает, что внутри микроячейки I давление кислорода, азота и паров молибдена существенно ниже, чем в вакуумной камере. Это объясняется тем, что ростовая ячейка в процессе ЗСП выполняет функцию сорбционного насоса. Его „включение“ происходит

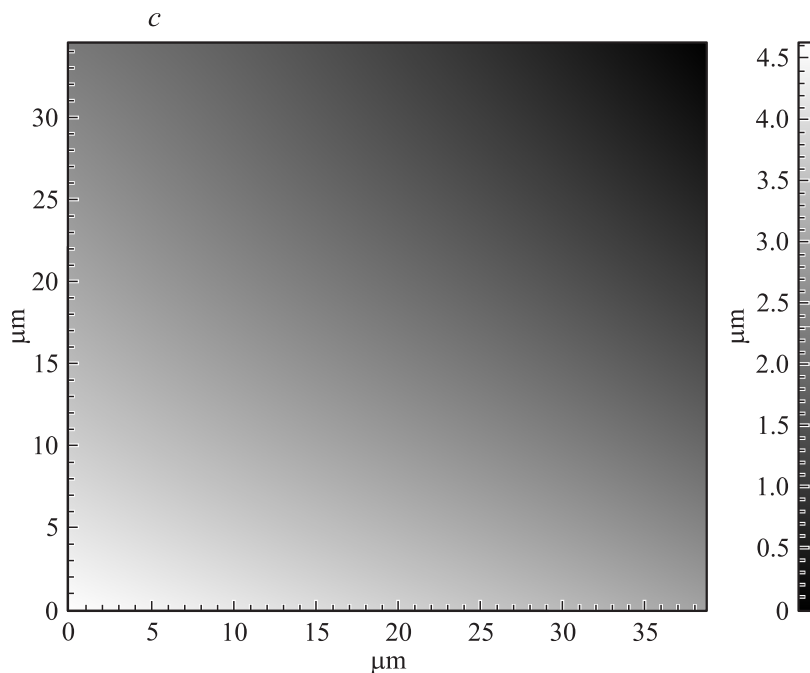


Рис. 2 (продолжение).

в момент перехода от очистки поверхностей N_2 и N_3 в режиме *in situ* ($T_1 \approx T_2$) к процессу ЗСП ($T_1 > T_2$), а „отключение“ — после завершения ЗСП. Скорость натекания из вакуумной камеры II в зону I определяется давлением в камере P_0 и геометрически ограничена малой толщиной зоны l . „Откачиваемый“ объем микроячейки, приходящийся на единицу площади геттерирующей поверхности (N_3), весьма мал (на 1 cm^2 это $\sim 10^{-2} \text{ cm}^3$). Геттерирующая поверхность (N_3) распределена по всему откачиваемому объему и постоянно восстанавливается, как свежая, в процессе роста слоя, не успевая заполняться сорбированным монослоем. Многократное переотражение чужеродных молекул между поверхностями N_2 и N_3 (рис. 1) обуславливает высокую вероятность их захвата поверхностью N_3 , даже при весьма малых коэффициентах прилипания.

До начала процесса ЗСП парциальное давление чужеродных молекул в микроячейке равно давлению в макрокамере ($P = P_0$). Эти молекулы будут захвачены поверхностью N_3 при ЗСП в первую очередь. В стационарном режиме ЗСП проникновение потока J_4 в микроразону через ее боковую поверхность площадью $\Delta S' = l2\pi R$ и процесс его полного захвата поверхностью N_3 , площадь которой $\Delta S = \pi R^2$, удовлетворяют условию непрерывности потока. Полагая, что парциальное давление молекул данного сорта в области III (P_{0i}) и в объеме микроячейки (P_i) пропорциональны соответствующим концентрациям молекул (n_{0i} и n_i), можно записать:

$$P_i = P_{0i} l/3R, \quad (2)$$

где множитель $l/3$ отвечает ситуации, когда в области III движение молекул хаотично, а в ростовой микроячейке — направлено от источника к подложке (в режиме их переотражения). Следовательно, парциальное давление чужеродных молекул в ростовой микроячейке в $l/3R$ раза меньше, чем давление тех же молекул в камере. Для ЗСП величина $l/3R$ имеет обычно порядок 10^{-3} . Формула (2) дает среднее по объему микроячейки давление чужеродных молекул. Однако в действительности эти молекулы создают более интенсивный поток на периферийную часть поверхности N_3 , где они сорбируются узким участком ΔR растущего слоя (рис. 1). Это объясняется тем, что через каждую точку открытой поверхности микроразоны внутрь ее поступают молекулы из области III в количестве тем меньшем, чем меньше угол $\delta\varphi_i$, в пределах которого к соответствующему участку δR_i движутся молекулы. Сорбирующиеся на участке ΔR растущего слоя чужеродные молекулы формируют на нем каплевидные образования, размеры и поверхностная плотность которых падают от периферии к центру подложки и фактически исчезают на расстоянии $\Delta R_k \leq 20l$. Одновременно уменьшается концентрация молибдена от 1.5 at.% (см. вставку на рис. 3) до необнаружимо малых значений. Величина ΔR_k не зависит от радиуса используемых пластин и убывает с уменьшением температуры, длительности процесса ЗСП и толщины микроячейки (рис. 3). На рис. 3 сплошная кривая получена методом атомно-кинетического моделирования, описанного ранее [4], а точки — результаты расчета с помощью экспериментальных данных.

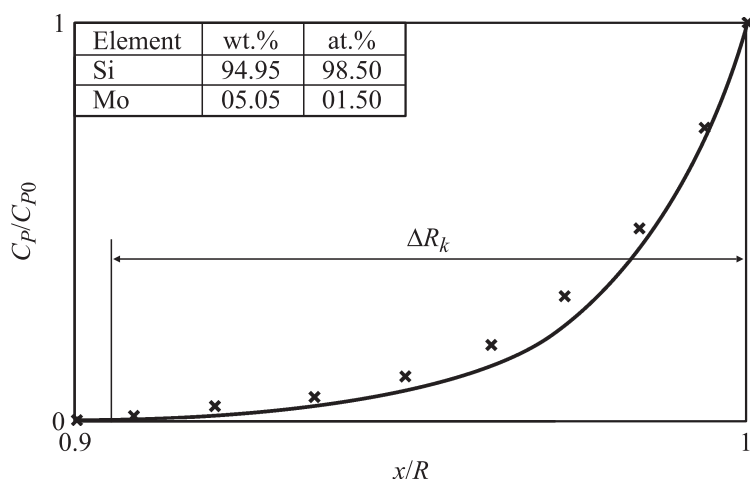


Рис. 3. Распределение концентрации C_p примесных атомов молибдена на периферии внутренней стороны подложки N_3 , отнесенной к их поверхностной концентрации на внешней кромке этой стороны; на вставке — состав каплевидных образований.

В процессе роста эпитаксиального слоя при ЗСП происходит его легирование сорбируемыми молекулами газа, попадающего в микрозону (поток J_4). Этот поток содержит в основном молекулы кислорода и азота. Давление молибдена при использованных температурах нагревателя не превышает 10^{-6} Па. Максимальный уровень сорбционного легирования возникает в момент начала процесса ЗСП, когда парциальное давление чужеродных молекул (например, кислорода) в ростовой микроячейке равно их давлению в камере ($P_i = P_{0i}$). При давлении кислорода $P_{0i} = 10^{-3}$ Па число его молекул в микроячейке толщиной $l = 200 \mu\text{m}$ в расчете на 1cm^2 поверхности N_3 равно $\sim 10^9$, что соответствует объемной концентрации кислорода в кремнии $\sim 10^{17} \text{cm}^{-3}$. При ЗСП давление в микроячейке уменьшается на три порядка (см. формулу 2), объемная концентрация молекул кислорода, адсорбированных слоем, убывает до $\sim 10^{14} \text{cm}^{-3}$. Это меньше, чем в использованном для ЗСП кремнии КДБ-10. Удельное сопротивление выращенного эпитаксиального слоя кремния практически совпадает с

удельным сопротивлением источника, так как коэффициент переноса примесей из источника в растущий слой близок к единице.

Итак, давление остаточных газов в ростовой микроячейке при ЗСП меньше на несколько порядков по сравнению с давлением в технологической вакуумной камере. Этот эффект — результат благоприятного сочетания геометрических характеристик ростовой микроячейки и сорбции остаточных газов растущим слоем. Глубина сорбционной откачки тем выше, чем больше (при прочих равных условиях) диаметр подложки. Это обстоятельство указывает на перспективность развития метода ЗСП для получения качественных слоев большой площади тех элементов, скорость сублимации которых достаточно высока. Таких элементов в таблице Менделеева около 30.

Список литературы

- [1] Оура К., Лифшиц В.Г., Сараник А.А. и др. Введение в физику поверхности. М.: Наука, 2006. 490 с.
- [2] Aleksandrov L.N., Lozovskii S.V., Knyazev S.Y. // Phys. Stat. Sol. (a). 1988. V. 107. P. 213.
- [3] Лозовский С.В., Лозовский В.Н., Валов Г.В., Яценко А.И. // Изв. вузов. Сев.-Кавк. регион. Техн. науки. 2011. № 6. С. 128.
- [4] Лозовский В.Н., Лозовский С.В., Чеботарев С.Н. // Изв. вузов. Сев.-Кавк. регион. Техн. науки. 2006. № 3. С. 60.