

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИСИС»

На правах рукописи

Козлов Роман Юрьевич

РАЗРАБОТКА ОСНОВ КОМПЛЕКСНОЙ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОЙ
ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИРОВАННЫХ ПЛАСТИН
АНТИМОНИДА ИНДИЯ ДИАМЕТРОМ ДО 100 ММ ДЛЯ
ФОТОПРИЕМНЫХ УСТРОЙСТВ СРЕДНЕВОЛНОВОГО ИК ДИАПАЗОНА

Специальность 2.2.3 - Технология и оборудование для производства
материалов и приборов электронной техники

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
проф., д.ф.-м.н. Пархоменко Юрий Николаевич

МОСКВА 2026

Оглавление

Введение.....	4
Глава 1. Литературный обзор.....	13
1.1 Выращивание монокристаллов полупроводниковых материалов методом Чохральского	13
1.2 Конструкция, принцип работы, особенности метода Чохральского.....	16
1.3 Модифицированный метод Чохральского для выращивания монокристаллов антимонида индия	23
1.4 Дефекты структуры в монокристаллах антимонида индия	25
1.5 Современные тенденции развития процессов выращивания монокристаллов антимонида индия и изготовления полированных пластин	27
1.6 Анализ операций в технологии изготовления полированных пластин антимонида индия	28
1.6.1 Калибрование монокристалла и нанесение ориентационных срезов.....	30
1.6.2 Резка монокристалла на пластины	35
1.6.3 Обработка боковой поверхности пластин	40
1.6.4 Шлифование и химическое травление пластин.....	41
1.6.5 Полирование пластин антимонида индия	47
1.6.6 Очистка и отмывка пластин	51
1.6.7 Пассивация полированной поверхности пластины	53
Выводы по главе 1	55
Глава 2. Методы и методики эксперимента	58
2.1 Измерение типа проводимости, концентрации и подвижности носителей заряда пластин антимонида индия	58
2.2 Методика определения плотности дислокаций по данным оптической микроскопии	60
2.3 Определение ориентации пластин методом рентгеновской дифрактометрии.....	62
Глава 3. Экспериментальная часть.....	69
3.1 Разработка технологии выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром до 100 мм	69

3.1.1. Математическое моделирование и анализ результатов процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100мм.....	73
3.1.2. Технология выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром до 100 мм.....	96
3.2 Разработка технологических операций механической и химико-механической обработки пластин диаметром до 100 мм.....	101
3.2.1 Калибрование и нанесение базовых срезов монокристаллов антимонида индия	101
3.2.2 Резка монокристаллов антимонида индия.....	103
3.2.3 Формирование фаски.....	108
3.2.4 Шлифование пластин антимонида индия.....	109
3.2.5 Определение режимов и состава суспензии для химико-механического полирования пластин антимонида индия.....	120
3.2.6 Процессы очистки и отмывки полированных пластин.....	127
Глава 4. Технологический маршрут выращивания монокристаллов и получения двусторонне полированных пластин антимонида индия и его освоение в производстве.....	134
4.1 Технологический маршрут.....	134
4.2 Определение параметров технологических операций.....	135
4.3 Практические результаты реализации разработанного технологического маршрута.....	141
Заключение.....	145
Список литературы.....	147
Приложение №1.....	161
Приложение №2.....	162
Приложение №3.....	163
Приложение №4.....	163

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследований и степень ее разработанности:

В настоящее время половина линейных и матричных инфракрасных фотоприемных устройств (ИК ФПУ), работающих в спектральном диапазоне длин волн от 3 до 5 мкм, изготавливаются на основе монокристаллического антимонида индия. Также ИК ФПУ изготавливают на основе таких полупроводниковых материалов как кадмий-ртуть-теллур и арсенид индия [1].

Области использования фотоприемных устройств на основе антимонида индия достаточно обширны: тепловизионная техника, оптические измерения, астронавигация, распознавание образов, дистанционное обнаружение объектов, радиосвязь, медицина, мониторинг загрязнений окружающей среды и т.д. При этом они находят широкое применение как в приборах гражданского назначения, так и в военной технике, где позволяют обнаруживать объекты на расстоянии до 200 км и уверенно распознавать их на расстоянии от 20 до 30 км. ИК - детекторы на основе антимонида индия прошли путь от простейших одноэлементных устройств до линейных и матричных ФПУ с постоянным увеличением числа элементов и одновременным уменьшением их размеров [2].

Наряду с уникальными электрофизическими свойствами (шириной запрещенной зоны $E_g = 0,17$ эВ (300 К) и подвижностью носителей заряда электронов до $1,1 \cdot 10^6$ см²/(В·с) (77 К) антимонид индия обладает высоким структурным совершенством и долговременной стабильностью состава, что способствует устойчивости характеристик изготавливаемых на его основе приборов.

Создание крупноформатных фотоприемников, способных воспринимать полный световой образ и обладающих высокой разрешающей способностью, а также повышение объема их выпуска, выдвигают требования по увеличению диаметра используемых монокристаллических пластин InSb и сохранению при этом их высокого структурного совершенства и однородности их электрофизических свойств.

В АО «Гиредмет» в настоящее время ведутся новые технологические разработки, выпускаются монокристаллы и пластины антимонида индия диаметром 50,8мм, которые поставляются в ведущие организации Госкорпораций «Ростех», «Роскосмос». Разработанный в АО «Гиредмет» метод является энергоэффективным и позволяет устранить трудоемкие и материалоемкие технологические операции по синтезу и зонной плавке для получения исходных поликристаллов и замене их на совмещенный процесс синтеза и выращивания [3,4].

В настоящее время, спрос на производство монокристаллического антимонида индия диаметром 50,8 мм, в том числе в виде полированных пластин, превышает существующие возможности по производительности, что обусловлено резким повышением спроса ввиду ограничения ввоза иностранных аналогов. Проблема возросшей потребности в данном материале у производителей ИК ФПУ может быть решена посредством использования подложек антимонида индия диаметрами 76,2 мм и 100 мм. Для обеспечения существующего спроса возникает интерес к исследованию тепловых и динамических условий выращивания монокристаллов антимонида индия указанных диаметров большего размера с сохранением их структурного совершенства и электрофизических параметров.

Важность аналогичных разработок наблюдается и за рубежом [5,6,7]. Например, в работе [7], представлены результаты решения аналогичной задачи по выращиванию монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм, где оптимизация тепловых условий и режимных параметров обеспечили получение монокристаллов с плотностью дислокаций не более 100 см^{-2} . Выращивание гетероэпитаксиальных пленок InSb на подложках, например, GaAs или Si приводит к образованию значительно большего количества дефектов, чем в гомоэпитаксиальных пленках, выращенных на подложках InSb [8, 9].

Целью работы является разработка и освоение новой комплексной опытно-промышленной технологии выращивания монокристаллов и изготовления полированных пластин антимонида индия диаметром до 100 мм.

Задачи исследования:

1) Провести анализ современного состояния технологий выращивания монокристаллов антимонида индия и последующих механических и химико-механических операций для получения конечного продукта, востребованного на рынке - полированных пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм;

2) Выполнить моделирование теплового узла и процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм, проанализировать результаты моделирования и разработать установку выращивания монокристаллов антимонида индия;

3) Разработать технологию выращивания монокристаллов антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) диаметром 100 мм со следующими характеристиками: плотностью дислокаций не более 100 см^{-2} ; концентрацией носителей заряда от $2 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; подвижностью основных носителей заряда от $5 \cdot 10^5$ до $3 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$;

4) Определить оптимальные режимы механических и химико-механических технологических операций обработки монокристаллов и изготовления пластин, разработать состав многокомпонентной суспензии для химико-механического полирования антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) для достижения качества полированной поверхности с Ra не более 0,5 нм и основными геометрическими параметрами: $\text{TTV} \leq 4 \text{ мкм}$, $\text{BOW} \leq 5 \text{ мкм}$, $\text{WARP} \leq 7 \text{ мкм}$ для диаметра 50,8 мм; $\text{TTV} \leq 4 \text{ мкм}$, $\text{BOW} \leq 7 \text{ мкм}$, $\text{WARP} \leq 9 \text{ мкм}$ для диаметра 76,2 мм; $\text{TTV} \leq 6 \text{ мкм}$, $\text{BOW} \leq 7 \text{ мкм}$, $\text{WARP} \leq 11 \text{ мкм}$ для диаметра 100 мм;

5) Разработать комплексную опытно-промышленную технологию изготовления полированных пластин антимонида индия диаметром до 100 мм с кристаллографической ориентацией (100) на основе выращенных монокристаллов антимонида индия. Разработать технологическую документацию на комплексную технологию выращивания монокристаллов и получения полированных пластин антимонида индия диаметрами 76,2 мм, 100 мм.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1) Впервые в России разработана опытно-промышленная технология

выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм модифицированным методом Чохральского, основным достоинством которого является получение поликристаллического материала вытягиванием на затравку, что позволяет сократить такие технологические операции как синтез и зонная очистка. Использование полученного поликристалла позволяет выращивать монокристаллы антимонида индия с заданными характеристиками: плотность дислокаций не более 100 см^{-2} ; концентрация носителей заряда от $2 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; подвижность основных носителей заряда от $5 \cdot 10^5$ до $3 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$. Данный метод является энерго- и материалосберегающим, а также менее трудоемким.

2) Выполнено математическое моделирование теплового узла и процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм, а также проведен анализ его результатов. Спроектирован и изготовлен графитовый тепловой узел для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм, который обеспечивает донно-боковой нагрев с высоким осевым градиентом температуры на фронте кристаллизации (от 25 до 35 град/см).

3) Впервые предложен и апробирован состав многокомпонентной полировальной суспензии для антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) (на основе золя диоксида кремния, перекиси водорода, парамолибдата аммония, винной, молочной и сульфаминовой кислот), позволивший получить микрошероховатость полированной поверхности Ra не более 0,5 нм. (Патент на изобретение RU 2834696 C1, 12.02.2025. Заявка № 2024106566 от 13.03.2024.)

4) Впервые в России создана оригинальная комплексная опытно-промышленная технология изготовления полированных пластин антимонида индия диаметром 50,8 мм 76,2мм и 100 мм с микрошероховатостью поверхности Ra не более 0,5 нм, а также со следующими основными геометрическими параметрами: $TTV \leq 4 \text{ мкм}$, $BOW \leq 5 \text{ мкм}$, $WARP \leq 7 \text{ мкм}$ для диаметра 50,8 мм; $TTV \leq 4 \text{ мкм}$, $BOW \leq 7 \text{ мкм}$, $WARP \leq 9 \text{ мкм}$ для диаметра 76,2 мм; $TTV \leq 6 \text{ мкм}$, $BOW \leq 7 \text{ мкм}$, $WARP \leq 11 \text{ мкм}$ для диаметра 100 мм.

Практическая значимость работы состоит в том, что:

1) Разработана установка с увеличенным объемом ростовой камеры и графитового теплового узла. Для установления оптимальных значений тепловых и динамических условий выращивания монокристаллов диаметром 100мм выполнен анализ математического моделирования процесса. Определены тепловые и динамические режимы выращивания монокристаллов на новой модернизированной установке Чохральского, позволившие разработать технологию изготовления монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм со следующими основными электрофизическими и структурными параметрами: плотностью дислокаций не более 100 см^{-2} ; концентрацией носителей заряда от $2 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; подвижностью основных носителей заряда от $5 \cdot 10^5$ до $3 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$.

2) На основе экспериментальных результатов разработаны технологические операции и создана сквозная технология, включающая новое технологическое и контрольно-измерительное оборудование, а также организовано опытно-промышленное производство полированных пластин InSb (100) диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм производительностью 10 000 пластин в год для изготовления оптоэлектронных устройств.

3) Изучены и определены оптимальные режимы отдельных технологических операций производства пластин InSb (калибрование монокристалла по диаметру, разделение монокристалла на пластины, шлифование и полирование пластин, отмывка пластин). Разработан состав многокомпонентной полировальной суспензии для антимонида индия (Патент на изобретение RU 2834696 C1, 12.02.2025. Заявка № 2024106566 от 13.03.2024).

4) Разработана комплексная опытно-промышленная технология производства полированных пластин антимонида индия диаметром до 100 мм с кристаллографической ориентацией (100). Разработана технологическая документация с литерой «О₁» на комплексную технологию выращивания монокристаллов и получения полированных пластин антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм.

Методология и методы исследования структуры материалов и параметров пластин антимонида индия:

Монокристаллы антимонида индия (InSb) выращивали модифицированным методом Чохральского. Электрофизические свойства, такие как концентрация основных носителей заряда, подвижность электронов полученных монокристаллов InSb определялись методом измерений коэффициента Холла при температуре 77 К. Распределение плотности дислокаций контролировали с помощью оптического микроскопа. Подсчет ямок травления проводили по методике измерения плотности дислокаций в монокристаллах InSb по девяти полям. Методом высокоразрешающей рентгеновской дифрактометрии исследовали структурное совершенство материала. Методом оптического сканирования на оборудовании по контролю геометрических параметров MicroProf 200 FRT исследовали качество поверхности, геометрические параметры и микрошероховатость пластин после многопроволочной резки, шлифования. Дополнительно микрошероховатость полированных пластин исследовалась при помощи атомно-силового микроскопа. Качество отмывки полированных пластин определяли при помощи лазерного анализатора («Рефлекс 532»).

Основные положения, выносимые на защиту:

1) На основе анализа результатов математического моделирования спроектирована установка Чохральского. Создано новое оборудование для выращивания монокристаллов антимонида индия модифицированным методом Чохральского диаметром 100 мм.

2) Определены тепловые и динамические условия выращивания монокристаллов InSb с кристаллографической ориентацией (100) и впервые в России разработана технология выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм. Данная технология обеспечивает достижение структурного совершенства и современного уровня электрофизических параметров монокристалла антимонида индия диаметром 100 мм со следующими значениями: плотность дислокаций (EPD) не более 100 см^{-2} , концентрация носителей заряда от $2 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; подвижность

носителей заряда от $5 \cdot 10^5$ до $3 \cdot 10^5$ см²/В·с.

3) Разработан и внедрен в производство состав многокомпонентной полировальной суспензии для антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) (на основе золя диоксида кремния, перекиси водорода, парамолибдата аммония, винной, молочной и сульфаминовой кислот), позволяющий получить микрошероховатость полированной поверхности Ra не более 0,5 нм. (Патент на изобретение RU 2834696 C1, 12.02.2025. Заявка № 2024106566 от 13.03.2024.).

4) На основе экспериментальных исследований каждой технологической операции получения полированных пластин впервые разработана оригинальная комплексная опытно-промышленная технология изготовления полированных пластин антимонида индия диаметром 100мм, удовлетворяющих требованиям производства оптоэлектронных приборов и устройств средневолнового ИК-диапазопа, которая обеспечивает микрошероховатость поверхности Ra не более 0,5 нм (ACM) и с основные геометрические параметры: TTV \leq 4мкм, BOW \leq 5 мкм, WARP \leq 7мкм для диаметра 50,8 мм; TTV \leq 4мкм, BOW \leq 7 мкм, WARP \leq 9 мкм для диаметра 76,2 мм; TTV \leq 6 мкм, BOW \leq 7 мкм, WARP \leq 11 мкм для диаметра 100 мм.

Степень достоверности и апробация работы:

Достоверность результатов подтверждается использованием современного технологического, измерительного и исследовательского оборудования, современных методов исследований; достаточной выборкой экспериментальных образцов и объёмом измерений; непротиворечивостью результатам опубликованных зарубежных исследований и современным представлениям о технологиях выращивания монокристаллов и последующей механической и химико-механической обработки пластин антимонида индия.

Разработан и запатентован состав полировальной композиции для химико-механического полирования пластин монокристаллического антимонида индия .

Основные положения, материалы и результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих российских и международных научно-технических

конференциях: 5-м междисциплинарном научном форуме с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» (г. Москва, 2019 г.); Международной научной конференции «Современные материалы и передовые производственные технологии» (г. Санкт-Петербург, 2021 г.); 7-й Научной конференции «Электронная компонентная база и микроэлектронные модули» (г. Алушта 2021 г.); 8-й Научной конференции «Электронная компонентная база и микроэлектронные модули» (г. Сочи, Роза Хутор, 2022 г.); 2-й Международной научно-практической конференции «Редкие металлы и материалы на их основе: технологии, свойства и применение» (г. Москва, 2022 г.); 15-й Международной научно-практической конференции по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ-электроники «МОКЕРОВСКИЕ ЧТЕНИЯ» (г. Москва, 2024 г.); XXVII Международной научно-технической конференции по фотоэлектронике и приборам ночного видения (г. Москва, 2024 г.); 3-ей Международной научно-практической конференции «Редкие металлы и материалы на их основе: технологии, свойства и применение» (г. Москва, 2024 г.); II научно-технической конференции Союзного государства «ЭЛЕКТРОННОЕ МАШИНОСТРОЕНИЕ» (г. Москва, 2025 г.); XI Международной научной конференции «АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА» (г. Минск, 2025 г.); XIV научно-практической конференции молодых учёных и специалистов «Фотосенсорика: новые материалы, технологии, приборы, производство» (г. Москва, 2025 г.).

Личный вклад автора

В диссертации представлены результаты исследований, проведенные автором в лаборатории низкотемпературных полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ в АО «Гиредмет» с 2018 по 2025 гг. Полученные результаты обсуждались совместно с научным руководителем диссертационной работы и соавторами публикаций, причем вклад автора был определяющим. Выносимые на защиту выводы и положения, были сформулированы автором. Результаты работы автора были отмечены благодарностью Президента РФ.

Публикации

Основные результаты диссертации опубликованы в 14 печатных работах, в том числе 14 работ опубликованы в журналах, входящих в перечень ВАК России (8 работ входит в Scopus).

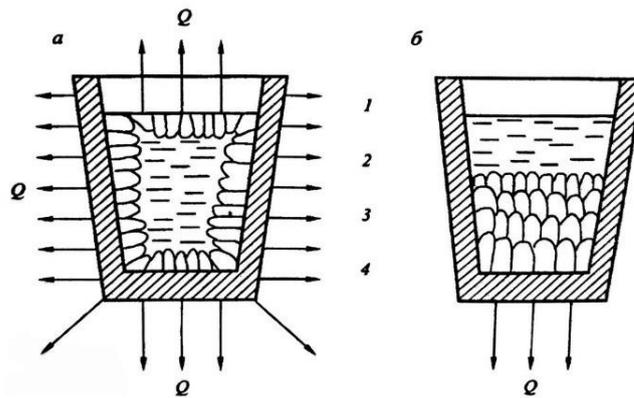
Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы. Объем работы составляет 167 страницы машинописного текста, включая 55 рисунков, 25 таблиц, список использованных источников из 127 наименований.

Глава 1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Выращивание монокристаллов полупроводниковых материалов методом Чохральского

Объемные монокристаллы полупроводниковых материалов выращивают из жидкой фазы (расплава), состав которой примерно совпадает с составом выращенного из нее кристалла. Существующие методы выращивания монокристаллов основаны на направленной кристаллизации, при которой осуществляется отвод теплоты нормально границе раздела твердой и жидкой фаз, называемой фронтом кристаллизации [10]. При обычной (нормальной) кристаллизации теплота отводится от расплава во все стороны (рисунок 1).



1 – тигель; 2 – расплав; 3 – фронт кристаллизации; 4 – кристалл
Рисунок 1 – Нормальная (а) и направленная (б) кристаллизация расплава, находящегося в тигле (стрелками показано направление отвода теплоты)

Для поддержания фронта кристаллизации в фиксированном положении на расстоянии x от начала растущего кристалла необходимо равенство тепловых потоков в кристалле (твердой фазе) и расплаве (жидкой фазе) по формуле 1:

$$\lambda_{т.ф} \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{т.ф} = \lambda_{ж.ф} \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{ж.ф}, \quad (1)$$

где $\lambda_{т.ф}$ и $\lambda_{ж.ф}$ – коэффициенты теплопроводности соответственно твердой и жидкой фаз, Дж/(см·с);

$(\partial T/\partial x)_{т.ф}$ и $(\partial T/\partial x)_{ж.ф}$ – температурные градиенты в этих фазах, °С/см.

Для роста кристалла, т. е. перемещения фронта кристаллизации, необходимо создать такие условия, чтобы возникающие из жидкой фазы кристаллические зародыши не растворялись в ней, а росли. Это возможно при наличии перед фронтом кристаллизации переохлажденной на ΔT жидкой фазы. Фронт кристаллизации будет перемещаться с некоторой постоянной скоростью, если количество теплоты, отведенной от него в твердую фазу, было равно количеству теплоты, подведенной к фронту и выделенной на нем в процессе кристаллизации (уравнение 2):

$$\lambda_{т.ф} \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{т.ф} = \lambda_{ж.ф} \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial x}\right)_{ж.ф} + \rho_{т.ф} \cdot V_{ф.к} \cdot q_{пл} \quad (2)$$

где $\rho_{т.ф}$ – плотность твердой фазы, г/см³;

$V_{ф.к}$ – линейная скорость перемещения фронта кристаллизации, см/с;

$q_{пл}$ – скрытая теплота плавления кристаллизующегося вещества, Дж/г.

Из уравнения (2) следует, что при постоянном сечении кристалла линейная скорость его роста определяется скоростью отвода теплоты, выделяющейся на фронте кристаллизации. Поскольку теплота от фронта кристаллизации отводится через твердую фазу, то по мере продвижения вглубь расплава температура повышается, и градиент считается положительным. Поверхность фронта кристаллизации получается гладкой с наибольшей высотой неровностей профиля около 10 мкм. В некоторых случаях возможен рост кристалла из расплава при отрицательном градиенте, когда часть теплоты отводится через его переохлажденную область. Образующаяся при этом структура носит древовидный характер, что препятствует росту монокристалла [10].

В технологии полупроводниковых материалов наибольшее применение получил метод Чохральского, с помощью которого выращивают большинство монокристаллов самых распространенных полупроводников: кремния, арсенида индия, фосфидов и антимонидов индия и галлия и др. [1]. Исключение составляет арсенид галлия, значительную часть монокристаллов которого получают методом

горизонтально направленной кристаллизации. При опускании затравки в расплав и последующем ее подъеме в область более низких температур происходит наращивание монокристалла на затравку (рисунок 2). Для уменьшения возможной радиальной асимметрии теплового поля тигель и кристалл вращают в противоположные стороны.



а – опускание затравки в расплав; б – наращивание монокристалла до заданного диаметра; в, г – выращивание цилиндрической части
Рисунок 2 – Основные стадии процесса выращивания монокристаллов по методу Чохральского:

Для выращивания монокристаллов полупроводниковых соединений, содержащих в своем составе легколетучие компоненты, расплав защищают слоем флюса (обычно оксидом бора), и метод называется методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава (ЛЕС) [10].

Этот метод стал основным в промышленном производстве монокристаллов антимонида индия благодаря высокой производительности и возможности полной автоматизации, что обеспечивает хорошую воспроизводимость, являющуюся определяющим признаком промышленной технологии [1,10].

Основными фирмами, производящими антимонид индия на мировом рынке, в настоящее время являются Galaxy Compound Semiconductors, Inc.(США) [11], МТИ Corporation (США) [12], Wafer Technology Ltd. (Великобритания) [13], Xiamen Powerway Advanced Material Co., Ltd. (Китай) [14]. Получение монокристаллов на этих фирмах осуществляется методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава с помощью флюса (B_2O_3) в атмосфере инертного газа (ЛЕС – метод). Данный метод получения монокристаллов

предполагает двухстадийное проведение процесса, включающее в себя предварительный синтез поликристаллического материала в кварцевой ампуле и его зонную очистку, что является обязательным условием получения практически всех соединений $A^{III}B^V$ [15, 16]. Следует отметить, что монокристаллы антимонида индия в отличие от высокотемпературных соединений $A^{III}B^V$ (арсенид индия, арсенид галлия) выращивают в вакууме, а не в атмосфере инертного газа. В настоящее время в АО «Гиредмет» при выращивании монокристаллов антимонидов индия диаметром 50,8 мм используется модифицированный метод Чохральского [3,4].

В настоящее время подложки антимонида индия являются наиболее востребованными для производства фотоприемников по сравнению с монокристаллами и обеспечивают элементную базу для ИК ФПУ специального назначения, поэтому создание и апробование единой технологической линейки выращивания и обработки монокристаллов увеличенного диаметра особенно актуально для решения проблем отечественной оптоэлектроники и полного импортозамещения в данной области. Стоит отметить, что антимонид индия в группе полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ отличается самой низкой температурой плавления, уникальными электрофизическими свойствами и высоким структурным совершенством [1, 17, 18].

1.2 Конструкция, принцип работы, особенности метода Чохральского

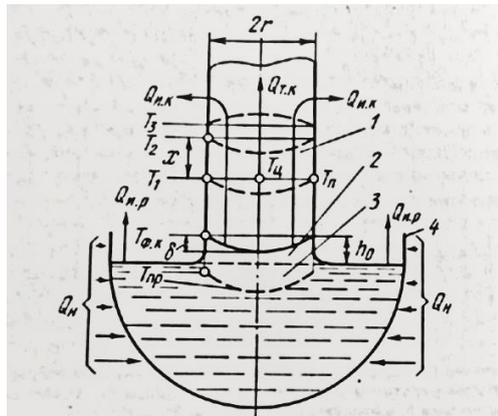
Основные условия выращивания монокристаллов методом Чохральского: точка соприкосновения затравки и расплава должна быть наиболее холодной в системе; вне фронта кристаллизации необходимо поддерживать расплав в жидком состоянии (чтобы не допустить неконтролируемой кристаллизации и, соответственно, возникновения дефектов); необходимо обеспечить симметричность распределения теплового поля относительно оси роста монокристалла [10].

Тепловые условия процесса определяют осевые и радиальные градиенты

температуры в кристалле и расплаве, от которых зависят форма фронта кристаллизации и термические напряжения в монокристалле, а также размеры переохлажденной области расплава вблизи фронта кристаллизации. При значительных тепловых потерях с поверхности кристалла у фронта кристаллизации в кристалле возникнет отрицательный радиальный градиент температуры. При этом изотермы в кристалле прогибаются, и фронт кристаллизации становится вогнутым в твердую фазу.

Если теплота подводится к кристаллу через его поверхность в области фронта кристаллизации, то в кристалле возникает положительный радиальный градиент температуры, и фронт кристаллизации становится выпуклым.

Схема тепловых потоков и изотерм в системе «расплав — кристалл» при выращивании монокристалла по методу Чохральского, когда фронт кристаллизации выпуклый, показана на рисунке 3 [1, 10].



1—кристалл; 2 — столбик расплава; 3 — переохлажденная область расплава; 4 — тигель; δ — стрела прогиба фронта кристаллизации; h_0 — высота столбика расплава, $T_{фк}$ — температура на фронте кристаллизации, T_p — температура изотермы, ограничивающей переохлажденную область расплава
Рисунок 3 – Тепловые потоки и изотермы в системе расплав – кристалл [10]

Поток тепла Q_n , поступающий к тиглю от нагревателя, равен сумме потоков тепла, отводимых от расплава излучением $Q_{нр}$ и теплопроводностью $Q_{тк}$ и излучением от кристалла определяет характер градиентов температуры, а, следовательно, и изотерм в выращиваемом монокристалле [1, 10].

Радиальный градиент температуры G_r определяется разностью температур в

сечении кристалла на его поверхности T_n и в центре T_c по формуле 3:

$$G_r = \Delta T_r / \Delta r = (T_c - T_n) / r_n, \quad (3)$$

где r_n – радиус кристалла.

Осевой градиент температуры в кристалле G_a , в свою очередь, определяется разностью температур по его длине по формуле 4:

$$G_a = \Delta T_a / \Delta x = (T_1 - T_2) / (x_2 - x_1), \quad (4)$$

где x – расстояние по длине кристалла.

Величины осевого и радиального градиентов температуры взаимосвязаны: увеличение осевого приводит к возрастанию радиального. Различие температуры по оси и радиусу кристалла вызывает появление в нем термических напряжений, которые при превышении некоторой критической величины приводят к образованию дефектов структуры. Поэтому чрезвычайно важно управлять тепловым полем в процессе выращивания кристалла [10].

Прогиб фронта кристаллизации приводит к неравномерному распределению примесей по сечению кристалла, причем в случае вогнутого фронта кристаллизации концентрация примеси будет уменьшаться от центра кристалла к его периферии, а при выпуклом концентрация примеси в центре будет меньше, чем на краях.

Для получения совершенных кристаллов нужно на протяжении всего процесса выращивания сохранять плоской границу раздела кристалл — расплав. Для этого необходимо, чтобы изотермы были практически перпендикулярными направлению роста, а также обеспечивался тщательный контроль тепловых потоков как в осевом, так и в радиальном направлениях [10].

Теплота кристаллизации поступает в растущий кристалл снизу через фронт кристаллизации в направлении от расплава к кристаллу и рассеивается за счет излучения и теплопередачи теплопроводностью через кристалл к механизму

подъема. Создав в установке для выращивания с помощью экранов или дополнительных нагревателей для подогрева растущего кристалла тепловые условия, при которых радиальный тепловой градиент незначителен, можно получить изотермы в расплаве, перпендикулярные направлению роста кристалла [10].

На рисунке 4 приведена схема установки для выращивания монокристаллов методом Чохральского.

- 1 — рабочая камера, 10^{-4} Па;
- 2 — смотровое окно;
- 3 — резистивный нагреватель или высокочастотный индуктор;
- 4 — тепловые экраны;
- 5 — шток вращателя тигля;
- 6 — графитовый тигель;
- 7 — кварцевый вкладыш;
- 8 — расплав;
- 9 — растущий монокристалл;
- 10 — затравка;
- 11 — шток держателя затравки

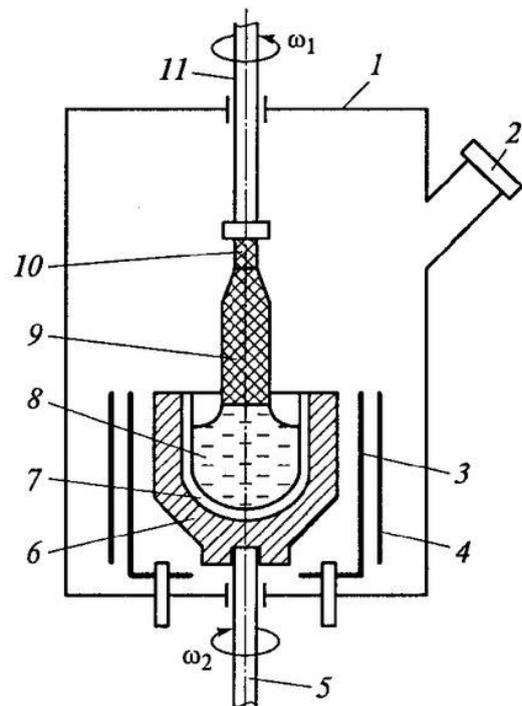


Рисунок 4 – Схема установки для выращивания монокристалла методом Чохральского

Тепловой узел состоит из подставки, тигля, нагревателя и системы экранов (экранировки). Подставку и нагреватель обычно изготавливают из графита плотных марок МПГ-6, МПГ-8 и др. Выбор материала экранов зависит от характера атмосферы, в которой работает тепловой узел [10].

В вакууме, где теплопередача осуществляется в основном излучением, экраны выполняют из графита или полированных листов жаропрочного металла, обычно молибдена. При работе в газовой среде, особенно находящейся при высоком давлении, применяют экраны из графита или непрозрачного спеченного кварца.

От конструкции теплового узла зависят устойчивость роста, стабильность диаметра и структура выращиваемого монокристалла.

Форма дна тигля (плоская или сферическая) оказывает влияние на распределение температуры в расплаве. В тиглях с плоским дном вследствие наличия «углов» конвекция в расплаве по всему объему не обеспечивает равномерного перемешивания расплава по всему объему. В этом отношении лучшие результаты получаются при использовании тиглей со сферическим дном. Сферическая форма тигля обеспечивает постоянное отношение поверхности расплава к его высоте и равномерное перемешивание расплава по всему объему конвективными потоками, поэтому позволяет получать меньшие осевые градиенты температуры по расплаву, чем в случае плоской формы дна тигля [1, 10].

Оптимальное соотношение внутреннего диаметра тигля $D_{\text{тиг}}$ и высоты расплава $H_{\text{рас}}$ находится в пределах $D_{\text{тиг}} / H_{\text{рас}} = 0,5...1,0$.

Оптимальное соотношение диаметра тигля $D_{\text{тиг}}$ и диаметра, выращиваемого из него монокристалла кремния или германия $D_{\text{крист}}$ составляет $D_{\text{тиг}} / d_{\text{крист}} = 2,5...3,5$ [10].

Материал тигля должен удовлетворять следующим требованиям:

- быть инертным по отношению к содержащемуся в нем расплавленному металлу или полупроводнику, а также к атмосфере, в которой производится выращивание;
- не смачиваться расплавом;
- иметь теплопроводность более низкую, чем загрузка, что необходимо в связи с проблемами оптимального теплопереноса в процессе роста кристалла;
- не загрязнять расплав примесями при соприкосновении его со стенками контейнера [10].

К современным установкам для выращивания монокристаллов полупроводников методом Чохральского предъявляются следующие основные требования:

- поддержание в камере остаточного давления менее $1,33 \cdot 10^{-1}$ Па для случая проведения процесса выращивания в вакууме;

- отсутствие загрязнений расплава и выращиваемого монокристалла;
- стабильность тепловых условий выращивания монокристаллов (колебания температуры на фронте кристаллизации допускаются $0,1...0,2^{\circ}\text{C}$, точность контроля температуры нагревателя $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$);
- высокая точность поддержания выбранных скоростей перемещения деталей установки (точность подъема тигля и затравки $\pm 1\%$, скорости вращения штоков $\pm 5\%$) [10].

Процесс выращивания монокристалла методом Чохральского состоит из следующих стадий: создание контакта затравочного кристалла с плоскостью расплава, разрачивание конуса, вывод кристалла на заданный диаметр, выращивание цилиндрической части, формирование "обратного" конуса и охлаждение выращенного монокристалла [1, 3, 19-22].

Качеству подготовки затравки должно уделяться особое внимание, а именно для изготовления затравки необходимо использовать наиболее совершенные монокристаллические слитки для минимизации риска наследования дислокаций и иных дефектов структуры, также требуется точное выведение ориентации затравки в выбранном кристаллографическом направлении при ее изготовлении. Поверхностные повреждения, возникающие при вырезке затравки из ранее выращенного монокристалла, удаляются шлифованием и последующим химическим травлением [20].

При разрачивании верхнего конуса монокристалла от размеров затравки до номинального диаметра, угол разрачивания зависит от кристаллографической ориентации затравки. Для направления $[100]$ угол разрачивания составляет более 90° . Монокристаллы, выращенные в данном кристаллографическом направлении, содержат значительные остаточные напряжения [3,22].

После выхода монокристалла антимонида индия на диаметр его устойчивый рост обеспечивается путем точного регулирования температуры расплава ($\pm 0,1^{\circ}\text{C}$) и скорости вытягивания (20-25 мм/ч) [3].

Создание "обратного конуса" на завершающей стадии роста кристалла

необходимо для предотвращения теплового удара, вызывающего увеличение плотности дислокаций в конечной части монокристалла на 1,5- 2,0 порядка при его резком отрыве от поверхности расплава в тигле.

С целью уменьшения остаточных тепловых напряжений в кристалле, его охлаждение производят в зоне нагревателя с медленным снижением температуры [20, 22].

В настоящее время ведущие мировые производители, такие как MTI (США), Wafer Technology Ltd. (Великобритания), Xiamen Powerway Advanced Material Co., Ltd. (Китай) [11-14], выращивают монокристаллы антимонида индия классическим методом Чохральского (LEC), основные характеристики которых приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Основные характеристики монокристаллов антимонида индия зарубежных производителей

Характеристики	Производители			
	Wafer Technology Ltd. Великобритания	Galaxy Compound Semiconductors, Inc. (США)	MTI Corporation (США)	Xiamen Powerway Advanced Material Co., Ltd. (Китай)
Диаметр слитка, мм	100	100	100	100
Метод выращивания	LEC	LEC	LEC	LEC
Направление выращивания	<211>	<211>	<211>	<211>
Плотность дислокаций, ND, см ⁻²	≤50	≤ 100	≤100	≤100
Концентрация свободных н.з., n, см ⁻³	3×10 ¹⁴ - 1×10 ¹⁸	3×10 ¹⁴ - 1×10 ¹⁸	3×10 ¹⁴ - 1×10 ¹⁸	3×10 ¹⁴ - 1×10 ¹⁸
Подвижность н.з, см ² /В×с	≥2,5×10 ⁴	≥2,5×10 ⁴	≥2,5×10 ⁴	≥2,5×10 ⁴

Преимуществом классического метода Чохральского (LEC) является сохранение постоянного состава расплава в течение всего процесса выращивания монокристалла и предотвращение повышенного образования точечных дефектов. Однако, наличие слоя флюса существенно усложняет процесс выращивания, увеличивая инерционность воздействия на тепловые условия, возможность

загрязнения расплава материалом флюса и значительно повышая трудоемкость процесса, по сравнению с используемым в России модифицированным методом Чохральского.

1.3 Модифицированный метод Чохральского для выращивания монокристаллов антимонида индия

Разработанный в АО «Гиредмет» модифицированный метод Чохральского выращивания монокристаллов аппаратурно и технологически реализован для антимонида индия диаметра до 50,8 мм. Данный метод является энергоэффективным и позволяет устранить трудоемкие и материалоемкие технологические операции по синтезу и зонной плавке для получения исходных поликристаллов и замене их на совмещенный процесс синтеза и выращивания [15, 23].

Синтез антимонида индия проводится путем сплавления исходных компонентов In и Sb в стехиометрическом соотношении в установке для выращивания кристаллов методом Чохральского, в результате чего, согласно диаграмме состояния, представленной на рисунке 5, происходит образование химического соединения InSb.

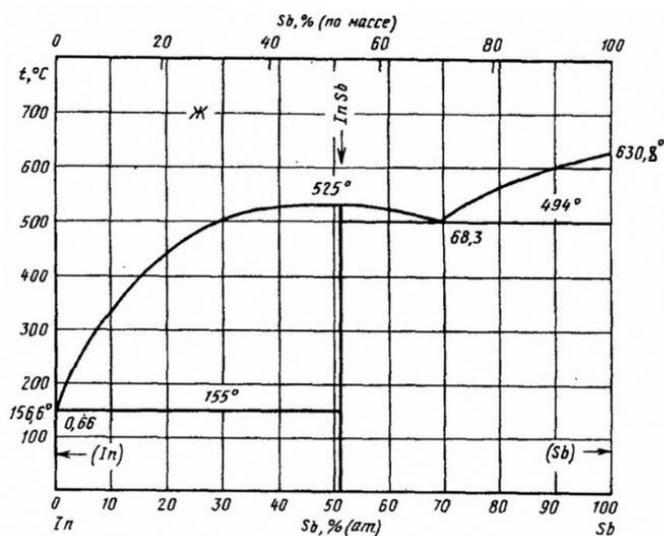


Рисунок 5 – Диаграмма состояния системы InSb [24]

При этом особое значение приобретает чистота исходных материалов, которая не должна быть менее 99,9999 масс.%, а также условия проведения синтеза и дополнительной очистки расплава от нежелательных примесей с помощью специальных технологических приемов (использования восстановительной атмосферы, фильтрующей кварцевой оснастки и вытягивания поликристаллического материала на затравку). Монокристаллы антимонида индия с заданными свойствами выращиваются на второй стадии процесса после удаления начального и конечного конусов поликристалла. При необходимости проводится легирование, добавляется соответствующая примесь на стадии получения монокристалла [15, 23].

Кроме того, неотъемлемой частью процесса выращивания монокристаллов является посткристаллизационный отжиг, проводимый непосредственно в установке, режим которого подбирается экспериментально. Все технологические решения, разработанные в АО «Гиредмет», защищены патентами РФ для диаметра 50,8 мм [3,4].

В таблице 2 показано сравнение основных технологических операций классического и модифицированного методов Чохральского и для выращивания монокристаллов антимонида индия.

Таблица 2 – Сравнение основных технологических операций классического и модифицированного методов Чохральского

Этап	Метод Чохральского (ЛЕС)	Модифицированный метод Чохральского
1.Подготовка сырья	Качество исходных материалов >99,999 масс.%	Качество исходных материалов >99,9999 масс.%
2.Синтез антимонида индия	Синтез шихты из подготовленного сырья при высоком давлении	Выращивание поликристаллического антимонида индия на затравку из подготовленного сырья в установке Чохральского
3.Зонная перекристаллизация	Зонная перекристаллизация	—

Этап	Метод Чохральского (ЛЕС)	Модифицированный метод Чохральского
	синтезированного материала (шихты)	
4.Выращивание монокристалла	Выращивание монокристалла на затравку под слоем флюса при избыточном давлении инертного газа	Выращивание монокристалла из полученного на предыдущей стадии поликристаллического материала на затравку в вакууме с последующим отжигом непосредственно в печной камере с заданным режимом термической обработки
5.Отжиг	Отжиг в печах сопротивления с заданным режимом термической обработки	—

Модифицированный метод в настоящее время используется в РФ для выращивания монокристаллов антимонида индия в различных кристаллографических направлениях [100], [111], [211] диаметром до 50,8 мм.

Учитывая известные достоинства и недостатки классического метода Чохральского, представленные в таблице 2, в настоящей диссертационной работе для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм реализован модифицированный метод Чохральского.

1.4 Дефекты структуры в монокристаллах антимонида индия

В группе полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ антимонид индия обладает самым высоким структурным совершенством [25]. В антимониде индия, как и в других полупроводниковых соединениях группы $A^{III}B^V$, в процессе выращивания монокристаллов, на их поверхности, наблюдаются трехмерные дефекты, такие как: двойники, ламели, малоугловые границы, полосы роста. Одномерные и двухмерные дефекты не наблюдаются визуально, а выявляются селективным

травлением для их характеристики с использованием оптического микроскопа. К одномерным дефектам относятся межузельные атомы, вакансии, атомы замещения, дефекты Френкеля и Шоттки. К двумерным дефектам относятся дислокации. Все вышеуказанные виды дефектов существенно влияют на качество изготавливаемых ИК ФПУ, однако дислокации представляют наибольший интерес для изучения их влияния как на свойства материала, так и на параметры приборов.

Структура монокристаллов антимонида индия характеризуется параметром EPD (плотность ямок травления, см^{-2}), который соответствует плотности дислокаций в кристалле. В нелегированных монокристаллах антимонида индия плотность дислокаций в среднем находится на уровне от 1×10^2 до $5 \times 10^3 \text{ см}^{-2}$ и может увеличиваться с увеличением диаметра монокристалла в связи с изменением температурных градиентов на фронте кристаллизации [26]. Методика выявления дислокаций не определяет итоговое количество дислокаций в объеме материала, поскольку не все дислокации могут быть селективно выявлены, при этом погрешность оценки составляет 50% [27].

В отечественной практике для выявления дислокаций используют полирующий и селективный травители. После селективного травления, как правило, наблюдаются ямки двух типов: темные ямки с видимым глубоким дном, а также «пустые» светлые ямки, конфигурация и расположение которых идентичны темным ямкам. Следует отметить, что два типа ямок наблюдаются и в других соединениях « $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ », а также и в элементарных полупроводниках [28].

Авторы работы [29] показали, что «пустые» ямки не имеют значительной глубины и исчезают при послойном травлении. Однако, в работе [29] сообщается о наличии 6 типов дислокаций в монокристаллах антимонида индия, часть из которых не вытравливается даже при селективном травлении. Поэтому присутствие «пустых» ямок практически во всех нелегированных монокристаллах антимонида индия в количествах от 1×10^2 до $5 \times 10^3 \text{ см}^{-2}$ может быть связано как с наличием дислокаций, не выявляемых травлением, так и с образованием скоплений точечных дефектов в кристаллах. Несмотря на то, что монокристаллы

антимонида индия являются совершенными по своей структуре в ряду соединений $A^{III}B^V$, существование в них скоплений точечных дефектов, природа которых остается не ясной, оказывает негативное влияние на характеристики матричных ФПУ [30].

1.5 Современные тенденции развития процессов выращивания монокристаллов антимонида индия и изготовления полированных пластин

Основной тенденцией развития технологии получения всех соединений $A^{III}B^V$ является увеличение диаметра получаемых монокристаллов при сохранении всех требований к их структурному совершенству и электрофизическим свойствам, в первую очередь, низкой плотности дислокаций.

До настоящего времени максимальный диаметр монокристаллов антимонида индия, выращиваемых в АО «Гиредмет», не превышал 50,8 мм. С учетом требований, выдвигаемых разработчиками многоэлементных матриц, использующих в настоящее время в качестве элементной базы кристаллы диаметром более 50,8 мм, появилась необходимость конструирования и изготовления новых установок с увеличенным объемом ростовых камер, определения размеров графитовых тепловых узлов и кварцевой оснастки, а также оптимизации тепловых и динамических условий выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм [15]. При этом для определения оптимальных режимов выращивания монокристаллов увеличенного диаметра целесообразно применение математического моделирования- проектирования установки. [31].

До 2000-х годов подложки с ориентациями (100) и (111) вырезали из монокристаллов, выращенных в направлении $[211]$ под углами к оси роста $54,74^\circ$ и $19,47^\circ$ соответственно [32-34]. На сегодняшний день основным направлением развития отечественной оптоэлектроники является использование разработчиками приборов подложек антимонида индия с ориентацией поверхности (100) [35]. В связи с этим актуально создать технологию выращивания монокристаллов

антимонида индия диаметром до 100 мм в кристаллографическом направлении (100).

Конечным продуктом полного технологического цикла производства монокристаллов и получения полированных пластин антимонида индия, востребованного отечественным и мировым рынками, являются подложки, отвечающие всем требованиям к последующей технологической операции – эпитаксиальному росту. Все, указанные выше, зарубежные фирмы-производители, обеспечивают поставку не монокристаллов, которые на сегодняшний день являются «полуфабрикатом», а готовых полированных пластин. [36-38]

Отдельные механические и химико-механические технологические операции изготовления полированных пластин выполняются отечественными разработчиками приборов на своих производственных площадках, в отрыве от процесса выращивания монокристаллов. Мировой опыт показывает, что выращивание монокристаллов и получение полированных пластин антимонида индия совмещают в одном технологическом процессе [39], поэтому разработка в Российской Федерации комплексной технологии выращивания монокристаллов и получение конечного готового продукта, востребованного на рынке, в виде полированных пластин («подложек»), реализована для обеспечения технологической независимости РФ.

1.6 Анализ операций в технологии изготовления полированных пластин антимонида индия

Операции стандартной технологии изготовления односторонне- и двухсторонне-полированных пластин из монокристаллических слитков антимонида индия включают: 1) обработку боковой поверхности монокристалла до цилиндрической формы и заданного диаметра, 2) нанесение ориентационных срезов (базового и дополнительного) в соответствии со стандартами SEMI, 3) разделение (резку) монокристалла на пластины заданной толщины; 4) индивидуальную обработку боковой поверхности каждой отрезанной пластины

по профилю фасочным инструментом; 5) механическую обработку (притирка/шлифование) пластин и химическое травление шлифованных пластин; 6) операции полирования шлифованно-травленных пластин; 7) очистку и отмывку полированных пластин; 8) герметичную упаковку пластин (рисунок 6)

На рисунке 6 представлена схема стандартного технологического маршрута производства полированных пластин антимолида индия.

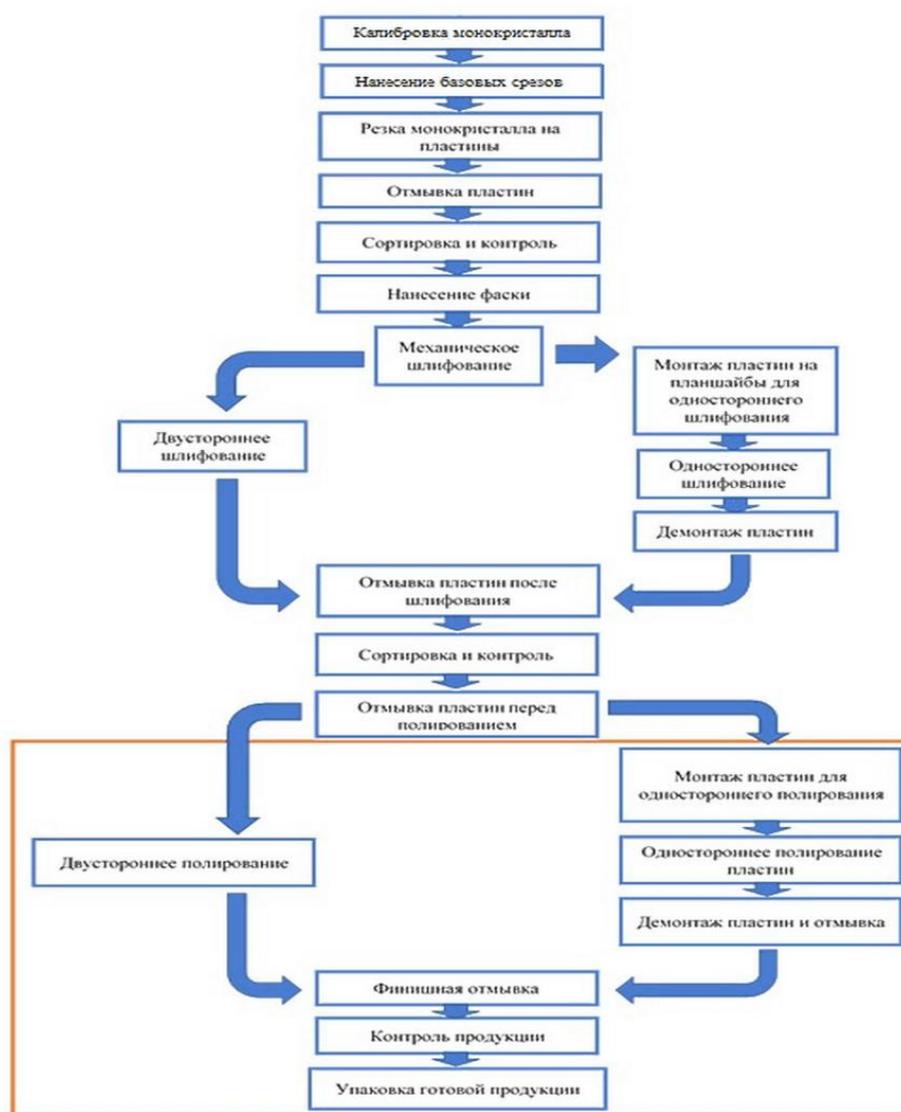


Рисунок 5 – Схема стандартного технологического маршрута производства полированных пластин антимолида индия

В технологический маршрут получения полированных пластин включают контроль толщины пластин и ориентации поверхности; определение наличия

сколов после операции обработки боковой поверхности фасочным инструментом; наличие царапин на шлифованных пластинах. Полированные пластины подвергаются финишному контролю макрогеометрических параметров и микрошероховатости [39].

1.6.1 Калибрование монокристалла и нанесение ориентационных срезов

Соответствующая заданным электрофизическим и структурным параметрам часть монокристалла подвергается механической обработке, а именно, калиброванию по диаметру и нанесению кристаллографических ориентационных срезов (базовый срез – б.с., дополнительный срез – д.с.). Величины этих геометрических параметров должны соответствовать значениям, установленным Международной системой стандартов - SEMI Standards [40], данные стандарты представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Значения диаметров и ориентационных срезов на пластинах

Диаметр, мм	Величина б. с., мм	Расположение б. с.	Величина д. с., мм	Расположение д. с.
50,8	16±1,0	EJ (0-1-1)	8±1,0	EJ (0-11)
76,2	22±2,0	EJ (0-1-1)	11±2,0	EJ (0-11)
100,0	32±2,5	EJ (0-1-1)	18±2,5	EJ (0-11)

Калибрование кристалла заключается в удалении материала с цилиндрической поверхности монокристалла с помощью шлифования по образующей монокристалла до достижения требуемого диаметра, указанного в таблице 3. Операция выполняется на круглошлифовальном станке, на котором обеспечивается вращение обрабатываемого монокристалла и абразивного инструмента, а также их перемещение относительно друг друга [41].

На круглошлифовальном станке можно обрабатывать изделия:

- методом продольной подачи,
- методом поперечной подачи.

При обработке методом продольной подачи необходима реализация различных направлений движения (четыре вида): вращательное движение, сообщаемое абразивному инструменту (кругу, диску); вращательное движение, сообщаемое обрабатываемой поверхности монокристалла (круговая подача); продольное перемещение обрабатываемого изделия на величину подачи; непрерывное перемещение шлифовальной бабки на величину поперечной подачи.

При обработке кристалла методом поперечной подачи необходимы три движения: движение резания (вращение абразивного инструмента), вращение монокристалла и поперечная подача (перемещение абразивного инструмента).

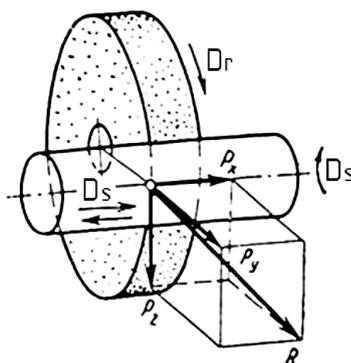
Для обработки боковой поверхности монокристалла, а именно его калибрования до заданного диаметра, чаще всего применяется метод продольного шлифования. Для этого на станке закрепляются торцы кристалла, выведенные в требуемую кристаллографическую плоскость с максимально возможной точностью. Зафиксированный кристалл приводится во вращение, а его продольное перемещение выполняет механизм подачи, который изменяет положение заготовки относительно абразивного инструмента [42].

Процесс обработки на круглошлифовальном станке состоит из взаимосвязанных процессов: 1) удаления материала; 2) упругого деформирования технологической системы; 3) относительного перемещения элементов технологической системы; 4) теплоотвода; 5) изнашивания абразивного инструмента; 6) макро- и микроформообразования [43].

Съем материала на круглошлифовальном станке всегда обусловлен приложением сил в зоне контакта абразивного инструмента и обрабатываемого кристалла. Именно от этих сил зависят параметры всей технологической системы обработки боковой поверхности. Калибровка монокристалла до требуемого диаметра посредством съема материала абразивным инструментом сопровождается действием силы R (рисунок 7), которая отделяет слой материала от обрабатываемой поверхности.

Сила резания или равнодействующая сила (R) сопротивления резанию при шлифовании на круглошлифовальном станке может быть разложена на три

взаимно перпендикулярные составляющие.

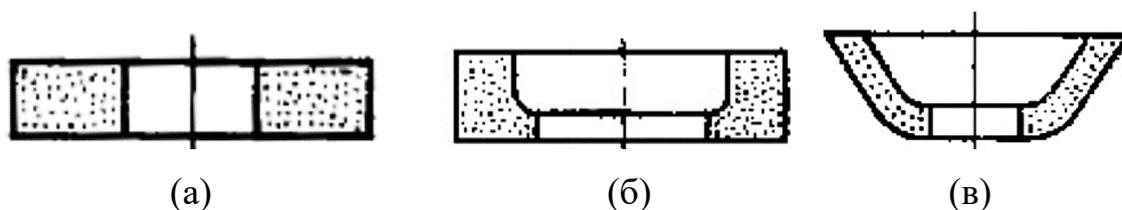


P_x – осевая сила подачи; P_y – радиальная сила; P_z – тангенциальная сила
Рисунок 7 – Распределение сил и равнодействующая при обработке боковой поверхности кристалла прямоугольным абразивным инструментом

Наибольшей из сил является радиальная сила P_y , отжимающая кристалл от абразивного инструмента и деформирующая в горизонтальной плоскости. Большее значение P_y по сравнению с P_z связано с тем, что внедрение зерен абразивного круга в обрабатываемую поверхность затруднено их неправильной геометрической формой. По величине P_z определяется мощность станка, т. е. мощность, которой достаточно и для вращения абразивного инструмента, и для вращения заготовки.

При выборе режимов калибровки монокристалла антимонида индия, имеющего низкие прочностные характеристики (особенно по плоскостям спаянности), необходимо обеспечить минимальное значение радиальной силы P_y , а значит достичь минимального значения глубины нарушенного слоя по образующей. Задачу следует решать комплексно посредством выбора абразивного инструмента, толщины снимаемого слоя, скорости движения инструмента по образующей и подачи смазочно-охлаждающей жидкости (СОЖ) [44, 45].

Абразивные инструменты различаются по геометрической форме и размерам, типу абразивного материала, зернистости, связки, твердости и структуре. Для калибровки полупроводниковых кристаллов применяются не только прямоугольные инструменты. Примеры абразивных инструментов для калибровки монокристаллов приведены на рисунке 8.



а) прямоугольного профиля; б) чашечного цилиндрического профиля;
в) чашечного конического профиля
Рисунок 8 – Примеры абразивных инструментов

Для калибрования монокристаллов антимонида индия может быть применён также трубчатый инструмент.

Аналогично выбору инструмента на операции калибрования необходимо осуществить весь комплекс по исследованию и выбору оптимальных условий процесса [46].

Нанесение ориентационных срезов

Для нанесения срезов используется плоскошлифовальный станок. В отличие от круглошлифовального станка плоскошлифовальный станок позволяет обрабатывать поверхности с помощью абразивного инструмента, который вращается и снимает слои материала, при этом рабочий стол с заготовкой совершает движения подачи без кругового вращения обрабатываемого изделия (Рисунок 9).



Рисунок 9 – Формирование базового среза на монокристалле.

Станки для плоского шлифования делятся:

1) по принципу работы:

- шлифующие периферией круга
- шлифующие торцом круга;
- 2) по форме стола и характеру его движения:
 - с возвратно-поступательным движением стола
 - с вращательным движением стола.
- 3) по расположению шпинделя
 - горизонтальные;
 - вертикальные;
- 4) по форме стола:
 - с круглым столом;
 - с прямоугольным столом.

Продольное перемещение стола обеспечивается гидравлическим цилиндром, шток которого соединен непосредственно со столом.

Скорость продольного перемещения стола регулируется. Периодическая поперечная подача предназначена для поперечного перемещения шлифовальной бабки и осуществляется за каждый одинарный или двойной ход стола в процессе обработки. Поперечное перемещение задается в долях ширины абразивного инструмента. Для правки абразивного инструмента и установочных перемещений шлифовальной бабки имеется непрерывная поперечная подача. Вертикальная подача на глубину резания осуществляется автоматическим перемещением шлифовальной бабки. Станки также имеют вертикальное ускоренное перемещение круга. Шлифовальный круг получает главное движение от электродвигателя через ременную передачу [47, 48].

Как при калибровании кристалла, так и при нанесении срезов режимы процесса (тип инструмента, размер абразивного зерна, скорость подачи на рез, величина срезаемого слоя, подача СОЖ) должны обеспечить минимальное значение глубины нарушенного слоя на создаваемых плоскостях срезов. Нанесение срезов необходимо вести без поперечного перемещения инструмента, т. е. рабочая плоскость инструмента должна быть больше ширины наносимого

среза. Это позволит исключить образование субмикронных ступенек, и, следовательно, нарушение прямолинейности среза, которое недопустимо на последующих технологических операциях совмещения при производстве приборов, особенно на операции фотолитографии.

1.6.2 Резка монокристалла на пластины

Разделение (резка) монокристаллических слитков на пластины проводится либо на станках с дисковой резкой с помощью алмазного круга с внутренней режущей кромкой (АКВР) или на станках многопроволочной резки. Процесс получения из монокристалла пластин требуемой толщины и качественной поверхности является сложным процессом и обуславливается анизотропией механических свойств монокристаллов, а также их хрупкостью. Различные способы процесса разделения монокристалла на пластины представлены в таблице 4 [15, 49, 50].

Таблица 4 – Способы прецизионной резки полупроводниковых кристаллов

№	Способ резки	Область применения	Инструмент	Ширина реза, мм	Ссылка
1	Ленточной пилой	Резка материалов разного профиля, сечения	Ленточная пила (металлическая лента) с абразивной суспензией	0,8÷1,3	[51]
2	Полотнами	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Набор стальных полотен и абразивная суспензия	0,4÷0,45	[52]
3	Проволокой	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Проволока и абразивная суспензия	0,2÷0,3	[53]
4	Ультразвуковая	Резка пластин на кристаллы	Групповой инструмент	0,2÷0,4; 0,5 и более	[54] [55] [56]
5	Алмазными кругами	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Алмазный круг с внутренней режущей кромкой	0,32÷0,36	[57] [58]

№	Способ резки	Область применения	Инструмент	Ширина реза, мм	Ссылка
6	Алмазными кругами	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Алмазный круг с внешней режущей кромкой	1,1÷1,3	[51]
7	Штрипсами	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Набор стальных полотен, шаржированных алмазами	0,25÷0,3	[51]
8	Проволокой, армированной алмазами	Резка кристаллов полупроводниковых материалов на пластины	Проволока из нержавеющей стали, покрытая алмазами	0,24÷0,28	[49] [50]
9	Электроискровая	Резка токопроводящих материалов, прорезки пазов и тонкоструктурных сеток в деталях приборов	Проволочный электрод	0,13÷0,25	[59] [60]
10	Электрохимическая	Резка слитков полупроводниковых материалов на пластины	Проволочный электрод	0,4	[61]
11	Анодно-механическая	Резка заготовок любой твердости, сечения и размеров	Диск, лента, проволока	0,5÷2,0	[62]
12	Электронно-лучевая, лазерная	Размерная обработка микродеталей электронного приборостроения, резка узких пазов и щелей, образования точных сеток, перфорирования деталей из жаропрочных и труднообрабатываемых материалов	Электронный луч, лазерный луч	0,005÷0,2	[51]
13	Плазменной струей	Резка заготовок из цветных металлов, высоколегированных труднообрабатываемых сталей, тугоплавких металлов и соединений	Плазма	1÷2	[51]
14	Взрывом	Резка	Сила взрыва	-	[51]

№	Способ резки	Область применения	Инструмент	Ширина реза, мм	Ссылка
		крупногабаритных заготовок фасонного профиля из труднообрабатываемых материалов			
15	Электро-алмазная или электро-литическая	Резка токопроводящих и труднообрабатываемых материалов, резка пазов	Токопроводящий круг	0,5÷2	[63]
16	Полотнами или проволокой с наложением ультразвуковых колебаний	Резка слитков полупроводниковых материалов на пластины	Металлические полотна или проволока совершают возвратно-поступательные движения, ультразвуковые колебания сообщаются разрезаемому слитку	0,2÷0,35	[64] [65]

В таблице 4 представлены различные способы резки материалов, в которых применяются разнообразные методы направленного разрезания кристалла на пластины.

Использование ленточной пилы, полотен, штрипсов, алмазных кругов с внешней режущей кромкой приводит к большим потерям материала, вследствие значительной ширины пропила, а также неоднородности толщины отрезанной пластины (разброс толщины по пластине и разброс толщин пластин в партии составляет 25 -80 мкм).

Применение ультразвуковой, электроискровой, электрохимической, анодно-механической технологии резки монокристаллов также не получило распространения, что обусловлено рядом причин, особенно, неравномерностью значения плоскостности пластины и разброса её толщины.

Не получили применения в технологии резки монокристаллов и такие методы, как электроискровая, электрохимическая, анодно-механическая, электроннолучевая, лазерная, плазменная, что связано со значительным

энергетическим воздействием на структурное совершенство приповерхностного слоя отрезанной пластины

Из перечисленных способов прецизионной резки для разделения монокристаллов на пластины широкое аппаратное применение получили два способа: резка монокристаллов алмазными кругами с внутренней режущей кромкой (поз.5 таблицы 4) и проволокой (поз.3 и 8 таблицы 4). Технология резки алмазными кругами длительное время была преобладающей, поэтому был создан обширный парк станков в различных фирмах (ПО «Донец», «STC» США, «Mejer Burger» Швейцария), разработаны оптимальные условия изготовления применяемых отрезных дисков, а также исследованы теоретические основы такого процесса резки [66], детально разработаны аспекты технологии этого процесса.

Недостатком выполнения технологической операции резки на станках с АКВР-датель словами являются большие потери разрезаемого кристалла, так как ширина пропила при отрезании каждой пластины составляла 320 – 350 мкм, а, следовательно, потери монокристаллического материала достигали 25 -35 %.

К недостаткам этой операции относится также то, что две стороны отрезанной пластины имеют различную глубину повреждений. Это явление обусловлено самим принципом единичного отрезания каждой пластины от кристалла, так как в нем заложено различное формообразование двух сторон пластины – одна сторона при резке принадлежит статически закреплённому кристаллу, а другая принадлежит отгибающейся мембране. Неравнозначность сторон неизбежно приводит к снижению значения предельного усилия, приводящего к разрушению отрезанной пластины. Так чтобы отрезать пластину (даже диаметром 50,8 мм) без её разрушения, необходимо преднамеренно увеличить её толщину до 1300 мкм. Следовательно, для получения полированной товарной пластины толщиной 525 мкм приходится удалять не 150-175 мкм (припуск на обработку), а более 700 мкм. Поэтому важен выбор более оптимального способа резания на пластины монокристаллов антимонида индия – проволочная резка.

Современный вид проволочной резки имеет принципиально иную систему движения режущего инструмента, а именно, постоянное обновление проволоки в рабочей зоне резки. Это позволяет получать постоянную величину реза, так как диаметр проволоки не уменьшается из-за ее истирания, при этом также практически исключается её обрыв. При многопроволочной резке обе стороны всех отрезанных пластин имеют идентичную фактуру и одинаковую глубину механических повреждений.

В современной проволочной резке существуют два типа систем обеспечения зоны резки абразивом: в виде суспензии на основе абразивного порошка, например, карбида кремния (поз. 3 таблицы 4) или в виде алмазных абразивных зерен, закреплённых на проволоке (поз. 8 таблицы 4). При оптимальных режимах резки с использованием свободного абразивного порошка карбида кремния процесс выполняется в основном в режиме притирки, а во втором случае – в режиме шлифования т. е. резания. Для особо хрупкого InSb предпочтительней будет процесс прецизионного хрупкого разрушения – притирка, что позволит уменьшить глубину нарушений и, что весьма важно, снизить её неравномерность по образованной площади пластины. Щадящий процесс резки может быть выполнен, например, на станках многопроволочной резки фирмы «Takatori» [67].

Основными параметрами выбранного процесса резания монокристалла на пластины являются: размер частиц абразивного материала; соотношение твердого и жидкого компонентов абразивной суспензии; скорость движения проволоки; натяжение проволоки; скорость подачи рабочего стола; температура абразивной суспензии [67].

Пошаговый выбор оптимальных значений перечисленных параметров позволяет на стадии создания опытно-промышленного производства решить задачу по резке столь хрупкого материала, которым является монокристаллический антимонид индия, особенно ориентации (100) [68].

Полученные пластины после разрезания монокристалла тщательно очищаются от шлама и направляются на отмывку в УЗ ваннах. Затем пластины

подвергаются всестороннему контролю – по геометрическим параметрам, качеству поверхностей и, особенно, по кристаллографической ориентации поверхности резаных пластин. Ведь метод проволочной резки в отличие от дисковой является групповым, и тогда кристаллографическая ошибка при ориентации кристалла на станке приведёт к браку всех пластин порезанного кристалла. Следовательно, ориентационное закрепление кристалла на станок является строго прецизионной операцией. Поэтому, кроме тщательного выведения в кристаллографическую плоскость торца кристалла, необходимо создавать приспособления и приемы для решения этой задачи.

Таким образом наиболее целесообразным процессом разделения (резки) монокристаллов антимонида индия на пластины является многопроволочная резка со свободным абразивом, так как она обеспечивает меньшие механические напряжения в пластинах по сравнению с дисковой резкой АКВР и позволяет отрезать более тонкие пластины, увеличивая таким образом выход годных пластин, а также имеет высокую производительность.

1.6.3 Обработка боковой поверхности пластин

После операции контроля ориентации поверхности и толщины, очищенные (резаные) пластины поступают на операцию обработки их боковой поверхности – нанесение фаски.

Размеры и параметры создаваемой фаски на пластине определяются выбранным инструментом. Таким инструментом могут служить фасочные изделия фирмы «Nefec, Inc» США, которые позволяют наносить двустороннюю фаску с параметрами по стандарту SEMI M73-0125, включая углы скоса и глубину фаски [69]. Форма фаски строго определённая в соответствии с требованиями международного стандарта, которые предъявляются на последующих операциях изготовления приборов.

При выборе станка для нанесения фаски на пластину InSb требуется учесть основной фактор – её повышенную хрупкость, поэтому станок должен

обеспечивать минимальное усилие прижима инструмента от 2 до 4 гр. и его высокие точностные параметры.

Обычно в практике боковая поверхность пластин подлежит обработке в следующей последовательности. На операции калибрования кристалла устанавливается конечный номинал диаметра товарной пластины. Соответственно, на последующей операции нанесения срезов их величина тоже устанавливается номинальная. В таком маршруте на операции обработки боковой поверхности наносится лишь фаска требуемой формы, а величины диаметра и срезов не меняются.

Существует и другой подход при выполнении обработки боковой поверхности пластин – фаска наносится с одновременным доведением диаметра и срезов до номинальных величин [70]. Такое возможно при использовании разработанного отечественного станка обработки кромки.

1.6.4 Шлифование и химическое травление пластин

Отмытые пластины после операций резки и нанесения фаски подвергаются механической обработке шлифованием с целью обеспечения планарности поверхности пластины и ее заданного отклонения от номинала толщины (TTV). Существуют два основных метода шлифовки полупроводниковых пластин: с помощью шлифовального круга – шлифование и с использованием суспензии на основе шлифовальных порошков – притирка [39, 71].

Кроме достижения требуемой планарности и заданного отклонения от номинала толщины пластины, её поверхность после шлифования должна характеризоваться однородностью глубины повреждённого слоя, что продиктовано последующими химическими процессами. В случае неоднородной глубины поврежденного слоя скорости протекания химических процессов в разных точках поверхности пластины будут разными, что приведёт к нарушению уже достигнутой шлифовкой планарности пластины. Различие в глубине и однородности расположения нарушенного слоя, получаемые на шлифованной

поверхности от обработки инструментом с закреплёнными абразивными зёрнами, от шлифования суспензией на основе свободных абразивных зёрен заключается в том, что дефекты на поверхности пластины от обработки шлифовальным инструментом расположены неравномерно, а по следам от режущих кромок алмазного инструмента, в виде дорожек из скоплений дефектов, тогда как на шлифованных пластинах абразивной суспензией все дефекты расположены равномерно по площади пластины. Следовательно, при выборе типа шлифования пластин антимонида индия выбран процесс притирки суспензиями со свободным абразивом [72].

При выборе шлифовального оборудования следует учесть требуемое геометрическое совершенство пластин. На станках одностороннего шлифования требуется выполнить двукратный монтаж-перемонтаж пластин с применением клеящих композиций, что значительно снижает геометрическое совершенство обработанных шлифовкой пластин и дополнительно загрязняет их, поэтому процесс предпочтительнее вести на станках двустороннего шлифования.

На операции шлифования необходимо определить оптимальные размеры и тип абразивных зёрен, а также механизм процесса шлифования, обеспечивающего минимальные нарушения поверхности пластин.

По своей структуре известны абразивные порошки двух типов: с условно плоской гексагональной формой (типа силикат алюминия) и острой краеугольной формой (окись алюминия).

В результате механического шлифования (притирки) происходит съём материала с поверхности, вследствие его деформации. Выделяют два основных вида деформации: пластическая и упругая. В первом случае происходит изменение исходной формы поверхностного слоя пластины при приложении нагрузки, которая после снятия нагрузки не восстанавливается. Во втором случае происходит только временное изменение структуры материала. Механизм этих изменений обусловлен ростом внутренних напряжений при приложении внешней нагрузки. Возникновение внутренних напряжений приводит к образованию дислокаций, двойников или иных структурных

дефектов в материале. При этом после снятия внешней нагрузки упругая деформация полностью исчезает, а исходная форма деформируемого тела восстанавливается. При достижении определенного предела деформации происходит разрушение, сопровождающееся образованием трещин, которому обязательно предшествует пластическая деформация материала в микрообъеме [72-75].

Для антимонида индия характерны упругие свойства с относительно малой пластической составляющей. При этом его механическая обработка посредством вдавливания зерен свободного абразива, как правило, происходит с хрупким разрушением. Увеличенные нагрузки приводят к образованию деформированных областей, которые переходят в микротрещины в приповерхностных слоях. Эти микротрещины от поверхности проникают в обрабатываемый материал на определенную глубину. В результате одновременного воздействия на поверхность пластины большого количества зерен в приповерхностных слоях образуется густая сеть пересекающихся трещин, которые приводят к выкалыванию материала под действием касательных нагрузок со стороны абразивных зерен с образованием впадин и выступов. Глубина микротрещин и «выколок» зависит главным образом от формы и размера зерна, природы абразивного порошка, а также определяется механической прочностью монокристаллического материала [76, 77]. В поверхностном слое пластины с нарушением монокристалличности условно выделяют 4 зоны: 1-я – рельефно-поликристаллическая зона; 2-я – трещиноватая зона; 3-я – зона упругих напряжений и дислокаций; 4-я – зона повышенной плотности дислокаций.

Для рельефной зоны (как правило она составляет 0,3 - 0,5 средней высоты неровностей) характерны следующие виды нарушений и дефектов монокристаллической структуры: сколы, трещины, выступы и впадины различных размеров.

В трещиноватой зоне обычно присутствуют микротрещины, концы трещин, выходы дислокаций, дислокационные петли и сетки, точечные и

другие дефекты. Толщина рельефной зоны как правило в 3-6 раз превышает толщину первой рельефной зоны. Наличие трещин во второй зоне обычно приводит к появлению в слое, лежащем под ней, напряжений и дислокаций, плотность которых монотонно уменьшается с глубиной [72].

Таким образом, для операции шлифования, требуется экспериментально установить оптимальный размер абразивных зерен и их тип, что обеспечит минимальные величины трещиноватого и пластически деформированного слоев [78].

При выборе типа абразивных частиц необходимо учесть следующее положение.

Глубина трещиноватого слоя ($h_{\text{тр.сл.}}$) обрабатываемой поверхности определяется глубиной образования боковых трещин (h_t) по формуле (5) [79]:

$$h_{\text{тр.сл.}} = h_t = \alpha_1 \cdot \frac{E^{1/2}}{H} \cdot F^{1/2} \quad (5)$$

где F – «нормальная» нагрузка на нагружаемую абразивную частицу;

E – модуль Юнга рабочей поверхности;

H – твердость обрабатываемого материала;

α_1 – коэффициент, зависящий от формы абразивной частицы, в долях единицы.

Для абразива с плоской гексагональной формой зерна $\alpha_1=0,52$, а для абразива с острой краеугольной формой зерна $\alpha_1=0,71$.

При шлифовании абразивными порошками внедрение зерен различной формы в обрабатываемый материал можно уподобить внедрению единичных инденторов различной формы:

– плоских штампов мелких для абразива с плоской гексагональной формой зерна;

– конических инденторов для абразива с острой краеугольной формой зерна.

Для инденторов различной формы глубина проникновения в материал

зависит от приложенной нагрузки:

– $F \sim h$ – в случае плоского индентора (штампа),

– $F \sim h^2$ – в случае конического индентора (острого),

где h – глубина проникновения абразивного зерна в обрабатываемый материал.

Различие в функциональной форме зависимости усилия на индентор и глубины внедрения индентора ведет к различной глубине образования боковых трещин, ответственных за отслоение и сьем материала.

Глубина проникновения абразивного зерна в обрабатываемую поверхность (h) определяется формулой (6) [79]:

$$h = 2R \left(1 + \left(\frac{H}{H_c} \right)^{1/2} \right)^{-1} \quad (6)$$

где: $R = d_3/2$ – радиус абразивной частицы;

H_c – твердость материала абразива;

H – твёрдость монокристалла;

d_3 – средний размер абразивной частицы.

Если учесть, что глубина образования боковых трещин определяется глубиной проникновения индентора, то в конечном итоге произведенные расчеты величин трещиноватого слоя для абразива с острой краугольной формой по отношению к абразиву с плоской гексагональной формой выражаются соотношением 7:3. Исходя из представленного материала нами выбран абразив с плоской гексагональной формой.

Исследование и выбор размера основной фракции абразива, состав суспензии, удельные нагрузки на различных этапах процесса шлифования и последовательность этапов процесса весьма важны на этапе шлифования.

Шлифованные пластины подвергаются очистке и затем химико-динамическому травлению.

Очистка шлифованных пластин обычно выполняется в ультразвуковых ваннах. Учитывая высокую химико-сорбирующую способность протравленной

поверхности шлифованной пластины, требуется исключить контактное прикосновение к поверхностям пластины, содержащим продукты шлифования и прикасаться только к боковой поверхности. В противном случае на поверхности (не отмытых пластин) обычно остаются несмываемые пятна, которые нарушают равномерность фронта травления, т.е. нарушается достигнутая шлифовкой плоскостность пластины.

Очищенные шлифованные пластины направляются на операцию травления. Ее цель – убрать напряжённую рельефно-трещиноватую часть нарушенного слоя, имеющуюся на поверхности пластины после операции шлифования. Изменения структуры материала, нарушение монокристалличности, приводит к изменению энергии связей атомов в этих слоях и изменению их химического потенциала, что влияет на кинетику реакций на следующей операции химико-механического полирования. Этой операцией достигается однородность скоростей последующих химических реакций по всей поверхности пластины и по её глубине при химико-механической полировке.

Полирующее травление пластин полупроводниковых соединений $A^{III}B^V$ выполняется в аммиачно-перекисном растворе, состава: 1000 мл деионизованной воды, 100 мл перекиси водорода (36-40) % и 30 мл водного раствора аммиака. Процесс выполняется при температуре от 20 до 24 °С в течение 25 с. Съём материала составляет по 7–10 мкм с каждой стороны пластины. Протравленные пластины промываются в растворе щавелевой кислоты 10% и в деионизованной воде.

Все пластины после травления сортируются по разбросу толщины ± 5 мкм на группы, которые направляются с диапазоном значения толщины в 5 мкм. Это требование предъявляется на последующей операцией групповой обработки пластин – полировании. Загружаемые пластины в сепараторы станка двустороннего полирования (ДСП), должны отличаться между собой по толщине не более, чем на $\pm 2,5$ мкм (5-ти микронный диапазон).

Во время этой сортировки необходимо визуально тщательно контролировать пластины на наличие скрытых рисок и, особенно, трещин, которые могут отрицательно сказаться на последующей групповой обработке – полировании.

1.6.5 Полирование пластин антимонида индия

Полирование полупроводниковых пластин удаляет нарушенный слой с рабочей поверхности пластины при сохранении ее формы, созданной при притирке. Полированные пластины не должны иметь механических макродефектов, таких как трещины и сколы [39, 80].

Основными методами полировки полупроводниковых материалов являются:

- механическая полировка;
- химическая (химико-динамическая, электрохимическая полировка, сухое травление) полировка;
- химико-механическая полировка (ХМП).

В промышленности для обработки пластин полупроводниковых материалов применяется химико-механическая полировка.

Из двух вариантов обработки – одностороннее и двустороннее полирование – двухсторонняя обработка является предпочтительной, так как позволяет сохранить геометрическое совершенство после операции притирки.

Химико-механическая полировка основана на совокупном эффекте химического и механического воздействия на материал [39].

Для материалов $A^{III}B^V$ применяются различные режимы ХМП. Суть химико-механической полировки заключается в переводе обрабатываемого материала в иную химическую форму – преимущественно в оксиды или гидроксиды и последующее механическое удаление этих соединений.

Процесс ХМП характеризуют [39]:

- 1) параметры механического воздействия:

- материал и твердость полировальника, морфологию поверхности полировальника;

- давление на пластину;

- размер и концентрация частиц абразива;

- относительная скорость между пластиной и полировальником;

- вязкость полировального раствора;

2) параметры химической обработки:

- состав и концентрации компонентов в полировальной суспензии (смеси): окислитель, комплексообразователь, абразив, диспергент для обеспечения стабильного распределения частиц абразива в растворе, пассивирующие агенты, растворитель; стабильность компонентов, рН раствора, температуру процесса;

- скорость подачи полировальной смеси;

3) параметры обрабатываемых пластин:

- геометрические параметры пластины после шлифовки;

- кристаллографическая ориентация пластины.

Указанные параметры взаимосвязаны и способны оказывать влияние друг на друга. В связи с этим целесообразен предварительный анализ их взаимозависимостей.

Для ХМП в первую очередь определяется требуемое давление на пластину и относительная скорость перемещения пластины по полировальнику.

В работе [81] установлено, что при полировке пластин антимонида индия суспензией на основе коллоидного раствора диоксида кремния, перекиси водорода и лимонной или молочной кислоты при рН=4, скорости полировальника 60 об./мин, оптимальная нагрузка составляет 80 г/см². Это объясняется оптимальной толщиной слоя полировального раствора между пластиной и полировальником и соответствием скоростей химической реакции и механического удаления продуктов.

Диоксид кремния в виде коллоидных частиц (золя) является наиболее распространенным коммерческим абразивом для химико-механической

полировки пластин полупроводниковых соединений группы $A^{III}B^V$. Функция коллоидных частиц золь заключается в содействии механическому съёму материала и сорбции продуктов полировки для их удаления. Общие требования к коллоидным частицам состоят в их инертности по отношению к остальным компонентам полировальной смеси, низкой размерности частиц (десятки и сотни нанометров, чаще используют $10 \div 100$ нм [82]). В ряде работ при полировке полупроводниковых материалов группы $A^{III}B^V$ абразивные частицы не используются [83-85]. Это обуславливает иную специфику механизма полировки, где механическое удаление окисленных форм материала осуществляется сугубо полировальником.

Для ХМП полупроводниковых материалов обычно используют полиуретановые полировальники различной жесткости. Так в работе [86] показано, что более мягкие полировальники обеспечивают меньшее число дефектов на пластинах $A^{III}B^V$.

При моделировании процесса ХМП в [82,87] предпринята попытка учесть влияние площади поверхности полировальника, находящейся в контакте с поверхностью, на скорость удаления материала. Предложена ее оценка на основе преобразованной формулы Гринвуда-Вильямсона (7):

$$A_r = (f_s/C) \cdot (R_p/\sigma_p)^{1/2} \cdot (P \cdot A_w/E_{pw}) \quad (7)$$

где A – площадь контакта полировальника с пластиной;

R_p – средний радиус кривизны неровностей полировальника;

σ_p – стандартное отклонение нормального распределения высот неровностей полировальника,

P – давление,

A_w – номинальная площадь поверхности пластины,

E_{pw} – усредненный модуль Юнга пластины и полировальника (модуль упругости полировальника как правило в три раза меньше, чем материала);

f_s – поверхностная плотность выступающих неровностей полировальника, разделенных бороздами,

C – постоянная, равная $0,3 \div 0,4$, в долях единицы.

Скорость подачи полировальной суспензии влияет на кинетику химических реакций за счет подвода свежего реагента в зону реакции, массоперенос продуктов ХМП и частиц абразива (золя), а также на отвод тепла (в случае полировки при заданной температуре) и снижение/поддержание температуры в зоне реакции.

В состав полировальной суспензии помимо окислителя, абразива-золя, в полировальные смеси добавляются ряд веществ, выполняющих функции комплексообразователя, пассивирующего агента, растворителя, а также возможно добавление буферных растворов.

Типичными окислителями при ХМП пластин $A^{III}B^V$ являются: H_2O_2 , $NaClO$, $(NH_4)_2Cr_2O_7$. Химический состав суспензии определяет значение её показателя pH. В патенте [80] показано, что при полировке пластин InSb суспензией со щелочным значением pH на поверхности пластины образуются царапины. С переходом pH суспензии в кислую среду (от 7 до 2) постепенно возрастает шероховатость поверхности, при этом возрастает и скорость удаления материала.

Состав полировальной суспензии подбирается в соответствии с характеристиками обрабатываемого материала, такими как химический состав и кристаллографическая ориентация пластин. Например, оксиды индия (In_2O_3) труднорастворимы в нейтральных средах. Также очень низкая растворимость гидроксидов индия при $pH=5\div 9$ [88]. Оксиды Sb наоборот хорошо растворимы в нейтральных средах [89]. Это затрудняет процесс полирования данного бинарного соединения [90]. В связи с этим важен учет кристаллографической ориентации полируемой пластины. Таким образом, актуальным вопросом является разработка суспензии для полирования антимонида индия, которая обеспечит равномерность процессов химических превращений In и Sb.

В статье [91] приведены полировальные составы и примеры условий проведения ХМП.

Обычно процесс химико-механического полирования выполняется в несколько стадий. На первой стадии ведётся предварительное полирование, где удаляется нарушенный слой пластины. На последующем этапе финишного

полирования достигается требуемый уровень качества полированной поверхности. Процессы предварительного и финишного полирования выполняются суспензиями различного состава, при различных параметрах процесса полирования, с использованием полировальников различной текстуры их поверхности. Обычно все эти параметры являются коммерческой тайной фирм-производителей.

Эффективность процесса полирования пластин антимонида индия оценивается по ряду параметров:

- R_z – наибольшая высота профиля пластины, сумма высоты наибольшего выступа и глубины наибольшей впадины в пределах базовой длины, мкм или нм;
- R_a – среднее арифметическое значение из абсолютных значений отклонения профиля пластины в пределах базовой длины, мкм или нм;
- разнотолщинность пластины (TTV – Total Thickness variation) [18], мкм;
- плоскостность пластины (Total Indicator Reading; TIR), мкм;
- прогиб пластины (Bow), мкм;
- коробление пластины (Warp), мкм.

Также контролируются дефекты на пластине, такие как царапины, трещины, риски, сколы.

1.6.6 Очистка и отмывка пластин

После операции химико-механического полирования полупроводниковых пластин на их поверхности остаются различные загрязнения. Они могут быть как органическими, так и неорганическими. Органические загрязнения, как правило, представляют собой пленки или пятна на поверхности. Неорганическими загрязнениями обычно являются частицы различного происхождения, прежде всего, это частицы абразивных материалов (золей), ворсинки полировальника, оксиды обрабатываемого материала, которые не были десорбированы с поверхности.

Загрязнения могут присутствовать в виде молекул, ионов, атомов, которые

могут образовывать соединения между собой и с подложкой. Таким образом, они могут быть разделены по типу их физико-химического взаимодействия с поверхностью полупроводника. Физические (или механические) загрязнения (пыль, волокна, абразивные частицы, органические загрязнения) связаны с поверхностью силами физической адсорбции и для их удаления проводится очистка пластин [92].

Химически связанные с поверхностью загрязнения требуют большей энергии для их удаления с поверхности, поскольку связаны с ней силами хемосорбции. В качестве примера химических загрязнений можно назвать окисные пленки, катионы, атомы веществ, используемых на операции ХМП и др. [92].

Основные виды очистки и отмывки, используемые в современном полупроводниковом производстве, включают:

- гидромеханическую отмывку при помощи щеток;
- ультра/мегазвуковую отмывку;
- методом Марангони (отмывка, совмещенная с сушкой).

При выборе гидромеханической отмывки пластина и щетка вращаются одновременно в противоположных направлениях и омываются деионизованной водой или поверхностно-активным веществом (ПАВ). Согласно требованиям к полупроводниковому производству, деионизованная вода имеет сопротивление не менее $\sim 18 \text{ МОм} \times \text{см}$.

В качестве ПАВ используется, например, синтанол ДС-10, который представляет собой смесь полиэтиленгликолевых эфиров синтетических первичных спиртов. ПАВ, адсорбируясь на поверхности воды, вызывает значительное понижение поверхностного натяжения за счёт сил молекулярного взаимодействия с поверхностью. При этом происходит отделение твёрдых частиц и перевод их в состояние эмульсии (суспензии), которая удаляется водой [93].

Очистка при помощи ультра/мегазвуковой обработки достигается за счёт управляемой кавитации и воздействия микропотоков очищающего раствора. Управляемая кавитация характеризуется наличием стабильных и сравнительно долгоживущих пузырьков, которые не повреждают очищаемую поверхность. Это

связано с тем, что на более высоких частотах радиус кавитации и энергия схлопывания значительно меньше. При этом создаются условия для проникновения моющей жидкости в область контакта поверхности и загрязнения, силы адгезии ослабляются, и частица загрязнения переходит с поверхности пластины в объем моющего раствора. При этом более высокие частоты устраняют кавитационную эрозию, благодаря чему разрушения хрупкой пластины не происходит [93, 94].

Метод Марангони заключается в следующем: погруженные в воду пластины медленно проходят через тонкий слой изопропилового спирта, сформированного на поверхности воды. Поскольку поверхностное натяжение у спирта ниже, чем у воды, то создается градиент поверхностного натяжения, в результате которого, вода вытесняется с поверхности полированной пластины, которая становится сухой. Уходящая вода уносит с собой с поверхности примеси и частицы [95]. Таким образом, метод Марангони позволяет одновременно очистить и высушить пластину.

Другим наиболее распространённым методом сушки полупроводниковых пластин является сушка на центрифуге.

Поскольку InSb является химически активным материалом, то сухие чистые пластины необходимо упаковывать в инертной атмосфере, чтобы минимизировать взаимодействие атомов с кислородом и влагой из воздуха.

Очистка и отмывка пластин является одной из критически важных операций для изготовления продукции высокого качества, удовлетворяющего современным требованиям. Анализ литературы свидетельствует, что для очистки и отмывки пластин InSb с высокой химической активностью требуется разработать методику, которая позволит эффективно удалить загрязнения с поверхности пластин после операции ХМП.

1.6.7 Пассивация полированной поверхности пластины

Высокая реакционная способность материалов $A^{III}B^V$ обуславливает

образование на поверхности пластин нестехиометрических оксидов элементов 3 и 5 групп при их хранении в атмосфере воздуха. Химический состав и толщина оксидных слоев зависят от условий окружающей среды и изменяются во времени [39,96]. Присутствие таких естественных оксидов приводит к неоднородности свойств материала на поверхности и в объеме. К наиболее значимым из них относят повышенную плотность поверхностных состояний и появление уровней в запрещенной зоне в приповерхностных слоях. Это влияет на электронные, химические, оптические свойства пластин [97]. Наличие оксидов также сказывается на характере зародышеобразования на начальной стадии эпитаксиального роста структур на подложках и плотности дефектов в эпитаксиальных слоях [96]. Поверхностные реакции GaAs, InAs, GaSb, InSb на воздухе, включая окисление, обычно приводят к ограничению рабочих характеристик устройств, которые изготавливают на таких пластинах, из-за высокой плотности дефектов на поверхностях пластин [2]. В отличие от кремния, преимуществом которого является формирование тонкого защитного слоя SiO₂ практически постоянной толщины порядка 2÷5 нм, окисление кристаллов A^{III}B^V характеризуется нестабильностью оксидов и их сложным составом [39, 98, 99].

Известно, что в процессе изготовления полированных пластин антимонидов индия происходит неконтролируемое окисление поверхности [100, 101].

Для предотвращения формирования оксидного слоя разрабатываются различные методики пассивации поверхности A^{III}B^V. Пассивация может быть отдельным технологическим этапом обработки полупроводниковых подложек или непосредственно сопутствовать полировке без существенного по времени перерыва в технологическом процессе. Также осуществляют пассивацию готовых полупроводниковых структур. Для этого разрабатываются отдельные методы, не рассматриваемые в данной работе. Цель пассивации подложек состоит в существенном снижении реакционной способности поверхности полупроводников и стабилизации электронных состояний в приповерхностных слоях пластины [102, 103].

В обзоре [104] рассмотрены методики сульфидирования поверхности InAs в

растворах тиолов, цистамина, тиацетамида, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_x$, а также аминоксилот и пептидов. Предполагается, что тиолы, образованные углеродными цепочками и группой SH-, склонны к самосборке и образованию на поверхности $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ пассивирующего монослоя, препятствующего окислению [105, 106]. В работах [107, 108] предложена методика сульфидирования поверхности InSb в растворе сульфида натрия при температуре 45°C . Как отмечено в [109], в отличие от большинства соединений группы $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$, отжиг пластин InSb после обработки серасодержащими растворами приводит к разрыву связей In-S и Sb-S при температурах 310°C и 400°C , соответственно. В [110] предложена методика анодной пассивации InSb в электролите на основе NaS. При этом в [111] анодное сульфидирование InSb в электролите на основе серной кислоты привело к обогащению поверхности Sb. В целом отмечается, что сульфидирование поверхностей пластин $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ позволяет существенно снизить плотность поверхностных состояний и электроактивных центров, предотвратить взаимодействие с кислородом воздуха за счет образования химических связей с S [112]. Однако при длительном хранении пластин полупроводниковых соединений группы $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ с сульфидированной поверхностью в атмосфере окисление возможно [39,113].

Пригодность и целесообразность пассивации зависит от особенностей дальнейшего применения каждого конкретного материала.

Выводы по главе 1

1. Актуальной задачей является разработка оригинальной комплексной технологии выращивания монокристаллов и изготовления полированных пластин InSb диаметром до 100 мм.

2. Анализ применяемых технологий выращивания монокристаллов антимионида индия позволил выбрать наиболее эффективный модифицированный метод Чохральского, разработанный в АО «Гиредмет», для получения монокристаллов диаметром 100мм.

3. Проведение математического моделирования теплового узла и процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм и анализ полученных результатов позволит спроектировать и изготовить новую установку и графитовый тепловой узел для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

4. Актуально определить оптимальные режимы технологических операций производства пластин антимонида индия (разделение монокристалла на пластины, шлифование и полирование пластин, отмывка пластин).

5. Наиболее целесообразным процессом разделения (резки) монокристаллов антимонида индия на пластины является многопроволочная резка со свободным абразивом, так как она обеспечивает меньшие механические напряжения в пластинах по сравнению с дисковой резкой АКВР и позволяет резать монокристалл на более тонкие пластины, увеличивая выход годных пластин, а также имеет более высокую производительность. При этом актуально разработать режим резки монокристаллов антимонида индия методом многопроволочной резки, включая определение таких параметров процесса как состав жидкой среды; геометрию и размер зерен абразива, механические параметры процесса, определяющие фронт резки при прохождении проволоки по диаметру слитка.

6. В связи с особенностью распространения в антимониде индия структурных нарушений на значительную глубину (до 200 мкм) оптимальные режимы механической обработки пластин антимонида индия требуют дополнительного экспериментального и теоретического обоснования, включая определение точного диапазона усилия прижима пластин к инструменту и числа оборотов инструмента.

7. Двухстороннее шлифование (притирка) является предпочтительным способом обработки пластин антимонида индия, так как позволяет обеспечить высокое геометрическое совершенство в отличие от односторонней обработки, а также равномерный нарушенный слой одинаковой толщины по всей площади пластины. Для этого требуется поддерживать плоскостность рабочих столов, выбрать и обосновать параметры процесса притирки, включая состав суспензии и соотношение в ней твердой и жидкой фаз.

8. Для антимонида индия, как материала с высокой химической активностью, необходимо проанализировать целесообразность проведения операции травления после операции шлифования.

9. Литературные данные по полировке пластин антимонида индия свидетельствуют о потребности создания многокомпонентного полирующего состава суспензии.

10. Анализ литературы по очистке и отмывке пластин антимонида индия свидетельствует о необходимости разработки методики очистки и отмывки пластин антимонида индия, которая позволит эффективно удалять загрязнения с поверхности пластин после операции ХМП.

Глава 2. МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1 Измерение типа проводимости, концентрации и подвижности носителей заряда пластин антимонида индия

Принцип определения типа проводимости и измерения концентрации носителей основан на измерении электродвижущей силы (ЭДС) Холла. Суть данного метода состоит в возникновении разности потенциалов (напряжения Холла) на краях образца, помещённого в поперечное магнитное поле, при протекании тока, перпендикулярного полю. Измеряется ЭДС при протекании тока в прямом и обратном направлениях в поперечном магнитном поле с вектором магнитной индукции в противоположных направлениях.

Для измерений используются разработанная и реализованная в АО «Гиредмет» установка для измерения электрофизических параметров полупроводниковых материалов и эпитаксиальных структур С-2669 (шифр «Вебер») [114, 115].

Диапазон измерения концентрации свободных носителей заряда на установке составляет $1 \times 10^{13} - 2 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$.

Объектом измерения являются пластины антимонида индия, имеющие следующие характеристики:

- номинальный диаметр пластин, мм – 50,8; 76,2; 100;
- диапазон толщин – от 380 мкм до 4500 мкм.

К пластинам припаиваются контакты в соответствии со схемой, приведенной на рисунке 10. Затем задается требуемое значение силы тока, ток течёт через контакты 1 и 2, затем 2 и 3, а падение напряжения измеряется между контактами 3 и 4 и 4 и 1 соответственно. Также измеряется падение напряжения между контактами 1 и 2, когда ток пропускается через контакты 3 и 4. Когда ток течёт через контакты 4 и 1, падение напряжения измеряется между контактами 2 и 3.

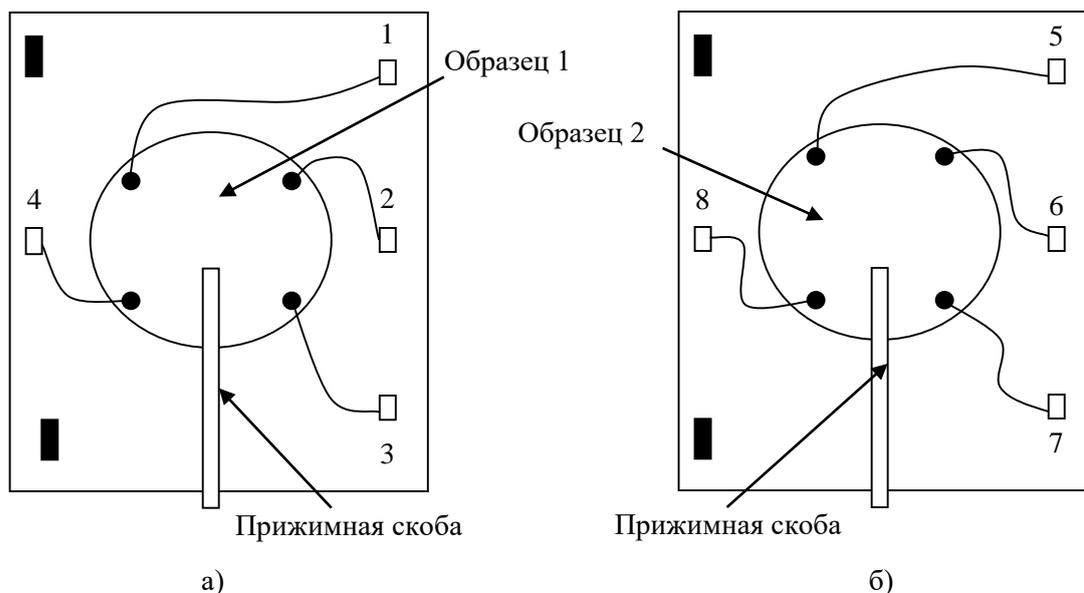


Рисунок 10 – Схематический вид двух сторон держателя образца

Измерение ЭДС Холла проводится с помощью источника питания электромагнита, на котором устанавливают требуемое значение индукции магнитного поля в зазоре между полюсами сердечника.

Сначала ток подают в прямом направлении, фиксируя показания вольтметра в милливольтгах «U(+B,+I)».

Затем проводят измерения, изменив направление тока через образец на противоположное, и фиксируют показание вольтметра в милливольтгах «U(+B,-I)».

Затем изменяют направление магнитного поля и проводят измерения значений напряжения при прямом и обратном токах.

Измерения проводят при двух взаимно перпендикулярных направлениях протекания тока.

Таким образом, получают два набора значений «U(-B,+I)» и «U(-B,-I)» колонки «U(-B,+I)» и «U(-B,-I)».

Значение удельного электрического сопротивления вычисляют по формуле (8):

$$\rho = \frac{0,226 \cdot d(\text{мм}) \cdot (U_1 + U_2)(\text{мВ}) \cdot f(a)}{I(\text{мА})} \quad (8)$$

Значение коэффициента Холла, R ($\text{см}^3/\text{Кл}$) вычисляют, используя формулу (9):

$$R = 10^3 \cdot \frac{U(\text{мВ}) \cdot d(\text{мм})}{B(\text{Тл}) \cdot I(\text{мА})} \quad (9)$$

Тип проводимости образца определяется знаком коэффициента Холла: если $R < 0$, то образец имеет электропроводность n-типа; если $R > 0$, то образец имеет электропроводность p-типа.

Значение концентрации свободных носителей заряда вычисляют, используя соотношение (10):

$$n, p(\text{см}^{-3}) = \frac{1}{e \times R} \quad (10)$$

где e – заряд электрона ($1,6 \times 10^{-19}$ Кл).

Значение подвижности свободных носителей заряда вычисляют по формуле (11):

$$\mu(\text{см}^2/(\text{В} \times \text{с})) = \frac{R(\text{см}^3 / \text{Кл})}{\rho(\text{Ом} \times \text{см})} \quad (11)$$

Погрешность определения концентрации носителей заряда с доверительной вероятностью 0,95 не превышает 7-8 %, а подвижности носителей заряда 15% [116].

2.2 Методика определения плотности дислокаций по данным оптической микроскопии

Принцип измерения плотности дислокаций основан на измерении числа дислокаций на определенной площади поверхности пластины. Суть данного метода состоит в визуальном наблюдении дислокаций посредством оптического

микроскопа. Выявление дислокаций осуществляется при помощи травления: сначала проводят полирующее травление в стандартном травителе СР4 ($\text{HNO}_3 - \text{HF} - \text{CH}_3\text{COOH} : 5-3-3$), затем проводят селективное травление в смеси HCl и H_2O_2 (2-1). Количество дислокаций определяется при усреднении результатов измерений в 9 областях на $0,011 \div 0,044 \text{ см}^2$ каждое. Подсчет ямок травления производят при увеличении $\times 100-200$ соответственно.

Для измерений используются оптический микроскоп «Polyvar-Met» (увеличение $75 \div 1320$, число линий в мм $273 \div 4800$, разрешение $0,21 \div 3,67$).

На рисунке 11 и в таблице 5 приведена схема выбора полей измерения.

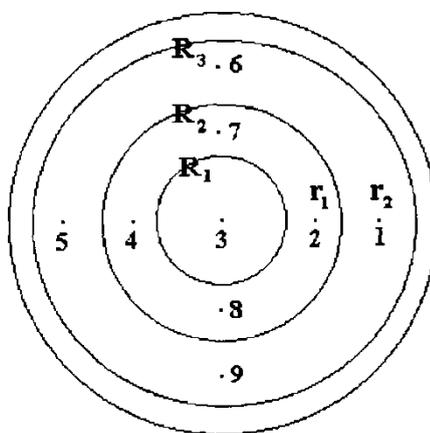


Рисунок 11 – Схема выбора полей измерения

Таблица 5 – Расположение полей зрения для контроля плотности дислокации на поверхности структуры антимида индия

Диаметр образца, мм	Расстояние поля зрения от центра	
	точки 1,6,5,9	точки 2,4,7,8
20-21	8	5
22-23	9	6
24-25	10	6
26-27	11	7
28-29	11	7
30-31	12	8
32-33	13	8
34-35	14	9

Диаметр образца, мм	Расстояние поля зрения от центра	
	точки 1,6,5,9	точки 2,4,7,8
36-37	16	10
38-39	16	10
40-41	17	11
42-43	18	11
44-45	19	12
46-47	20	13
48-49	21	14
50-51	21	15
54-55	22	15
75-76	37	24
77-78	38	24
79-80	39	25
81-82	40	25
83-84	41	26
85-86	42	26
87-88	43	27
89-90	44	27
91-92	45	30
93-94	46	30
95-96	47	31
97-98	48	31
99-100	49	32

Погрешность измерения плотности дислокаций с доверительной вероятностью 0,95 не превышает 5 см^{-2} для образцов диаметром 50,8 мм и 76,2 мм и $7,5 \text{ см}^{-2}$ для образцов диаметром 100 мм.

2.3 Определение ориентации пластин методом рентгеновской дифрактометрии

Методика выполнения рентгеновских измерений предназначена для измерений угла отклонения геометрической плоскости пластины от заданной кристаллографической плоскости и плоскости базового и маркировочного срезов методом рентгеновской дифрактометрии.

Измерения проводятся на установке ДРОН-7 (в ГРСИ РФ № 31927-06):

- диапазон углов перемещения детектора по 2θ от 0 до 360° ,
- предел допускаемой основной аппаратурной погрешности измерения скорости счета импульсов рентгеновского излучения не более ($\pm 0,25\%$).

Для измерений использовали характеристическое излучение с длиной волны $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Обзорные дифрактограммы снимали в симметричной схеме съемки. Для определения отклонения плоскости (hkl) от поверхности пластины использовали повороты относительно двух взаимно перпендикулярных осей α и β . По углам α и β рассчитывали угол γ , который и является мерой разориентации.

Образец перед измерением протравливают в полирующем составе CP-4 для снятия нарушенного слоя.

На плоской поверхности образца наносят два взаимно перпендикулярных направления «X» и «Y». Ось «X» параллельна плоскости оправки, на которой крепится слиток при резке, ось «Y» перпендикулярна плоскости оправки.

В таблице 6 приведены углы θ и 2θ для индексов отражения (400) и (220) InSb.

Таблица 6 - Брегговские углы отражения для кристаллографической плоскости образцов антимонида индия (Cu излучение, $\lambda=1,540 \text{ \AA}$)

Материал	Параметр решетки, \AA	Индекс отражения	Брегговский угол
InSb (100) (плоскость пластины)	6,479	(100)/(400)	$\theta = 28,23^\circ$; $2\theta = 56,46^\circ$
InSb (100) (ориентационный срез)	6,479	(110)/(220)	$\theta_{220} = 19.62^\circ$; $2\theta_{220} = 39.24^\circ$

Образец выводят в положение максимального отражения в положениях 3 и 4 (рисунок 12) и определить углы α_1 и α_2 ; β_1 и β_2 аналогично углам.

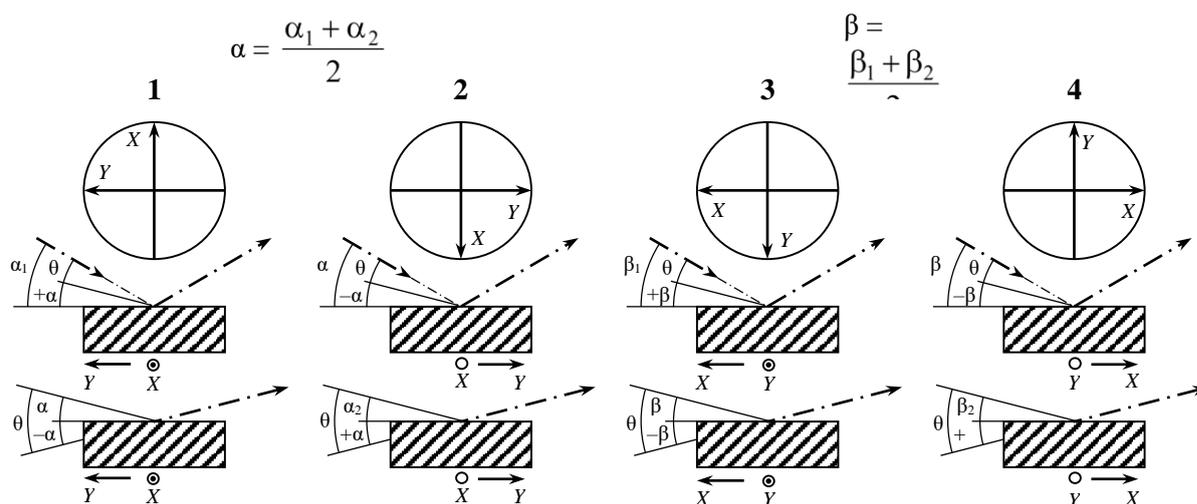


Рисунок 12 – Схема расположения углов относительно осей координат X и Y (частный случай: $\omega_1 > \omega_3$; $\omega_2 > \omega_4$)

Величина угла α определяется по формуле (12):

$$\alpha = \frac{\alpha_1 + \alpha_2}{2} \quad (12)$$

Величина угла β определяется по формуле (13):

$$\beta = \frac{\beta_1 + \beta_2}{2} \quad (13)$$

Величина угла разориентации плоскости поверхности (100), γ , определяется по формуле (14):

$$\gamma = \arctg \sqrt{\operatorname{tg}^2 \alpha + \operatorname{tg}^2 \beta} \quad (14)$$

Для малых углов ($\alpha, \beta \leq 7^\circ$) формула (14) примет вид (15)

$$\gamma \approx \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \quad (\text{при } \alpha, \beta \leq 7^\circ) \quad (15)$$

Угол отклонения γ линии базового среза от $\{110\}$ рассчитывается по формуле

(16)

$$\gamma = (\theta_1 - \theta_2) / 2 \quad (16)$$

Суммарная случайная относительная погрешность определения угла разориентации с доверительной вероятностью $P = 0,95$, не превосходит $\pm 5 \%$.

2.4 Методика измерения толщины, общего изменения толщины (TTV), прогиба (BOW), коробления (Warp)

Принцип измерения толщины (TTV), прогиба (BOW), коробления (Warp) основан на методе хроматического измерения расстояний. Суть данного метода состоит в том, что свет, испускаемый высокоинтенсивным светодиодом, фокусируется на поверхности не напрямую, а через измерительную головку, фокусное расстояние которой сильно зависит от длины волны. Таким образом, спектр рассеянного поверхностью измеряемого образца света имеет характерный пик в диапазоне данной длины волны, позволяющий точно определить высоту каждого элемента поверхности.

Для измерений используются установка «Microprof 200» фирмы FRT 90 (Область измерений $x-y$ – 250×200 мм, область измерений z – 600 мкм, продольное разрешение – 2 мкм, вертикальное разрешение – 6 нм).

На рисунке 13 приведен типичный вид представления результатов измерений.

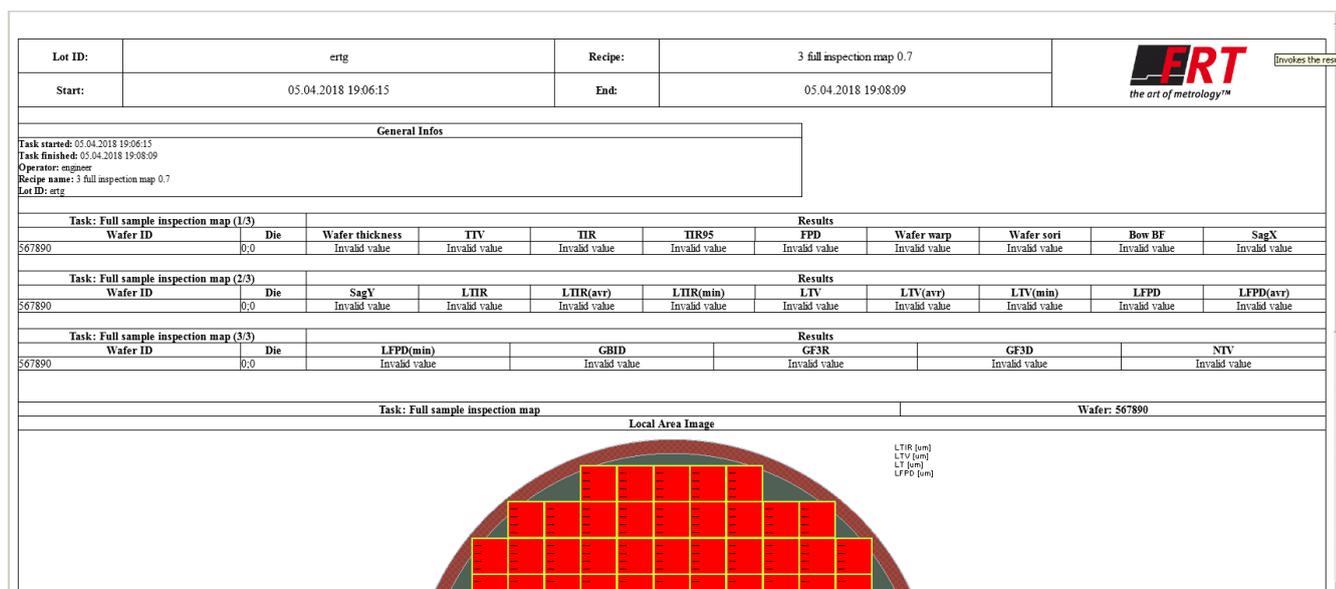


Рисунок 13 – Типичный вид представления результатов измерений

Установка проводит автоматическое сканирование всей пластины и при помощи специального встроенного программного обеспечения рассчитывает параметры толщины, TTV, BOW, Warp и ряда других параметров.

Погрешность измерения толщины с доверительной вероятностью 0,95 не превышает 0,5 мкм.

Погрешность измерения общего изменения толщины (TTV), прогиба (BOW) и коробления (Warp) с доверительной вероятностью 0,95 не превышает 0,15 мкм.

2.5 Методика измерений шероховатости поверхности при помощи атомно-силовой микроскопии

Контроль шероховатости (Ra) рабочей поверхности пластин проводят бесконтактным методом на микроскопе сканирующем зондовом (атомно-силовом) «Ntegra MAXIMUS».

Микроскоп сканирующий зондовый «Ntegra MAXIMUS», ЗАО «Нанотехнология МДТ» (Россия) (диапазон измерений линейных размеров в плоскости XY – 0÷90 мкм, диапазон измерений линейных размеров по оси Z – 0÷10 мкм, пределы допускаемой относительной погрешности

измерений линейных размеров в плоскости ХУ – не более ($\pm 1 \%$), пределы допускаемой относительной погрешности измерений линейных размеров по оси Z – не более ($\pm 5 \%$), разрешение в плоскости ХУ – не более 0,15 нм, разрешение по оси Z – 0,1 нм).

Измерения шероховатости рабочей поверхности проводят в зонах размером 30×30 мкм, указанных на рисунке 14. Величины радиусов R1 и R2 составляют примерно 0,7 и 0,3 части от радиуса пластины.

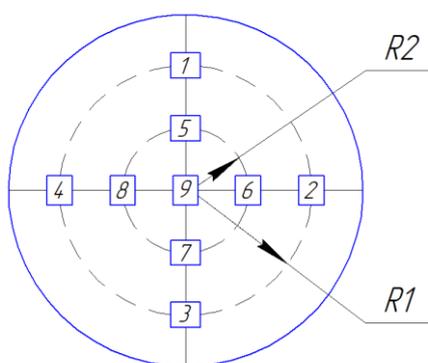


Рисунок 14 – Схема зон для контроля шероховатости пластин

Обработка результатов измерений на выбранной площадке проводится автоматически. Параметр Ra рассчитывается по среднему значению в 9 областях измерения.

Погрешность измерения толщины с доверительной вероятностью 0,95.

2.6 Методика определения числа частиц на поверхности пластин

Для контроля поверхности полированных пластин на предмет количества частиц после комплексной отмывки применяются лазерные оптические системы. Измерения проведены на установке «Рефлекс 532», где используется в качестве источника монохроматического излучения лазер с длиной волны 532 нм.

Принцип метода основан на явлении зеркального отражения и пространственной когерентности лазерного луча. Сфокусированный лазерный пучок сканирует поверхность пластины. Идеально гладкая и однородная

поверхность ведет себя как оптический зеркальный отражатель. Однако наличие загрязнений, микродефектов, локальных напряжений или неоднородностей легирования приводит к микроскопическим изменениям угла отражения или рассеянию света.

Отражённое излучение улавливается высокочувствительным многопиксельным детектором (ПЗС-матрицей). Любое искажение волнового фронта отражённого пучка (связанное с дефектом) фиксируется как изменение картины на детекторе. Анализируя динамику и характер этих изменений при сканировании, система строит карту дефектности поверхности в реальном времени.

Основные параметры:

- минимальный диаметр контролируемых частиц – 80 нм;
- диаметр пластин от 50 до 100 мм;
- толщина пластин от 0,14 до 1,0 мм;
- воспроизводимость измерения числа частиц – 5 %;
- карта частиц и дефектов поверхности с цветовой кодировкой
- гистограмма частиц;
- средняя величина интенсивности рассеянного света (haze) на пластине
- карта интенсивности рассеянного света (haze) с цветовой кодировкой.

Таким образом, контроль свойств монокристаллов и полированных пластин представляет собой комплексную систему методик. От рентгеновской дифрактометрии, задающей правильное «кристаллографическое» начало, через оценку структурных дефектов и электрофизических свойств к строжайшему контролю геометрических параметров. Строгое соблюдение данных методик, основанных на фундаментальных физических принципах – дифракции, явлении Холла, взаимодействии излучения с веществом – является не административной формальностью, а необходимым условием для получения идеальной подложки.

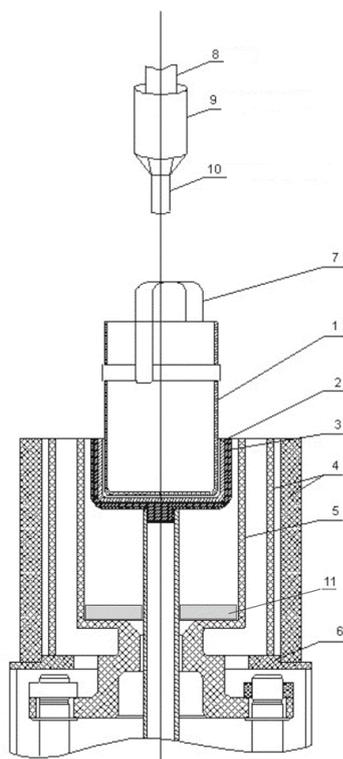
Глава 3. Экспериментальная часть

3.1 Разработка технологии выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром до 100 мм

Отечественная технология выращивания монокристаллов антимонида индия позволяет получать монокристаллы антимонида индия (InSb) диаметром не более 50,8 мм в кристаллографическом направлении [100], который является недостаточным с точки зрения требований к настоящему моменту со стороны производителей приборов. Выход чипов с одной пластины диаметром 50,8 мм (малая площадь пластины) составляет 11 штук, а с пластины диаметром 100мм (большая площадь пластины) – 67 штук [39]. В связи с этим актуально разработать технологию выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

На рисунке 15 приведен схема теплового узла установки который используется в двухстадийном процессе для получения поли- и монокристалла антимонида индия диаметром 50,8 мм.

На первой стадии процесса синтез антимонида индия (поликристаллического) проводится путем сплавления исходных компонентов In и Sb в стехиометрическом соотношении в установке для выращивания кристаллов методом Чохральского, в результате чего, происходит образование химического соединения InSb. Необходимым условием является добавка в загрузку дополнительно количества Sb (1-2 % от массы исходной сурьмы), что компенсирует потери летучего компонента (Sb) и поддерживает стехиометрию выращиваемого кристалла.



1 – фильтрующий тигель, 2 – рабочий тигель, 3 – графитовая подставка, 4 – вертикальный экран, 5 – нагреватель, 6 – наружный экран, 7 – коромысло, 8 – шток, 9 – графитовый затравкодержатель, 10 – монокристаллическая затравка InSb, 11 – теплоизолирующая прокладка.

Рисунок 15 - Схема используемого теплового узла для синтеза и выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм

Исходные компоненты загружаются в фильтрующий тигель установки Чохральского. Для дополнительной очистки расплава синтез проводят в фильтрующем тигле с последующей фильтрацией расплава в рабочий тигель через малое отверстие (диаметр 2 мм). Данный технологический прием способствует увеличению однородности и чистоты расплава. При достижении температуры расплава в рабочем тигле, близкой к температуре кристаллизации антимонида индия (525°C), проводится вытягивание поликристаллического слитка на затравку, при этом происходит первичное разделение примесей в соответствии с их коэффициентами распределения к верхнему ($k > 1$) и нижнему ($k < 1$) конусам.

Монокристаллы антимонида индия с заданными свойствами выращиваются на второй стадии процесса после удаления начального и конечного конусов поликристалла. При выращивании монокристалла также используется фильтрующей

тигель. В случае необходимости проводится легирование, соответствующая примесь добавляется на стадии получения монокристалла [15, 23].

Кроме того, неотъемлемой частью процесса выращивания монокристаллов является посткристаллизационный отжиг, проводимый непосредственно в установке, режим которого подбирается экспериментально.

Анализ имеющихся установок для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм показал, что данное оборудование не может быть использовано для получения монокристаллов диаметром 100 мм, поскольку объем ростовой камеры не позволяет разместить более масштабный тепловой узел с нагревателем, внутренний диаметр которого должен быть не менее 176 мм. В этом случае соотношение диаметра растущего монокристалла к диаметру кварцевого рабочего тигля не будет превышать значения 0,7, которое является критичным для устойчивого роста монокристалла [4]. Поэтому нами были разработаны технические требования для установки выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм и массой загрузки до 12 килограмм с автоматическим поддержанием диаметра и компьютерным управлением. В таблице 7 приведены основные технические характеристики новой установки.

Оборудование состоит из следующих функциональных узлов:

- 1) Модуль ростовой (камера для выращивания монокристаллов);
- 2) Стойка управления;
- 3) Вакуумная система;
- 4) Система напуска и отводов газов;
- 5) Система водяного охлаждения;
- 6) Система автоматизированного управления.

Таблица 7 – Основные технические характеристики новой установки для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм

▪ Температура нагревателя	до 1100 ⁰ С
▪ Тип нагрева	резистивный
▪ Материал нагревателя	графит
▪ Точность задания температуры	0,5 ⁰ С
▪ Диаметр/высота рабочей камеры (внутр.)	600/1100 мм (объем 310 л)
▪ Расстояние между токовводами	160 мм
▪ Высота токовводов над дном камеры	70 мм
▪ Диапазон измерения датчика веса	до 12 кг;
▪ Чувствительность датчика веса, не хуже	0,05 г
▪ Рабочий ход верхнего штока, не менее	500 мм
▪ Диаметр верхнего штока	42 мм
▪ Скорость перемещения верхнего штока, рабочая	10,0 – 50,0 мм/час
▪ Скорость вращения верхнего штока	1,0 – 20,0 об/мин реверсивное
▪ Диаметр нижнего штока	42 мм
▪ Перемещения нижнего штока	ручное
▪ Величина перемещения нижнего штока, не менее	200 мм
▪ Скорость вращения нижнего штока	1,0 – 20,0 об/мин, реверсивное
▪ Тип манипулятора для установки оснастки в тигель	Ручной, водоохлаждаемый
▪ Давление инертного газа в камере	Не более 1.5x10 ⁵ Па
▪ Предельный вакуум в рабочей камере	3.5 Па
▪ Система автоматического поддержания диаметра кристалла	наличие
▪ Расход охлаждающей воды, не более	7 м ³ /час

На рисунке 16 представлен внешний вид нового оборудования для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм, изготовленного по разработанным нами техническим требованиям в АО «ЭЗАН».



Рисунок 16 – Внешний вид нового оборудования для изготовления монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм

Стоит отметить, что основной составляющей установки выращивания монокристаллов методом Чохральского является тепловой узел, который состоит из нагревательного элемента, тигля, системы радиационных экранов. Процесс выращивания кристаллов антимонида индия проводится в статическом вакууме, поэтому при разработке конструкции теплового узла нет необходимости учитывать наличие газовой среды. Поставленная задача выращивания монокристаллов диаметром 100 мм наиболее эффективно может быть решена на основе математического моделирования процессов резистивного нагрева, теплопередачи в твердом теле, радиационного теплообмена в рабочей камере ростовой установки.

3.1.1. Математическое моделирование и анализ результатов процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100мм

Исходные данные для математического моделирования

На основе физико-химических свойств (таблица 8), теплофизических свойств (таблица 9) и режимных параметров процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм выполнено

математическое моделирование теплового графитового узла и процесса выращивания монокристаллов антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) диаметром 100 мм для последующего анализа и выбора оптимальных параметров процесса.

Таблица 8 – Свойства антимонида индия

Параметр	Значение
Молекулярный вес	236,57
Постоянная решетки при 300К, А	6,48
Плотность в твердом состоянии (при температуре плавления), г/см ³	5,775
Плотность в жидком состоянии (при температуре плавления), г/см ³	6,43
Твердость по Моосу	4.5
по Кнупу, кг/мм ²	220
Температура плавления Т пл, °С	525
Равновесное давление паров при температуре плавления, Па	10 ⁻⁵
Удельная теплоемкость, кал/г	
4 К	0.0017
10 К	0.0332
20 К	0.535
30 К	1.118
100 К	4.076
200 К	5.446
273 К	5.775
Температура Дебая, К	
4 К	260.6
12 К	190.6
30 К	212
100 К	288
200 К	274
300 К	240
Теплопроводность Вт/см	
20 К, n - тип	5.0
40 К, p - тип	4.0
6 К, чистый кристалл	0.09
40 К, чистый кристалл	4.0
100 К, чистый кристалл	1.3
300 К, чистый кристалл	0.35
Коэффициент линейного расширения, К ⁻¹	

Параметр	Значение
Молекулярный вес	236,57
Постоянная решетки при 300К, А	6,48
298-873 К	$5,37 \cdot 10^{-6}$
Прочность на сдвиг, кг/мм ²	$4.09 \cdot 10^5$
Модуль Юнга, Па	7.6
Коэффициент Пуассона	0.35
Скорость звуковой волны, см/с	
Вдоль оси (001)	$3.4 \cdot 10^5$
Поперек оси (001)	$2.29 \cdot 10^5$
Диэлектрическая постоянная	
ϵ_0	16,8
ϵ_∞	15,7
Удельное электрическое сопротивление, Ом×см	
300 К	0,04
712 °С твердое состояние (темп. плавления 525°С)	$5 \cdot 10^{-4}$
712 °С расплавленное состояние	$5 \cdot 10^{-5}$
Диэлектрическая проницаемость (низкочастотная)	17,8
Ширина запрещенной зоны, эВ.	0,17
Подвижность электронов, см ² /(В·с)	77000 (300К)
Подвижность дырок, см ² /(В·с)	850 (300К)
Эффективная масса электронов проводимости (где m_0 — масса свободного электрона)	$m_e = 0,013m_0$
Эффективная масса дырок валентной зоны (где m_0 — масса свободного электрона)	$m_e = 0,42m_0$

Основные обозначения, использованные при построении математической модели:

T – температура, К;

p – давление, Па;

\vec{r} – вектор положения, м;

t – время, с;

ρ – плотность, кг/м³;

λ – теплопроводность, Вт/(м·К);

\bar{q} – тепловой поток, Вт/м²;

q_x, q_y, q_z – компоненты теплового потока, Вт/м²;

q_v – интенсивность объемного источника тепла, Вт/м³;

c_{pv} – удельная изобарная теплоемкость, Дж/(К·м³);

\bar{w} – вектор скорости теплоносителя, м/с;

w_x, w_y, w_z – компоненты вектора скорости теплоносителя, м/с;

μ – динамическая вязкость, Па · с;

ν – кинематическая вязкость, м²/с;

f – массовые силы, Н/кг;

S – площадь, м²;

\bar{n} – вектор нормали к площадке;

\dot{m} – массовый расход, кг/с;

ε – степень черноты;

σ_0 – постоянная Больцмана, Вт/м²К⁴;

Таблица 9 – Теплофизические свойства компонентов теплового узла для выращивания монокристаллов антимонида индия методом Чохральского

Материал	ρ , г/см ³	c_p , эрг/(г · К)	ε	λ , Вт/(см · К)
InSb (кристалл)	5.77	10^7	0.80	$-0.47 + 2.0 \cdot 10^{-4}T + 580/T$
InSb (расплав)	6.43	$0.91 \cdot 10^7$	0.30	0.2
SiO ₂ (кварц)	2.2	$1.24 \cdot 10^7$	0.85	0.04
С (графит)	1.74	10^7	0.80	$0.7587 - 4.8751 \cdot 10^{-4}T +$ $+1.369 \cdot 10^{-7}T^2 -$ $-1.6226 \cdot 10^{-11}T^3$
Сталь	8.0	$0.5 \cdot 10^7$	0.45	0.15

Для выполнения математического моделирования в качестве основных использовались режимные параметры для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм:

- Скорость вращения затравки – 20÷25 об/мин;
- Скорость вращения тигля – 12÷15 об/мин;
- Скорость вытягивания кристалла 10÷25 мм/ч;
- Мощность нагрева при расплавлении – 12÷16 кВт;
- Мощность нагрева при выращивании монокристалла – 2,8÷3,5 кВт.

Численное моделирование глобального теплообмена в рабочей камере ростовой установке и тепловом узле

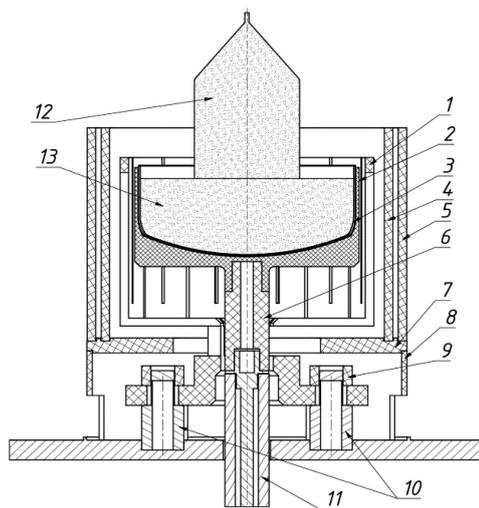
Ключевым узлом оборудования для выращивания кристаллов методом Чохральского является тепловой узел в целом, который состоит из нагревательных элементов, тигля, системы радиационных экранов. Процесс выращивания кристаллов антимонида индия InSb проводится в статическом вакууме (10^{-2} мм.рт.ст.), поэтому при разработке конструкции теплового узла нет необходимости учитывать наличия газовой среды. Поставленная задача разработки теплового узла наиболее эффективно может быть решена на основе математического моделирования процессов резистивного нагрева, теплопередачи в твердом теле, радиационного теплообмена в рабочей камере ростовой установки.

Постановка задачи математического моделирования

Математическое моделирование проводится в два этапа: сначала рассчитывается распределение теплового поля от нагревателей и теплового узла, затем определяется теплоперенос и вычисляется распределение температуры в зоне выращивания кристаллов [116].

Конструкция теплового узла для выращивания монокристаллов антимонида индия InSb способом Чохральского обладает осевой симметрией цилиндрической камеры установки, основных элементов экранировки теплового узла и тигля и возникает необходимость проведения расчетов в трехмерном измерении.

На рисунке 17 представлен тепловой узел резистивного нагрева для выращивания монокристаллов антимонида индия InSb способом Чохральского, его геометрическая модель и разбиение расчетной области на сетку конечных элементов (рисунок 18).



1 - нагреватель, 2 - чаша графитовая, 3 - тигель кварцевый,
 4, 5 - экраны графитовые, 6 – ножка графитовая, 7 – подставка графитовая,
 8 – опора графитовая, 9 - гайка графитовая, 10 – токовводы, 11 – шток,
 12 – кристалл, 13 – расплав

Рисунок 17 – Схема теплового узла

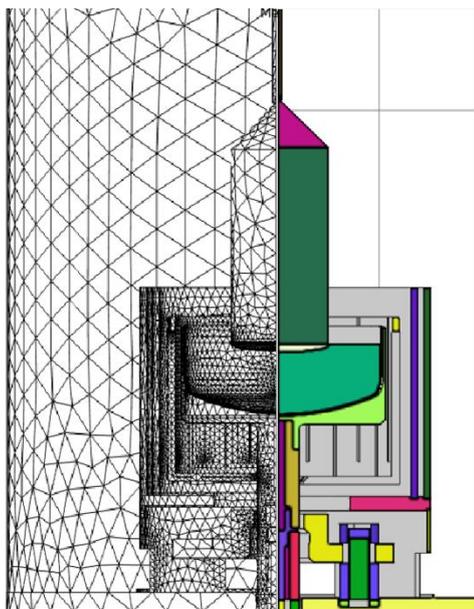


Рисунок 18 – Расчетная область теплового узла и ее разбиение на сетку конечных элементов

3D-эскиз теплового узла, используемый для численного моделирования, представлен на рисунке 19.

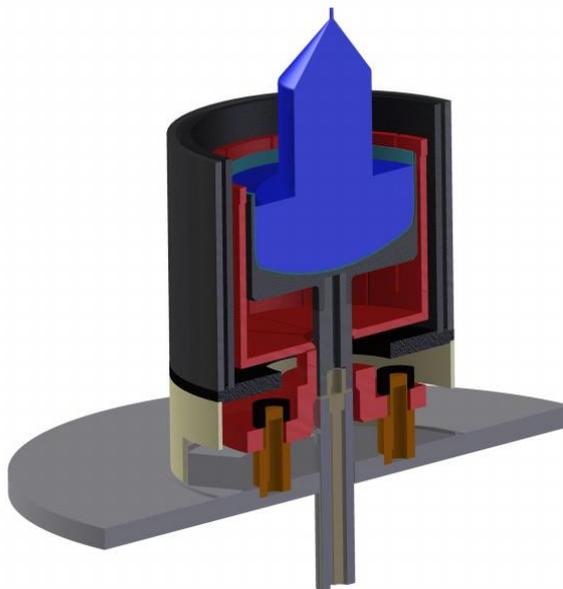


Рисунок 19 – 3D-эскиз теплового узла установки для выращивания монокристаллов антимонида индия способом Чохральского

Кварцевый тигель имеет диаметр 154 мм, и глубину 65 мм. Нагреватель выполнен из графита. В качестве экранировки теплового узла использованы графитовые цилиндрические экраны.

Построение математической модели тепловой зоны

Целью математического моделирования является расчет теплофизических и гидравлических параметров в тепловой зоне при процессе выращивания монокристалла антимонида индия.

Расчет строится на решении дифференциального уравнения теплопроводности Фурье-Кирхгофа (17):

$$c_{pv} \frac{DT}{Dt} = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad } T) + q_v, \quad (17)$$

где $\frac{D}{Dt} = \frac{\partial}{\partial t} + \bar{w} \cdot \text{grad}$ – субстанциональная производная, 1/с

Для движущегося теплоносителя формула (17) преобразуется к виду (18):

$$c_{pv} \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \bar{w} \cdot \text{grad } T \right) = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad } T) + q_v. \quad (18)$$

Уравнение (18) позволяет описать тепловые поля в газе и расплаве. Для твердого

тела уравнение примет вид (19):

$$c_{pv} \frac{\partial T}{\partial t} = \operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T) + q_v. \quad (19)$$

Тепловой поток внутри тела можно определить из уравнения Фурье (20):

$$\bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T. \quad (20)$$

Известными для данных уравнений являются физические параметры среды, такие как c_{pv} , λ , а также q_v , который определяется из других условий однозначности, таких как закон Джоуля. Для замыкания уравнения теплопроводности в твердом теле этого достаточно.

В случае расчета тепловых потоков и температур требуется использовать дополнительное уравнение движения теплоносителя, из-за наличия неизвестной переменной скорости \bar{w} – уравнение Навье-Стокса (21):

$$\frac{D\bar{w}}{Dt} = \bar{f} - \frac{1}{\rho} \operatorname{grad} p + \nu \Delta \bar{w}. \quad (21)$$

Массовыми силами \bar{f} могут являться силы тяжести, силы электромагнитного взаимодействия, которые определяются из дополнительных условий. Плотность и вязкость являются физическими параметрами среды, которые являются известными. В уравнении (21) появилось новая неизвестная – давление p , из-за чего замкнуть систему уравнений для движущегося теплоносителя не представляется возможным. Поэтому требуется использовать дополнительное уравнение (22) неразрывности течения теплоносителя:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \operatorname{div}(\rho \bar{w}) = 0 \quad (22)$$

Данное уравнение позволяет замкнуть систему уравнений для определения тепловых и гидродинамических параметров движущегося теплоносителя.

В связи с малой скоростью роста кристалла задачу можно считать стационарной. В таком случае система уравнений теплопроводности для твердого

тела примет вид (23):

$$\begin{cases} \operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T) + q_v = 0 \\ \bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T \end{cases} \quad (23)$$

Для движущегося теплоносителя система уравнений примет вид (24):

$$\begin{cases} c_{pv} \bar{w} \cdot \operatorname{grad} T = \operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T) + q_v \\ \bar{w} \cdot \operatorname{grad} \bar{w} = \bar{f} - \frac{1}{\rho} \operatorname{grad} p + \nu \Delta \bar{w} \\ \frac{\partial \rho}{\partial t} + \operatorname{div}(\rho \bar{w}) = 0 \\ \bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T \end{cases} \quad (24)$$

Для трехмерной задачи данные системы увеличиваются до 4 и 8 уравнений, соответственно.

В случае теплопередачи в твердом теле все слагаемые, связанные с конвективным теплопереносом, обнуляются. Поэтому система (24) преобразуется к виду (23).

Тепловыделение в нагревателе

Для определения мощности тепловыделения в графитовом нагревателе дополнительно проводился расчет электрических полей. Для этого решалась следующая система уравнений (25):

$$\begin{cases} \bar{j} = \sigma \bar{E}, \\ \bar{E} = -\operatorname{grad} U, \end{cases} \quad (25)$$

где \bar{j} – плотность тока, А/м²,

σ – удельная проводимость, 1/(Ом · м),

E – напряженность электрического поля, В/м,

U – разность потенциалов, В.

Уравнение связи между тепловыми и электрическими полями имеет вид (26):

$$q_v = (\bar{j} \cdot \bar{E}). \quad (26)$$

Решение задачи Стефана

В тепловом узле имеет место фазовое превращение из жидкой фазы - расплава антимонида индия в твердую фазу. Данные фазы обладают значительными различиями в теплофизических параметрах. Так как граница раздела фаз зависит от условий задачи, требуется определить ее положение, чтобы определить температурное поле в тепловом узле. Необходимая система уравнений сформулирована в классической задаче Стефана.

Задача Стефана является нестационарной задачей о движении фазной границы. Ее целью является поиск заранее неизвестной свободной границы, разделяющей фазные области. Обозначим фазную границу как функцию положения, зависящую от времени, $\Gamma(t)$.

В основе расчета лежат тепловые поля, поэтому основным решаемым уравнением является нестационарное уравнение теплопроводности (18). На границе раздела фаз $\Gamma(t)$ должны быть заданы условия равенства температуры фаз и температуры фазового превращения, как в уравнении (27):

$$T(t, \bar{r}) = T_{\text{пл}}, \quad (27)$$

где $T_{\text{пл}}$ – температура плавления, К,

и непрерывности температурного поля, как в уравнении (28):

$$\lim_{\bar{r} \rightarrow r_0^+} T - \lim_{\bar{r} \rightarrow r_0^-} T = 0, \quad (28)$$

где \bar{r}_0^+ , \bar{r}_0^- – положение точки на границе $\Gamma(t)$, предел в которых определяется с каждой из сторон, м.

Также должно выполняться условие баланса энергии. Тепловой поток, проходящий через границу раздела фаз может измениться только на величину, равную мощности, выделенной в процессе кристаллизации или плавления из уравнения (29):

$$\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^+ - \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^- = Lv_n, \quad (29)$$

где $\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}}\right)^+$, $\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}}\right)^-$ – тепловые потоки по обе стороны от фазной границы, Вт/м²,

L – скрытая теплота плавления, Дж/м³,

v_n – проекция на нормаль скорости движения границы раздела фаз, м/с.

Таким образом, для определения положения границы раздела фаз $\Gamma(t)$ должна выполняться следующая система уравнений (30):

$$\begin{cases} c_{pv} \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \bar{w} \cdot \text{grad } T \right) = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad } T) + q_v \\ T(t, \bar{r}) = T_{\text{пл}} \\ \lim_{\bar{r} \rightarrow \bar{r}_0^+} T - \lim_{\bar{r} \rightarrow \bar{r}_0^-} T = 0 \\ \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^+ - \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^- = Lv_n \end{cases} \quad (30)$$

Для поиска решения данной системы уравнений также требуется задать начальные условия (31):

$$T(0, \bar{r}) = T_0(\bar{r}) \quad (31)$$

И граничные условия (32):

$$T(t, \partial D) = T(t) \quad (32)$$

где ∂D – граница расчетной области.

Условие термодинамического равновесия в области фазового перехода можно записать в следующем виде (33):

$$\pm(T(t, \bar{r}) - T_{\text{пл}}) \geq 0 \quad (33)$$

Плюс в неравенстве соответствует условию для расплава, минус – для твердой фазы.

Для упрощения решения введем дополнительно фазную функцию для поиска обобщенного решения задачи Стефана $\varphi(t, \bar{r})$. При этом для твердого тела $\varphi(t, \bar{r}) = 0$, для расплава – $\varphi(t, \bar{r}) = 1$. В таком случае фазную функцию можно записать в виде функции Хевисайда (34):

$$\varphi(t, \bar{r}) = H(T(t, \bar{r}) - T_{\text{пл}}), \quad (34)$$

где $H(T - T_{\text{пл}})$ – безразмерная функция Хевисайда.

Изменение данной функции в процессе движения фазной границы определяется как скорость ее движения, поэтому для данной функции будет выполняться следующее условие (35):

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = \nabla v_n, \quad (35)$$

где ∇ – оператор частных производных по координатам «набла», 1/м.

Для данного условия уравнение (29) примет вид уравнения (36):

$$\nabla \left(\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^+ - \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial \bar{n}} \right)^- \right) = L \frac{\partial \varphi}{\partial t}, \quad (36)$$

С учетом данной записи в области раздела фаз уравнение (18) примет вид уравнения (37):

$$c_{pv} \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \bar{w} \cdot \text{grad } T \right) + L \frac{\partial \varphi}{\partial t} = \text{div}(\lambda \cdot \text{grad } T) + q_v. \quad (37)$$

При отсутствии движения среды и источников тепловыделения, постоянном значении коэффициента теплопроводности вид уравнения (38) будет более компактным:

$$c_{pv} \frac{\partial T}{\partial t} + L \frac{\partial \varphi}{\partial t} = \lambda \Delta T. \quad (38)$$

В такой записи поиск фазной границы сводится к определению фазной функции, поле решения которой сводится к пространству нулей и единиц. Для решения данной задачи вводятся дополнительные уравнения, которые позволяют сгладить разрыв фазной функции с ее заменой на функцию ошибок.

В расплаве в стационарном приближении решается видоизмененная задача Стефана по поиску границы раздела расплав-кристалл – метод фазового поля. Тепловые свойства в области перехода определяются по усредненным параметрам (рисунок 20). Решаемая система уравнений (39):

$$\left\{ \begin{array}{l} \rho = \theta_T \rho_T + \theta_{ж} \rho_{ж}, \\ \theta_T + \theta_{ж} = 1, \\ c_{pm} = \frac{1}{\rho} (\theta_T \rho_T c_{pmT} + \theta_{ж} \rho_{ж} c_{pmж}) + L \frac{\partial \alpha_m}{\partial T}, \\ \alpha_m = \frac{1}{2} \frac{\theta_{ж} \rho_{ж} - \theta_T \rho_T}{\theta_T \rho_T + \theta_{ж} \rho_{ж}}, \\ \lambda = \theta_T \lambda_T + \theta_{ж} \lambda_{ж}, \end{array} \right. \quad (39)$$

где $\theta_T, \theta_{ж}$ – относительные доли твердого тела и расплава,

L – удельная теплота фазового перехода, Дж/кг.

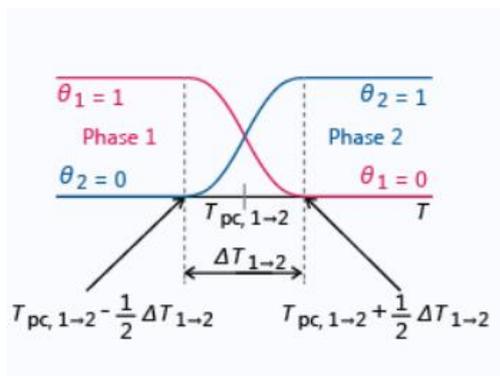


Рисунок 20 – Тепловые свойства в области фазового перехода

Температура фазового перехода равна температуре плавления антимонида индия 525 °С, а «ширина» фазового перехода задается параметрическим способом и в итоге составляет 1 °С.

Лучистая теплопроводность

В связи с тем, что кристалл является оптически плотным, требовалось учесть теплоперенос при помощи излучения вместе с молекулярной теплопроводностью. Для этого было решено использовать диффузионную модель в приближении Росселанда.

Данное приближение применяют в случае, когда средняя длина пробега фотонов внутри кристалла мала по сравнению с характерными размерами кристалла. Тепловой поток в таком случае внутри кристалла только от излучения можно определить уравнением (40):

$$q_{\text{л}} = -16\sigma_0 n_0^2 G T^3 \cdot \text{grad } T, \quad (40)$$

где n_0 – показатель преломления,

G – коэффициент, учитывающий рассеяние ($G = \frac{1}{3\beta}$ в случае пренебрежения рассеянием, β – коэффициент поглощения, 1/м).

Сравнивая данное уравнение с законом Фурье для теплового потока (20), можно ввести коэффициент лучистой теплопроводности $\lambda_{\text{л}}$ (41):

$$\lambda_{\text{л}} = 16\sigma_0 n_0^2 G T^3. \quad (41)$$

Данная теплопроводность действует независимо от молекулярной, в связи с этим можно применить принцип суперпозиции для теплового потока в оптически плотном кристалле, заменив уравнение (20) на уравнение 42):

$$q_{\text{л}} = -(\lambda_{\text{л}} + \lambda) \text{grad } T, \quad (42)$$

Основная проблема данного приближения скрывается в существенной нелинейности получаемых уравнений. Это вызвано наличием температуры в третьей степени T^3 , что накладывает ограничения на сетки, решатели и др.

Граничные условия

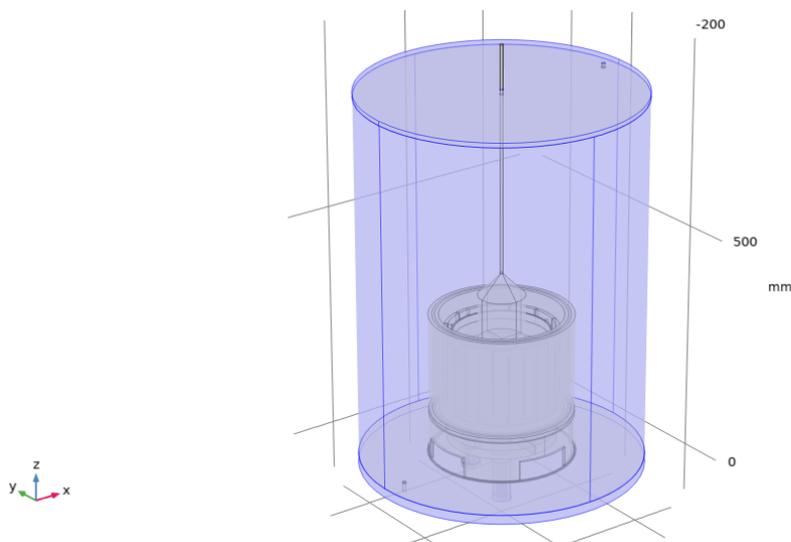
Среди граничных условий можно выделить зависимости, задаваемые для расчета уравнения теплопроводности. В качестве граничного условия для омываемых водой участков теплового узла и камеры было использовано граничное условие второго рода на тепловой поток. Под ним понимается равенство теплового потока на внешней стороне камеры и конвективного потока охлаждающей жидкости. Поэтому граничное условие можно записать в виде (43):

$$q = \alpha(T - T_{\text{ж}}), \quad (43)$$

где α – коэффициент теплоотдачи, Вт/м²К,

$T_{\text{ж}}$ – температура охлаждающей жидкости, К

Данное граничное условие было задано на границах, представленных на рисунке 21. Коэффициент теплоотдачи был принят равным $\alpha = 200 \frac{\text{Вт}}{\text{м}^2\text{К}}$.



Рисунке 21 – Поверхности конвективных потоков (отмечены синим цветом)

Также на участках, у которых отсутствует теплообмен, было задано условие тепловой изоляции из уравнения (44):

$$-(\bar{q} \cdot \bar{n}) = 0, \quad (44)$$

Данная зависимость была применена к границам, на которых плотностью теплового потока можно было пренебречь (малые площади, не омываемые охлаждающей жидкостью, границы и т.д.). Данные границы представлены на рисунке 22.

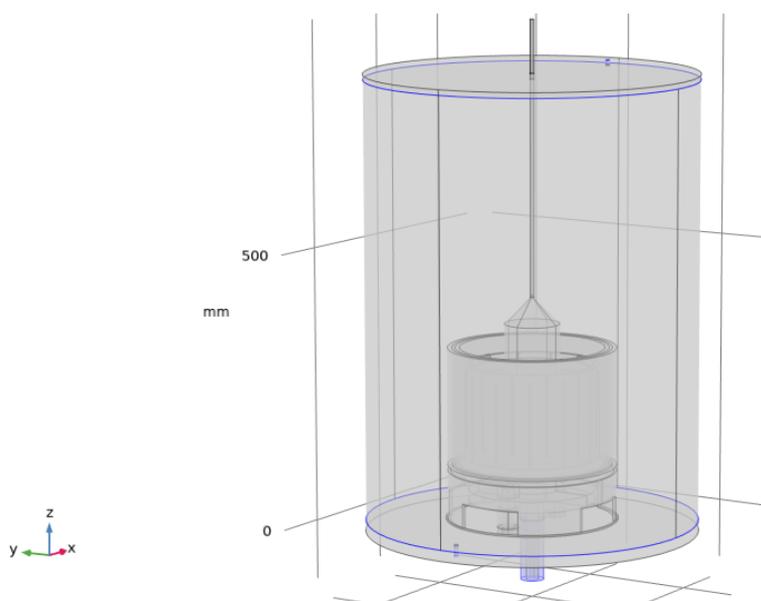


Рисунок 22 – Поверхности нулевых тепловых потоков (отмечены синим цветом)

Излучение с поверхностей определяется при помощи формулы Больцмана для теплового излучения (45):

$$q = \varepsilon \sigma_0 (T^4 - T_{amb}^4), \quad (45)$$

где T_{amb} – окружающая температура, К. Излучение полагается диффузным.

На стенках теплового узла заданы дополнительные условия теплообмена излучением, соответствующие (45). Степень черноты для различных материалов принималась независимой от температуры и длин волн. Поверхности теплообмена излучением указаны на рисунке 23. Чтобы повысить производительность вычисления, на стенках камеры данное условие не задавалось, а учет тепловых потоков проводился с учетом температуры на стенках камеры, равной температуре окружающего воздуха.

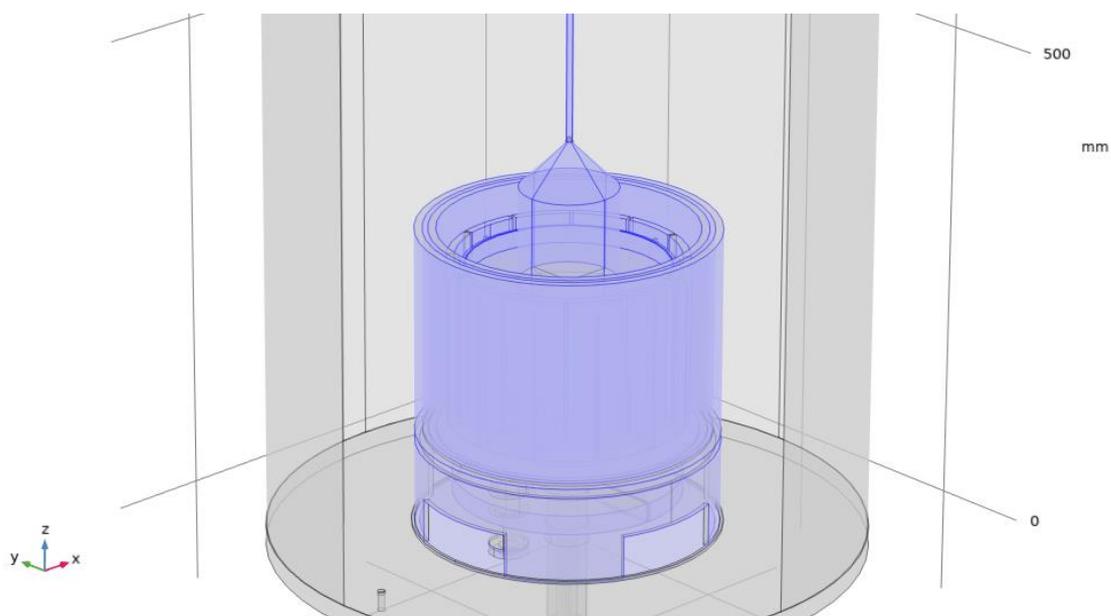


Рисунок 23 – Поверхности теплопереноса излучением (отмечены синим цветом)

В качестве граничных условий (46) для определения плотностей токов в нагревателе задавалась сила тока на одном токовводе (рисунок 24):

$$\int_S (\vec{j} \cdot \vec{n}) dS = I_0, \quad (46)$$

где I_0 – сила тока на границе, А.



Рисунок 24 – Поверхность для условия на силу тока (отмечена красным пунктиром)

На втором токовводе (рисунок 25) задавался электрический потенциал, равный 0.

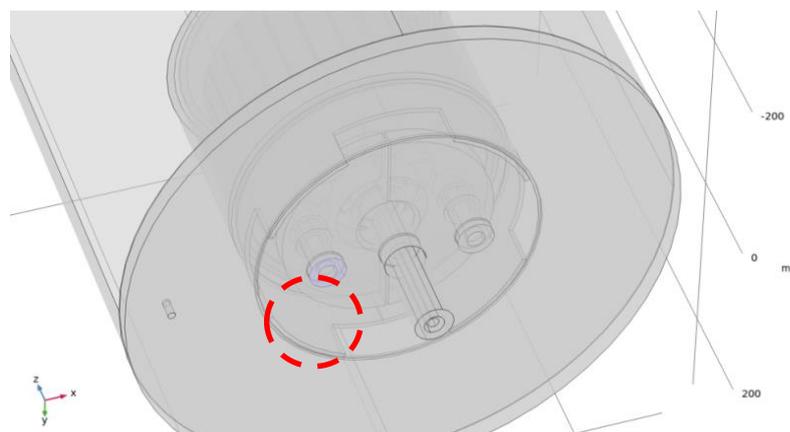


Рисунок 25 – Поверхность для условия на нулевой потенциал (отмечена красным пунктиром)

Для определения движения расплава в тигле требуется также введение граничных условий. В силу стационарности задачи заданы граничные условия на торце кристалла равенства нормальной компоненты скорости расплава и скорости вытягивания кристалла из формулы (47):

$$-(\bar{n} \cdot \bar{w}) = \bar{w}_{out}, \quad (47)$$

где \bar{w}_{out} – скорость вытягивания кристалла, м/с.

Для задачи гидродинамики решается система уравнений (24) без изменений, где под массовыми силами подразумеваются силы тяжести. Расплав считается сжимаемой средой с изменяющей плотностью, которая зависит от температуры расплава.

Таким образом, данные граничные условия можно свести в общую таблицу (таблица 9).

Данные условия обеспечивают замкнутость математических уравнений для всех расчетных областей.

При выполнении математического моделирования теплофизических процессов значения физических коэффициентов, таких как коэффициенты теплопроводности материалов теплового узла, исходного материала, расплава и т.д. задавались с учетом их температурной зависимости.

Таблица 9 – Начальные и граничные условия

№	Расчетная область	Расчетная зависимость	Начальные условия	Граничные условия
1.	Твердые тела	$\operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T) = 0$ $\bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T$	$T = T_0$	$q = \alpha(T - T_{\text{ж}})$ $-(\bar{q} \cdot \bar{n}) = 0$ $q = \varepsilon \sigma_0 (T^4 - T_{\text{amb}}^4)$
2.	Нагреватель	$\operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T) + q_v = 0$ $\bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T$ $\bar{j} = \sigma \bar{E},$ $\bar{E} = -\operatorname{grad} U,$ $q_v = (\bar{j} \cdot \bar{E})$	$T = T_0$	$q = \varepsilon \sigma_0 (T^4 - T_{\text{amb}}^4)$ $\int_S (\bar{j} \cdot \bar{n}) dS = I_0$ $\varphi = 0$
3.	Кристалл	$\operatorname{div}((\lambda + \lambda_{\text{п}}) \cdot \operatorname{grad} T) = 0$ $\bar{q} = -(\lambda + \lambda_{\text{п}}) \cdot \operatorname{grad} T$	$T = T_0$	$q = \varepsilon \sigma_0 (T^4 - T_{\text{amb}}^4)$
4.	Расплав	$c_{pv} \bar{w} \cdot \operatorname{grad} T = \operatorname{div}(\lambda \cdot \operatorname{grad} T)$ $\bar{w} \cdot \operatorname{grad} \bar{w} = -\frac{1}{\rho} \operatorname{grad} p + \nu \Delta \bar{w}$ $\operatorname{div}(\bar{w}) = 0$ $\bar{q} = -\lambda \cdot \operatorname{grad} T$ $\rho = \theta_{\text{т}} \rho_{\text{т}} + \theta_{\text{ж}} \rho_{\text{ж}}$ $\theta_{\text{т}} + \theta_{\text{ж}} = 1$ $c_{pm} = \frac{1}{\rho} (\theta_{\text{т}} \rho_{\text{т}} c_{pm\text{т}} + \theta_{\text{ж}} \rho_{\text{ж}} c_{pm\text{ж}})$ $+ L \frac{\partial \alpha_m}{\partial T}$ $\alpha_m = \frac{1}{2} \frac{\theta_{\text{ж}} \rho_{\text{ж}} - \theta_{\text{т}} \rho_{\text{т}}}{\theta_{\text{т}} \rho_{\text{т}} + \theta_{\text{ж}} \rho_{\text{ж}}}$ $\lambda = \theta_{\text{т}} \lambda_{\text{т}} + \theta_{\text{ж}} \lambda_{\text{ж}}$	$T = T_0$ $\bar{w} = 0$ $p = p_0$ $\theta_{\text{т}} = 0$ $\theta_{\text{ж}} = 1$	$-(\bar{n} \cdot \bar{w}) = \bar{w}_{\text{out}}$ $p = p_{\text{const}}$

Результаты исследования

В ходе первых вычислительных циклов в трехмерной постановке задачи, силу тока на нагревателе задавали таким образом, чтобы температура объекта нагрева (тигля) соответствовала температуре плавления исходного материала 525°C с точностью ($\pm 10^\circ\text{C}$). Положение фронта кристаллизации определяли по изотерме, соответствующей температуре плавления кристалла с точность $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Проведены расчеты распределения температуры на нагревателе при подаче на токоподводящий контакт нагревателя тока 80 А. Распределение температуры

на нагревателе представлено на рисунке 26.

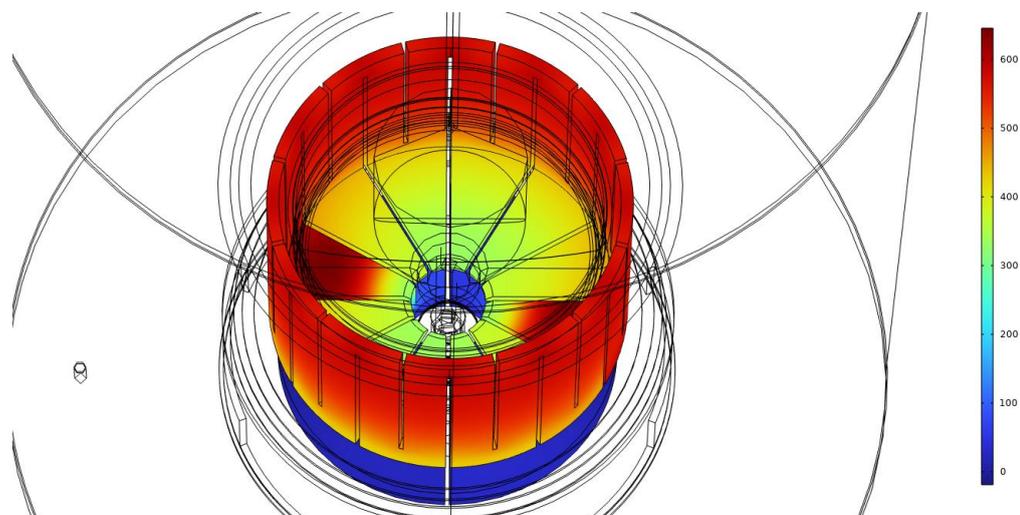


Рисунок 26 – Распределение температуры на нагревателе. Вид сверху

Как видно из представленных на рисунке 27 распределений температуры, в донной части нагревателя наблюдается область локального перегрева, температура в которой достигает значений более 600 °С, что превышает температуру плавления исходного материала в тигле. Наличие такой области связано с малым сечением токоподводящей опоры рабочей области нагревателя, рисунок 27.

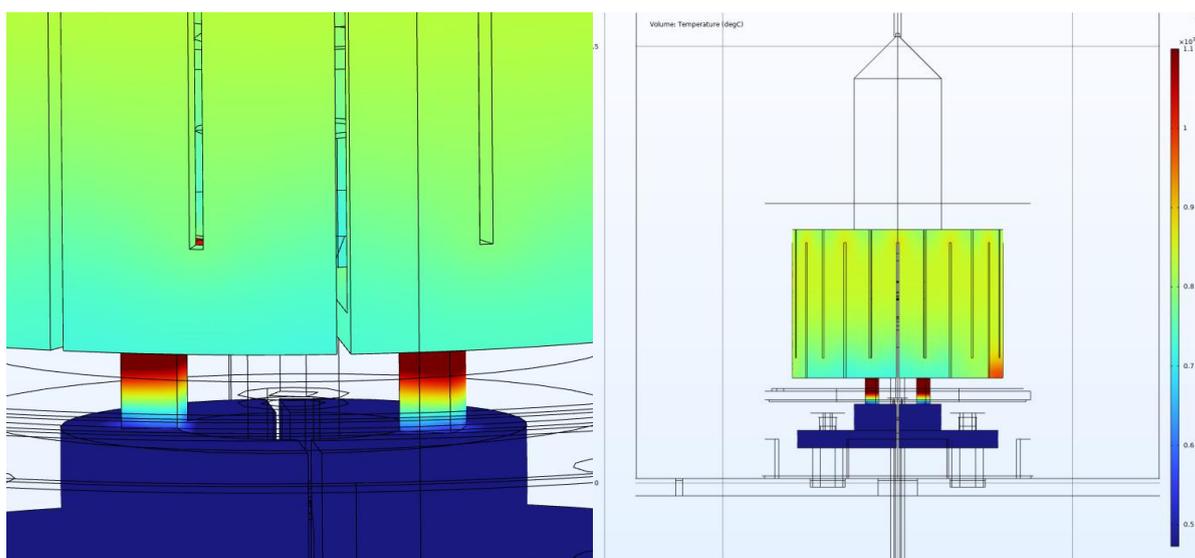


Рисунок 27 – Конструкция токоподводящей опоры нагревателя

Увеличение сечения токоподводящей опоры приведет к уменьшению области локального перегрева донной части нагревателя и обеспечит более равномерный нагрев тигля.

Следующим результатом вычислений является удельная мощность тепловыделения на элементах теплового узла. Отметим, что максимальная объемная мощность выделяется на поверхности нагревателя, т.к. он является непосредственным источником нагрева, однако также наблюдается достаточно высокое тепловыделение в стенках тигля [116].

Рисунок 28 демонстрирует профиль температуры в тепловом узле: нагреватель и придонная часть установки являются наиболее горячими, в то время как экраны, выполненные из графита, имеют температуру порядка 350-400 °С.

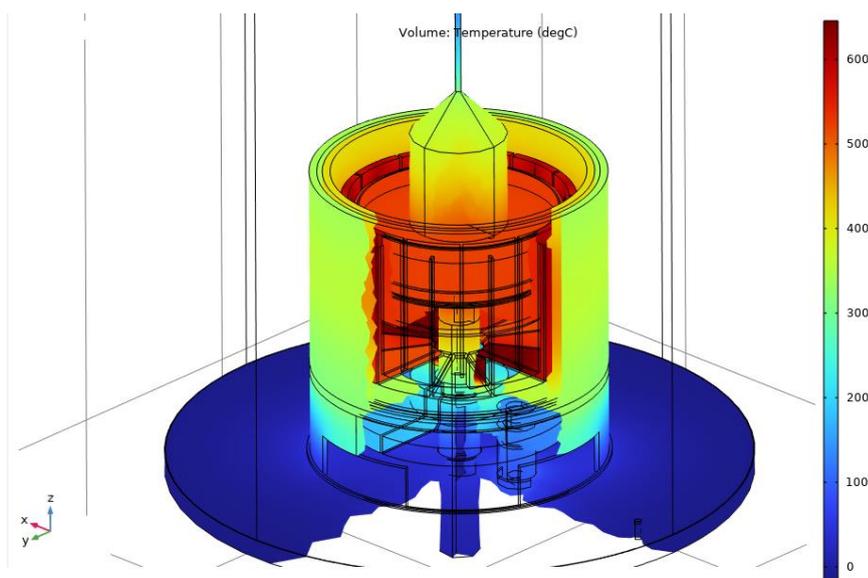


Рисунок 28 – Температурный профиль теплового узла выращивания монокристаллов InSb способом Чохральского

На рисунке 29 представлен профиль изотермических контуров в кристалле и поле скоростей потока расплава, а на рисунке 30 наглядно показано сечение расчетных значений температурных полей, создаваемых в тепловом узле в процессе выращивания монокристаллов антимонида индия. Следует отметить наличие ярко выраженного циркуляционного течения расплава, скорость

которого достигает максимального значения до 7 мм/с в донной части тигля и вблизи его вертикальных стенок.

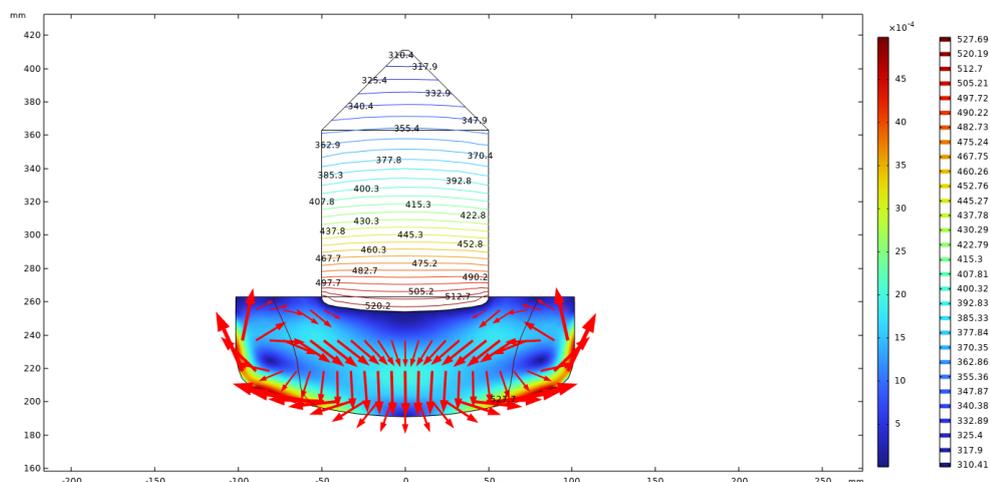


Рисунок 29 – Профиль изотерм в кристалле и поле скоростей и направления потока расплава

Из представленного профиля изотермических контуров видно, что температурный градиент в нижней части кристалла, вблизи к фронту кристаллизации составляет 15 °C/см, а в верхней цилиндрической части кристалла градиент температуры снижается до 10 °C/см.

Отметим, форма изотермического контура вблизи к фронту кристаллизации имеет вогнутую форму, на расстоянии около 20 мм от фронта кристаллизации форма изотермы становится горизонтальной, а далее по длине кристалла изотермы имеют выпуклую форму (рисунок 30).

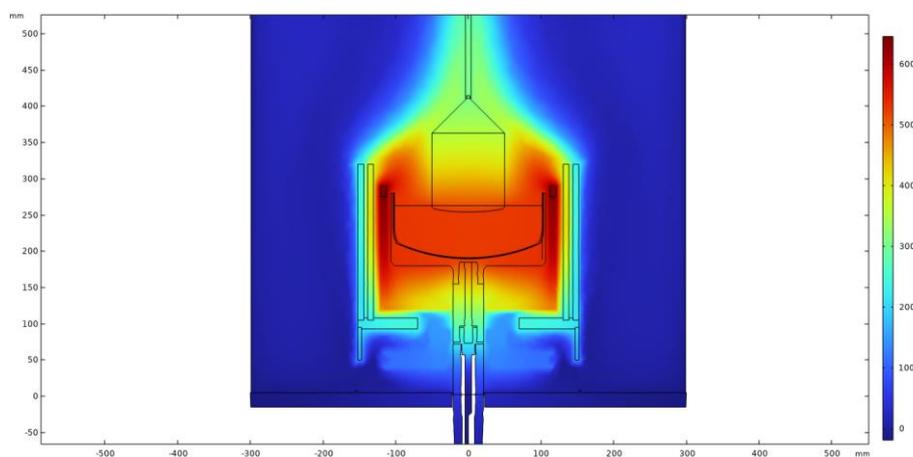


Рисунок 30 – Зоны температурных полей в тепловом узле в соответствии с результатами расчета

Значения режимных параметров, определенных теоретически на основе математического моделирования, были использованы в экспериментах по выращиванию монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

В таблице 10 приведены расчетные и экспериментальные режимные параметры процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

Таблица 10 – Расчетные и экспериментальные режимные параметры процесса выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм

Характеристика	Расчетные данные математического моделирования	Экспериментальные данные
Скорость вращения затравки, об/мин	20-30	22-25
Скорость вращения тигля, об/мин	12-20	12-16
Скорость вытягивания кристалла, мм/ч	12-27	10-25
Мощность нагревания при расплавлении, кВт	12-18	15-16
Мощность нагревания при выращивании монокристалла, кВт	3,0-3,5	3,3-3,5

Экспериментальная апробация подтвердила, что определенные на основе математического моделирования режимные параметры выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм соответствуют оптимальным параметрам, обеспечивающим устойчивый рост и требуемые электрофизические и структурные свойства монокристаллов.

Математическое моделирование позволяет сделать следующие выводы:

1) На основе численного моделирования процессов радиационного теплообмена и гидродинамики проведен расчет распределения температуры на нагревателе, тепловых экранах для выращивания антимонида индия методом Чохральского.

2) Показано, что в донной части нагревателя наблюдается область локального перегрева, температура в которой достигает значений более 600 °С, что превышает температуру плавления исходного материала в тигле. Наличие такой области связано с малым сечением токоподводящей опоры рабочей области нагревателя. Увеличение сечения токоподводящей опоры приведет к уменьшению области локального перегрева донной части нагревателя и обеспечит более равномерный нагрев тигля.

3) Установлено, что температура внешних стенок графитовых цилиндрических экранов составляет 350-400 °С. Для уменьшения теплотерь целесообразно использовать дополнительный радиационный экран.

4) Показано, что температурный градиент в нижней части кристалла, вблизи к фронту кристаллизации составляет 15 °С/см, а в верхней цилиндрической части кристалла градиент температуры снижается до 10 °С/см.

5) Установлено, что форма изотермического контура вблизи к фронту кристаллизации имеет вогнутую форму, на расстоянии около 20 мм от фронта кристаллизации форма изотермы становится горизонтальной, а далее по длине кристалла изотермы имеют выпуклую форму.

6) Показано, что определенные на основе математического моделирования параметры режимов выращивания монокристаллов антимонида индия увеличенного диаметра соответствуют оптимальным параметрам, установленным экспериментальным путем при получении монокристаллов диаметром 100 мм и обеспечивают требуемые электрофизические и структурные свойства монокристаллов.

3.1.2. Технология выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром до 100 мм

Нами разработаны технические требования к оборудованию для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром до 100 мм, которое предусматривает загрузку исходного сырья до 12 килограмм. Данная установка

изготовлена на основе математического моделирования процесса выращивания монокристаллов антимонида индия и опыта получения монокристаллов диаметром 56,2 мм с учетом профиля кристалла и массы загрузки и обладает функционалом поддержания заданного диаметра кристаллов. Для этой установки был изготовлен тигель увеличенного диаметра (176 мм), который обеспечивает соотношение диаметра выращиваемого монокристалла и диаметра тигля не менее чем 1 к 1,5. Типичный вид получаемых монокристаллов диаметром 100 мм показан на рисунке 31.



Рисунок 31 – Монокристалл антимонида индия диаметром 100 мм

Для повышения качества полученного монокристалла антимонида индия (InSb) диаметром 100 мм нами был разработан и экспериментально апробирован режим посткристаллизационной обработки на основе режима, предусмотренного для монокристаллов диаметром 50,8 мм [23]. Изменение режима посткристаллизационного отжига при увеличении диаметра необходимо для обеспечения снижения остаточных упругих деформаций в кристалле и повышения выхода годных пластин при дальнейших операциях механической и химико-механической обработки [23,39].

На рисунке 32 приведены режимы отжига для монокристаллов диаметром 50,8 мм, 76 мм и 100 мм.

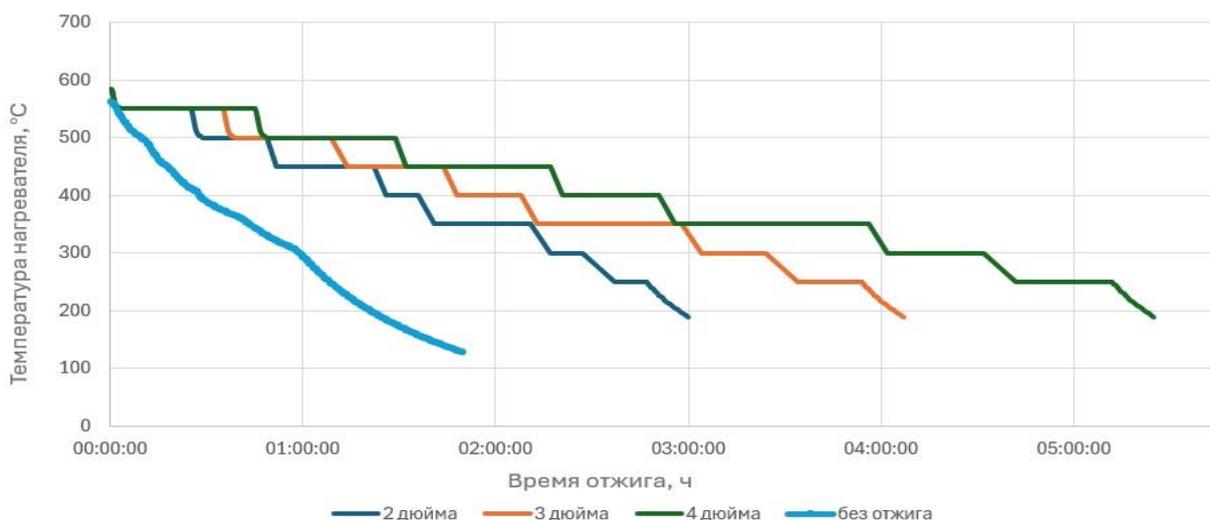


Рисунок 32 – Режимы посткристаллизационного отжига для монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм, 76 мм и 100 мм

Из рисунка 32 видно, что с увеличением диаметра монокристалла увеличивается общее время отжига за счет более длительных выдержек при температурах от 450 до 350 °C, при которых происходит снятие термоупругих напряжений, возникающих в процессе роста монокристалла.

Для выращенных монокристаллов антимонида индия ориентации (100) диаметрами 76,2 мм и 100 мм выполнены измерения основных электрофизических и структурных параметров, полученные значения сравнивались с параметрами кристаллов диаметром 50,8 мм. Измерения проводили на контрольных пластинах, вырезанных из нижней и верхней частей монокристаллов, разделенных на четыре равных части для помещения в установку Холла. Бралась средняя результаты по всей пластине из полученных значений по четырем измерениям каждой из пластин. В таблице 11 приведены значения концентрации и подвижности носителей заряда полученных монокристаллов [117]. Для измерений электрофизических параметров в выращенных монокристаллах антимонида индия различного типа диаметром (50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм) вырезался образец из начальной и конечной частей монокристалла.

Таблица 11 – Результаты измерений концентрации и подвижности носителей заряда на контрольных пластинах, полученных из монокристаллов InSb диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм. (T=77K)

Диаметр образца	Толщина образца d, мм	Тип электропроводности	$n = 1/R \cdot e, \text{ см}^{-3}$	$\mu = R/\rho, \text{ см}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$
Кристалл 50,8 мм, начало	2,35	n	$1,3 \cdot 10^{14}$	$5,3 \cdot 10^5$
Кристалл 50,8 мм, конец	2,37	n	$6,8 \cdot 10^{14}$	$3,4 \cdot 10^5$
Кристалл 76,2 мм, начало	2,25	n	$1,9 \cdot 10^{14}$	$5,3 \cdot 10^5$
Кристалл 76,2 мм, конец	1,95	n	$7,1 \cdot 10^{14}$	$3,4 \cdot 10^5$
Кристалл 100 мм, начало	2,15	n	$1,1 \cdot 10^{14}$	$5,3 \cdot 10^5$
Кристалл 100 мм, конец	1,87	n	$7,5 \cdot 10^{14}$	$3,4 \cdot 10^5$

Измеренные параметры электрофизических свойств монокристаллов антимонида индия диаметрами 76,2 мм и 100 мм соответствуют стандартным значениям и совпадают с параметрами монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм.

Предварительно выведенные в кристаллографическую плоскость (100) контрольные пластины полученных монокристаллов InSb, исследовались на наличие различного рода структурных дефектов, таких как дислокации, двойники, ламели, выделения второй фазы, а так же точечные дефекты недислокационной природы. Для этого все контрольные образцы заранее были отшлифованы на стекле с использованием суспензии, состоящей из порошка карбида кремния и воды. Далее образцы подвергались сначала полирующему травлению в стандартном для InSb травителе CP-4 ($5\text{HNO}_3 + 3\text{HF} + 3\text{CH}_3\text{COOH}$) в течение 5-7 секунд. Селективное травление на полированных образцах проводилось в составе $2\text{HCl} + \text{H}_2\text{O}_2$ до конца реакции. Исследования поверхности образцов осуществляли с использованием металлографического микроскопа Polyvar Met. По изложенной в разделе (2) методике проводился подсчет плотности ямок травления. На всех исследованных образцах наблюдается равномерное распределение дефектов по

площади пластины. Разработанный режим выращивания монокристаллов диаметром до 100 мм позволяет получать образцы без объемных дефектов.

Средние значения плотности дислокаций десяти исследованных монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм представлены в таблице 12.

Таблица 12 – Средние значения плотности дислокаций для монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8мм, 76,2 мм и 100мм

Диаметр кристалла 50,8мм	Nd, см ⁻²	Диаметр кристалла 76,2 мм	Nd, см ⁻²	Диаметр кристалла 100 мм	Nd, см ⁻²
Пластина из начала монокристалла	31	Пластина из начала монокристалла	37	Пластина из начала монокристалла	42
Пластина из конца монокристалла	46	Пластина из конца монокристалла	51	Пластина из конца монокристалла	53

На рисунке 33 показана форма ямок травления на плоскости (100).

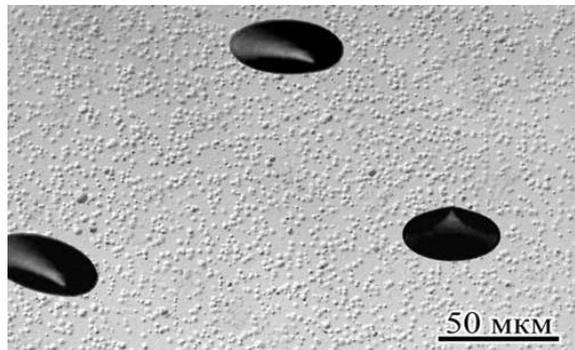


Рисунок 33 - Форма ямок травления в монокристалле антимонида индия на плоскости (100)

Исследования плотности дислокаций образцов InSb, полученных из монокристаллов диаметром до 100 мм, показали, что разработанная технология роста, позволила сохранить значение данного параметра на уровне плотности дислокаций образцов диаметром 50,8 мм.

Результаты, полученные в ходе выполнения диссертационной работы, позволили разработать технологию получения крупногабаритных монокристаллов антимонида индия с кристаллографической ориентацией [100] и впервые в

Российской Федерации вырастить монокристаллы антимонида индия диаметром 100 мм [18,118].

Однако, в настоящее время конечной продукцией являются полированные пластины, а не монокристаллические слитки, поэтому дальнейшая работа будет посвящена исследованию и оптимизации комплекса механических и химико-механических операций [119].

3.2 Разработка технологических операций механической и химико-механической обработки пластин диаметром до 100 мм

3.2.1 Калибрование и нанесение базовых срезов монокристаллов антимонида индия

Механические воздействия на кристаллическую структуру полупроводникового материала в ходе его обработки торцов монокристаллических слитков является важным и требует исследования. К торцевому воздействию можно отнести калибрование слитка, нанесение базовых срезов, а также формирование краевого профиля, которые являются похожими операциями по характеру воздействия на полупроводниковые материалы, в том числе на антимонид индия.

В ходе торцевого воздействия возникают так называемые далекодействующие поля деформации [120]. При торцевом воздействии возникающие далекодействующие поля деформации неизбежно оказывают влияние на кристаллическую структуру такого полупроводникового соединения как антимонид индия.

Операции калибрования слитка и нанесения базовых срезов выполняются абразивным инструментом и являются дефектообразующими.

Экспериментально были установлены ключевые параметры процесса калибрования и нанесения базовых срезов:

- удельное давление,

- тип абразивных частиц,
- скорость обработки (вращения).

Было обнаружено, что для хрупкого и одновременно мягкого материала InSb необходимо:

Во-первых, обеспечить приложение давления в направлении перпендикулярном оси роста монокристалла для снижения привносимых деформаций. Для этого были модифицированы круглошлифовальный станок (на котором выполняется операция калибрования) и плоскошлифовальный станок (на котором выполняются операции нанесения ориентационных срезов);

Во-вторых, для уменьшения дальнедействующих полей деформации для InSb предпочтительно использовать в качестве абразива корунд, который является более мягким материалом по сравнению с алмазом;

В-третьих, необходимо постепенно уменьшать скорость съема материала с обрабатываемой поверхности. Опытным путем было установлено, что оптимальные значения скорости съема материала составляют: на первом этапе (съем до 5 мм) – 50 мкм/проход; на втором этапе (съем до 500 мкм) – 20 мкм/проход; на третьем этапе (съем до 100 мкм) – 10 мкм/проход.

Таким образом, разработан режим калибрования и нанесения базовых срезов, который обеспечивает минимизацию деформации боковой поверхности монокристалла InSb.

В рамках дислокационного механизма получила объяснение зависимость глубины нарушенного слоя (h_{nc}) от кристаллографической ориентации для кристаллов полупроводниковых соединений [121]. Воздействие абразивных частиц на грани кристалла ориентации сопровождается движением дислокаций по шести наклонным плоскостям $\{111\}$, а при обработке поверхности $\{100\}$ — по четырем. Вследствие этого стадия упрочнения, связанная с уменьшением внутренних механических напряжений в результате взаимодействия движущихся по наклонным плоскостям дислокаций, в первом случае наступает раньше и выражена сильнее, чем во втором.

Полупроводниковая пластина, подготовленная для эпитаксии или для

последующих процессов, таких как литография, не используется в процессах на 100 % имеющейся площади. У каждой пластины имеется рабочая поверхность и так называемая краевая зона, размер которой составляет около 2 мм от края пластины по диаметру. Таким образом, при торцевом воздействии нет необходимости полностью при помощи последующих химических или химико-механических процессов удалять нарушенный слой материала при условии, что этот деформированный слой остается в пределах краевой зоны.

3.2.2 Резка монокристаллов антимонида индия

Для разделения (резания) монокристаллического антимонида индия на пластины выбран способ многопроволочной резки. Учитывая сложности этого процесса необходим научно обоснованный подбор всех компонентов и параметров операции.

Первоначально следует провести выбор оборудования для реализации этого процесса. При этом выборе учитываются особенности монокристалла InSb, а именно, его хрупкость, дальнедействующее распространение внесённой деформации [120], а также кристаллографическую ориентацию и геометрические размеры. Наиболее приемлемым является оборудование фирмы «Такатори» (рисунки 34, 35), которое ориентировано для прецизионной резки сравнительно небольших кристаллов, в т. ч. кристаллов соединений $A^{III}B^V$.



Рисунок 34 – Внешний вид станка проволочной резки фирмы Takatori модели MWS-45 SN



Рисунок 35 – Рабочая зона станка проволочной резки фирмы Takatori модели MWS-45 SN

На станке фирмы Takatori модели MWS-45SN процесс резки выполняется в режиме воздействия свободных абразивных частиц при их перемещении в зоне резания кристалла. Задачей при организации такого процесса резки кристалла на пластины заключается в рассчитаном и практически подобранном комплексе всех параметров процесса, который бы обеспечивал выполнение следующего условия процесса резки, а именно, режим щадящего хрупкого разрушения кристалла в

зоне перекачивания абразивной частицы под движущейся проволокой. Процесс движения проволоки циклический (рисунок 36) и на каждом цикле есть четыре этапа: «остановка движения», «разгон», «основное движение», «замедление движения». Затем цикл повторяется в противоположную сторону, но с сокращением пути. Таким образом, выполняется обновление проволоки в зоне резания. Значение этого обновления составляет 20 метров в минуту.

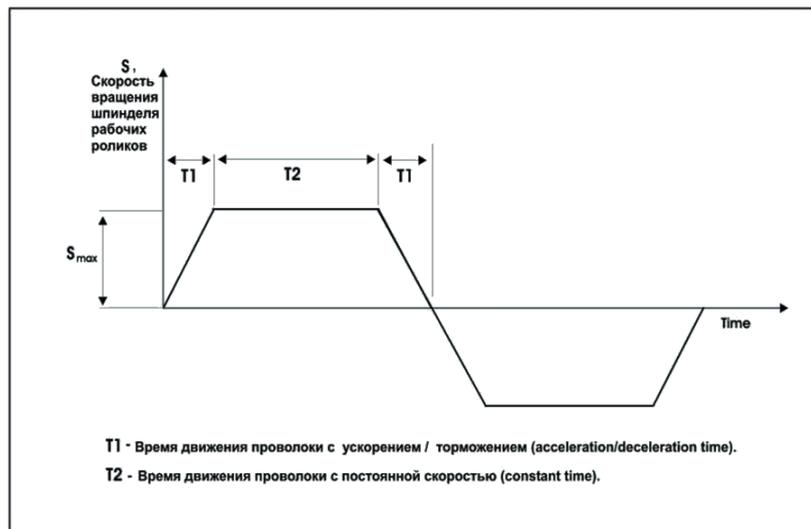


Рисунок 36 – Циклограмма движения проволоки на станке

В целом процесс проволочной резки на указанном станке является многофакторным и включает порядка полутора десятков переменных параметров. Сочетание оптимальных параметров при резке антимонида индия ориентации (100) требует комплексных исследований. Ключевыми параметрами и режимами процесса резания монокристаллов InSb на пластины являются: состав, свойства и соотношение твердого абразива и жидкого компонента в суспензии; скорость перемещения и сила натяжения проволоки; переменная скорость перемещения стола относительно диаметра разделяемого монокристалла; температура абразивной суспензии.

Пошаговый выбор оптимальных значений перечисленных параметров позволяет на стадии создания опытно-промышленного производства решить задачу по резке столь хрупкого материала, которым является

монокристаллический антимонид индия, особенно ориентации (100). Результаты по выбору оптимальных значений параметров процесса резки монокристалла InSb на пластины представлены ниже.

- Размер абразивных частиц карбида кремния для достижения указанного механизма хрупкого разрушения кристалла InSb был выбран абразив размером 1500 меш (размер основной фракции $8,4 \pm 0,6$ мкм).

- Соотношение компонентов в суспензии подобрано следующее: 6500 г абразива помещается в 10 литрах трансформаторного масла. Полное смачивание всей поверхности частиц абразива происходило через 12 часов непрерывного перемешивания.

- Скорость движения проволоки на основном этапе циклограммы – 250 м/мин (4.16 м/с), а угол покачивания в зоне резки – $0,5^\circ$ с частотой 250 р/мин.

- Усилие натяжения проволоки выбрано в 19,8 Н. При выборе величины натяжения проволоки учтены особенности неравномерности динамической нагрузки в цикле возвратно-поступательного движения проволоки, а также снижение динамической вязкости суспензии по мере её зашламливания частицами от процесса реза монокристалла. По мере накопления шлама в суспензии, а именно через 3 – 5 процессов отработанная суспензия подлежит замене.

- Температура суспензии поддерживается в интервале от 26 до 28 °С. Поддержание температуры суспензии с её перемешиванием выполняется непрерывно, т. е. и в период остановки процесса резки.

- Скорость подачи кристалла в зону реза является величиной переменной по ходу прохождения зоны реза по диаметру кристалла. Весь диаметр кристалла разбивается на 20 дискретных зон (10 до середины кристалла и 10 после середины) на которых устанавливаются конкретные скорости подачи кристалла на рез и которые находятся в интервале от 8 до 12 мм/час. Величина скорости подачи на рез на каждом интервале по диаметру подбирается по величине прогиба проволоки. Такой секционный подход позволяет исключить нарушение модели абразивного воздействия, а именно, не допустить переход с перекатывания частиц карбида кремния на их режущее скольжение в зоне перемещения. При нарушении

параметров процесса следы такого нежелательного скольжения можно наблюдать визуально на поверхности резаной пластины. Именно под этими следами остаются дальнедействующие напряжённые зоны в глубине резаной пластины. Выбор оптимальных параметров процесса и направлен на его ведение без перехода указанного механизма взаимодействия «абразив – кристалл».

Подобранные посредством пошагового приближения к оптимальным значениям параметры процесса резки монокристаллов антимонида индия на пластины обеспечивают стабильное ведение процесса. Поверхность пластин имеет шероховатость Ra на уровне 0,6 - 0,8 мкм. Однако, геометрические параметры пластин после резки, и в первую очередь отклонение по толщине пластины - разнотолщинность (TTV) - имеют повышенное значение ~ 10 мкм. Поэтому для получения товарных полированных пластин с уровнем разнотолщинности < 5 мкм в технологическом маршруте изготовления пластин требуется наличие операции двухстороннего шлифования, которая и предназначена для достижения указанного геометрического совершенства пластины.

При разделении монокристалла на пластины на станках проволочной резки требуется тщательное кристаллографически ориентированное размещение кристалла на станке. Плоскость движения проволоки при резании должна совпадать с выбранной плоскостью в монокристалле. В противном случае все пластины порезанного монокристалла будут отбракованы по параметру точности их кристаллографической ориентации. Для исключения указанной ошибки торец кристалла тщательно устанавливается в плоскость (100), а боковая образующая кристалла с его торцом должна составлять строго 90°. Подготовленный таким образом монокристалл ориентационно монтируется на станок резки с использованием специально разработанного приспособления. Комплексно это обеспечивает выполнить резку монокристалла на пластины требуемой ориентации с погрешностью $\pm 0,5^\circ$.

3.2.3 Формирование фаски

На операции обработки боковой поверхности пластины требуется сформировать фаску в соответствии со стандартом SEMI M73-0125. Для этого используется необходимый фасочный инструмент, который служит одновременно и шаблоном формы фаски. Для нанесения фаски на резанные пластины InSb был выбран отечественный станок обработки кромки марки СОФ-100 или СОФ-150 (рисунок 37).

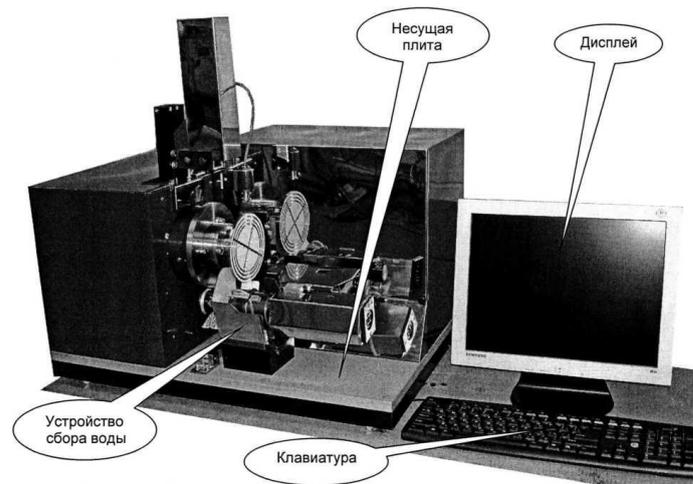


Рисунок 37 – Станок обработки кромки пластин марки СОФ (Россия)

В конструкции станка оптимально сочетается компьютерное программирование процесса и механический контроль по копиру. Всё это позволяет значительно повысить точность конечных геометрических размеров: диаметра пластины (менее 0,1 мм) и длин срезов (менее 0,05 мм).

Основной параметр процесса обработки кромки пластины на данном станке – скорость съема материала (мм/мин). Оптимизация скорости съема материала с учетом свойств материалов позволяет сформировать требуемый профиль фаски без внесения дополнительных напряжений в боковую поверхность и разрушения пластины. На станке СОФ-100 оптимизация скорости съема материала в первую очередь регулируется усилием прижима фасочного инструмента к пластине, а также скоростью вращения фасочного инструмента и скоростью вращения пластины. На основе результатов эксперимента по оптимизации соотношений

параметров процесса (усилие прижима, число оборотов фасочного инструмента и пластины) была оптимизирована скорость съема хрупкого материала InSb. Установлено, что она не должна превышать 0,05 мкм за 1 оборот.

Также были исследованы два способа нанесения фаски:

- формирование профиля боковой поверхности (кромки) на пластинах с величинами диаметра и ориентационных срезов, соответствующих номинальным значениям;
- формирование профиля боковой поверхности на пластинах с доведением величин диаметра и ориентационных срезов до номинальных значений на операции нанесения фаски.

Экспериментально установлено, что вероятность сколов и связанное с ними образование царапин на этапе ХМП снижается при полировании пластин, обработанных по второму варианту, а именно с доведением до заданного диаметра на операции нанесения фаски. Данный результат связан с тем, что при снятии материала с боковой поверхности при нанесении фаски происходит прецизионное удаление структурно-напряжённой периферийной зоны на пластине (инструментом с большим числом оборотов (число оборотов инструмента от 18000 до 22000 об./мин)). Таким образом доведение диаметра пластины до заданного значения на этапе фаски является важным преимуществом разработанного режима обработки боковой поверхности на станке СОФ-100.

3.2.4 Шлифование пластин антимионида индия

На этапе разработки операции двухстороннего шлифования свободным абразивом стояла задача по исследованию и определению параметров проведения процесса на пластинах InSb диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100,0 мм с целью достижения плоскостности сторон (TTV) на уровне 3 – 4 мкм и однородной по шероховатости поверхности обработанных пластин. Поверхность шлифованных пластин должна быть без рисок, царапин и других повреждений, и очень важно чтобы глубина нарушенного слоя на шлифованной поверхности была

равнозначна по всей пластине.

Для решения поставленной задачи был экспериментально подобран шлифовальный абразив, выбрано оборудование и определены параметры ведения процесса шлифования.

При выборе абразива для шлифования хрупких пластин InSb предпочтительным является не традиционный абразив на основе электрокорунда (ТУ 3988-075-00224450-99) с острой краеугольной формой зерна, а оригинальный материал фирмы Fujimi, имеющий следующий состав: $Al_2O_3 \geq 45\%$, $ZrO_2 \leq 33\%$, $SiO_2 \leq 20\%$, $TiO_2 \leq 2\%$, $Fe_2O_3 \leq 0,5\%$. Частицам этого абразива характерна условно плоская гексогональная форма с коэффициентом формы $\alpha_1=0,52$.

При выборе марки абразива и размера его частиц основанием выбрана практическая значимость условий выполнения операции шлифования при опытно-промышленном производстве. Если выбрать абразив FO 2000 с его размером основной фракции в 4 мкм, то плоскостность шлифовальных столов необходимо постоянно иметь на уровне менее 2 - 3 мкм. Постоянное поддержание плоскостности на таком уровне в условиях промышленного производства не целесообразно. В то время как при переходе на абразив FO 1200 требования по плоскостности столов упростятся до 4 - 5 мкм. И хотя величина нарушенного слоя увеличится примерно на 2 мкм, но её однородность по площади всей пластины останется той же, что и при шлифовании абразивом FO 2000. Последнее замечание является решающим. Поэтому для шлифования пластин InSb диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100,0 мм выбран абразив FO 1200.

В таблице 13 представлены характеристики абразивов различных фракционных составов фирмы Fujimi.

Для прецизионного шлифования полупроводниковых пластин известен ряд станков различных фирм. Это станки фирм «Anda – NTS», Logitech, PR Hofmann, Peter Wolters, SpeedFam, но только на станках двух последних фирм решена задача достижения минимальных значений отклонения от плоскостности сторон пластины при её шлифовании. Задача эта решена трёхзначным перемещением обрабатываемой пластины.

Таблица 13 – Характеристики абразива фирмы Fujimi

Марка порошка	Состав	Максимальный размер частиц, мкм	Размер частиц в 3%-ой точке, мкм	Размер частиц в 50%-ой точке, мкм	Размер частиц в 94%-ой точке, мкм
FO800	Al ₂ O ₃ ≥ 45%, ZrO ₂ ≤ 33%, SiO ₂ ≤ 20%, TiO ₂ ≤ 2%, Fe ₂ O ₃ ≤ 0,5%	≤ 33,3	≤ 27,5	11 – 13	≥ 7
FO1200	Al ₂ O ₃ ≥ 45%, ZrO ₂ ≤ 33%, SiO ₂ ≤ 20%, TiO ₂ ≤ 2%, Fe ₂ O ₃ ≤ 0,5%	≤ 18	≤ 11,8	7 – 7,5	≥ 4,2
FO2000	Al ₂ O ₃ ≥ 40,5%, ZrO ₂ ≤ 33%, SiO ₂ ≤ 25%, TiO ₂ ≤ 2%, Fe ₂ O ₃ ≤ 0,7%	≤ 13	≤ 9	4,2 – 5,2	≥ 2,6

Пластина совершает следующие три вращения – перемещение, а именно по кругу вращающегося стола, перемещение во вращающемся сепараторе и ещё вращение в гнезде сепаратора. Такая кинематика достигнута за счёт оснащения станка 4-мя индивидуально программируемыми электродвигателями - это двигатели для индивидуального вращения верхнего и нижнего шлифовальных столов, двигатель кольцевой и двигатель солнечной шестерён. Это позволяет достичь условия, при котором каждая точка на поверхности обрабатываемой пластины совершает одинаковый путь, а, следовательно и величина слоя удаляемого материала по всей поверхности пластины будет одинаковая. С увеличением диаметра обрабатываемой пластины габаритные размеры станков возрастают. Поэтому машиностроительной фирмой SpeedFam (SF) создан целый набор станков, пригодных для шлифования пластин диаметром от 50,8 мм и до 200 мм. Для шлифования пластин InSb были выбраны станки указанной фирмы (рисунок 38).



Рисунок 38 – Станок двухстороннего шлифования
SpeedFam 10,5B-5L-V-4MH

Согласно выбранному абразиву и типу шлифовального оборудования исследованы особенности и параметры процесса шлифования пластин InSb диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100,0 мм.

Для обеспечения равномерности деформированного слоя по толщине необходимо обеспечить такую кинематику перемещения, чтоб каждая пластина совершала не менее $2\div 3$ оборотов относительно своего центра за один оборот сепаратора. Это обеспечивается разницей в скоростях вращения верхнего и нижнего столов не менее, чем в 2,5 раза. Экспериментально было установлено, что кинематика перемещения обеспечивается при разнице скоростей вращения столов в 3 раза.

Качество шлифования – минимизация глубины нарушенного слоя при требуемой скорости съема материала на уровне порядка 8 мкм/мин, обеспечивается давлением на пластину. Экспериментально определено, что скорость съема более 12 мкм/мин приводит к появлению царапин, рисок, выколов, внесению нарушений совершенства монокристалла на глубину величиной более 3 размеров частиц абразива.

Экспериментально был определен диапазон оптимальных значений скоростей вращения столов и рабочих давлений, которые обеспечивают равномерности глубины нарушенного слоя по пластине и его минимальную

толщину не более 21 мкм (абразив FO 1200 со средним размером частиц абразива 7 – 7,5 мкм). Для скоростей вращения столов диапазон составляет от 6 до 9 об/мин и от 12 до 27 об/мин для одного и второго стола. Диапазон давлений составляет от 17 до 42 г/см³.

Определение оптимального значения величины рабочего давления на пластину проводилось в экспериментально установленном оптимальном диапазоне: скорость вращения верхнего и нижнего шлифовальных столов составляла 6,7 и 20,0 об./мин, а также 8,7 и 26 об./мин соответственно, а давление изменялось в диапазоне от 17 до 42 г/см³. Следует отметить, что выбор скорости вращения столов должен проводиться примерно в пропорциональном соотношении с целью обеспечения равномерной обработки материала с обеих сторон.

Время проведения процесса двухстороннего шлифования ограничено разницей исходной и заданной (устанавливаемой в настройках станка) толщин. При этом для эксперимента были использованы пластины после резки монокристалла антимонида индия с исходными значениями толщины $\pm 2,5$ мкм.

В таблице 14 и на рисунке 39 представлены результаты экспериментального определения оптимальной нагрузки на единицу поверхности.

Таблица 14 – Значения скоростей съема материала антимонида индия в зависимости от нагрузки на единицу площади

Давление на пластину, г/см ²	Скорости вращения шлифовальных столов			
	Скорость вращения верхнего стола, $v_{\text{верх}}$, об/мин	Скорость вращения нижнего стола, $v_{\text{ниж}}$, об/мин	Скорость вращения верхнего стола, $v_{\text{верх}}$, об/мин	Скорость вращения нижнего стола, $v_{\text{ниж}}$, об/мин
	6,7	20	8,7	26
Скорость съема InSb $v_{\text{съема}}$, мкм/мин				
42	17,64		19,93	
37	15,22		18,12	
32	13,63		16,02	
27	11,83		13,74	
22	8,61		11,12	
17	6,87		8,78	

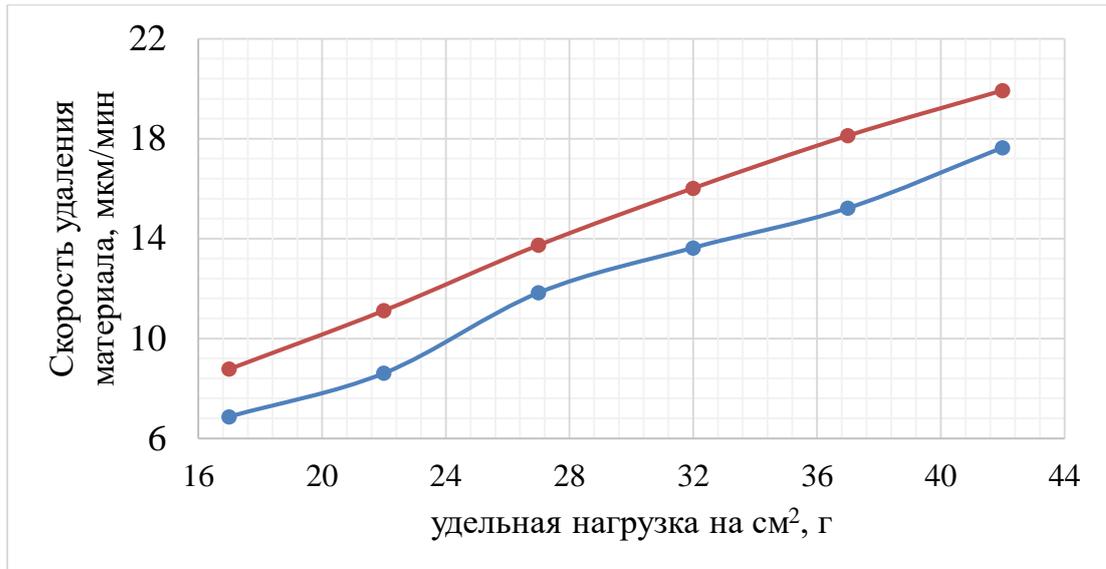


Рисунок 39 – Зависимость скорости съема InSb от удельной нагрузки (синяя линия: скорости вращения верхнего и нижнего столов 6,7 и 20 об/мин соответственно; красная линия: скорости верхнего и нижнего столов 8,7 и 26 об/мин соответственно)

Установлено, что скорость съема при нагрузке 42 г/см² составляет 17,64 мкм/мин. Эти значения обуславливают образование рисок и неравномерность по толщине наклепанного (деформированного) слоя. Снижение нагрузки до 37 г/см² и 17 г/см² приводит к снижению скорости съема до 15,22 мкм/мин и 6,87 мкм/мин, соответственно.

Таким образом, дальнейшее исследование проводилось при нагрузке в диапазоне 37÷17 г/см². Увеличение скорости вращения шлифовальных столов при выбранной нагрузке приводит к росту скорости съема до 8,78 мкм/мин, но на поверхности образцов были обнаружены риски и единичные царапины. Экспериментальные результаты свидетельствуют, что низкая нагрузка на единицу площади шлифуемой поверхности пластины обуславливает изменение механизма воздействия свободного абразива на нее. В результате образования крупных конгломератов частиц абразивного порошка в процессе обработки доминирует механизмом резания вместо процесса перекачивания отдельных абразивных частиц, что приводит к образованию множества дефектов в поверхностной структуре антимолида индия.

С ростом удельного давления наблюдается рост скорости обработки материала в процессе двухстороннего шлифования, что обусловлено увеличением количества одновременно работающих абразивных частиц и увеличением глубины их индентирования в обрабатываемую поверхность.

С увеличением нагрузки на единицу площади обрабатываемой поверхности (удельного давления) зерна абразива выкалывают бóльшую часть InSb. При этом образовавшиеся микротрещины распространяются на бóльшую глубину по сравнению с низким удельным давлением и выкалываются более крупные частицы материала, что приводит к образованию более развитого микрорельефа поверхности пластины и увеличению ее микрошероховатости.

В таблице 15 приведены данные по микрошероховатости поверхности пластины InSb при различных нагрузках на единицу площади обрабатываемой поверхности на этапе двухстороннего механического шлифования.

Таблица 15 – Данные по микрошероховатости поверхности при различных нагрузках на единицу площади обрабатываемой поверхности

Давление на пластину, г/см ²	Шероховатость поверхности пластины InSb	
	\overline{Ra} , мкм (ГОСТ 2789-73)	\overline{Rz} , мкм
42	0,677	3,391
37	0,580	2,896
32	0,464	2,367
27	0,358	2,193
22	0,272	2,104
17	0,206	2,042

Давление величиной 22 г/см² является оптимальным при обработке пластин антимонида индия на этапе двухстороннего шлифования

Методом сканирования на установке MicroProf 200 FRT исследованы микрогеометрические параметры поверхности шлифованных пластин монокристаллического InSb диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100,0 мм после их

отмывки (шаг сканирования 65 мкм).

Геометрические параметры пластины указанных диаметров после двухсторонней притирки показаны в таблице 16.

Таблица 16 – Геометрические параметры пластины.

Ra, мкм	Rz, мкм	TTV, мкм	Warp, мкм	Bow, мкм
50,8 мм				
0,198	1,804	1,551	2,343	1,07
76,2 мм				
0,272	2,104	1,955	3,943	1,49
100 мм				
0,358	2,988	2,432	4,015	1,97

Шлифованные пластины с геометрическими параметрами (Ra, Rz, TTV, Warp, Bow), приведенными в Таблице, получены на станке двухстороннего шлифования фирмы SpeedFam при условии применения установленных нами режимов удельного давления, скоростей вращения верхнего и нижнего столов: 22 г/см²; 6,7 и 20 об/мин соответственно. Такие пластины пригодны для проведения на них последующих процессов химико-механического полирования и получения пластин с требуемыми конечными товарными параметрами.

В ходе процесса шлифования наряду со съёмом слоя с поверхности обрабатываемой пластин происходит и съём материала с самого шлифовальника (чугун или стекло). Естественно, учитывая микротвёрдость материала величина снимаемого слоя со шлифовальников значительно меньше в сравнении с величиной снимаемого слоя с полупроводниковой пластины. Но суммарная величина возрастает с последующими процессами шлифования очередной партии пластин. И хотя кинематические условия на станках выбранного производителя направлены на максимально равнозначное перемещение шлифуемых пластин по всей рабочей поверхности столов, их неравномерный износ с увеличением количества процессов возрастает. Периодически требуется притирка столов с применением специальных притирочных колец с целью придания поверхности столов минимального отклонения от плоскостности. Поэтому регулярно с

помощью контрольной поверочной линейки проверяется плоскостность верхнего и нижнего столов.

Экспериментально установлено, что симметричность расположения сепараторов с пластинами относительно центра шлифовальных столов и солнечной шестерни, а также равномерность заполнения ячеек сепараторов пластинами относительно всей площади стола, в значительной степени влияют на сохранность плоскостности столов в процессе обработки шлифованием. Сепараторы следует укладывать симметрично относительно геометрического центра нижнего стола. При неполном заполнении ячеек сепараторов пластинами их расположение должно быть максимально равномерным относительно всей поверхности стола.

На рисунке 40 представлены статистические результаты изменения плоскостности стола в условиях производственного цикла.

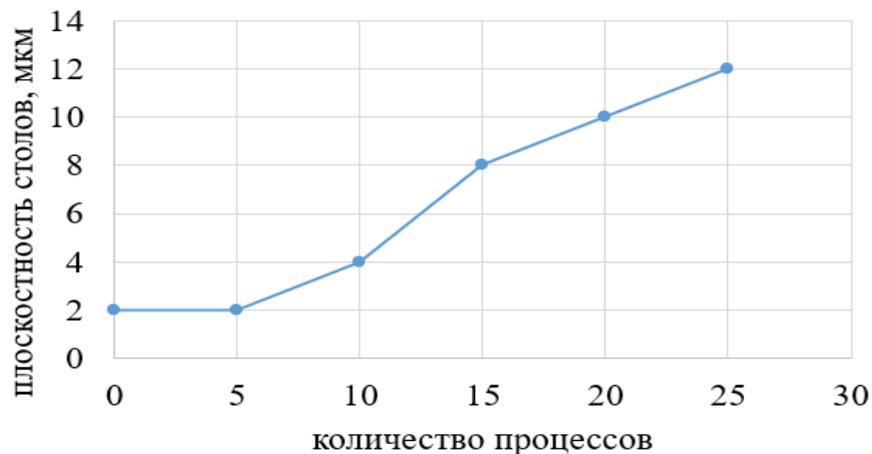


Рисунок 40 – Зависимость плоскостности столов от количества проведенных процессов шлифовки

Представлены результаты по исследованию получаемых геометрических параметров на шлифованных пластин в зависимости от количества проведенных процессов шлифовки. Экспериментально установлено, что характер зависимости параметров TTV, Wow, Warp, TIR, Ra и количества обнаруженных рисок на поверхности материала от количества проведенных процессов шлифовки одинаков для пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм. На рисунках 41 - 46

представлены типичные зависимости этих параметров на примере пластин диаметром 76,2 мм. Параметры скоростей вращения столов, кольцевой и солнечной шестерни оставались неизменными и соответствовали ранее подобранному. Промежуточная притирка с коррекцией геометрии столов не проводилась.

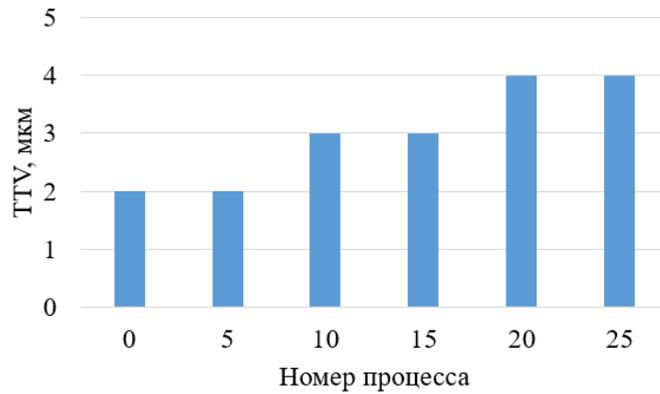


Рисунок 41 – Зависимость TTV пластин антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки

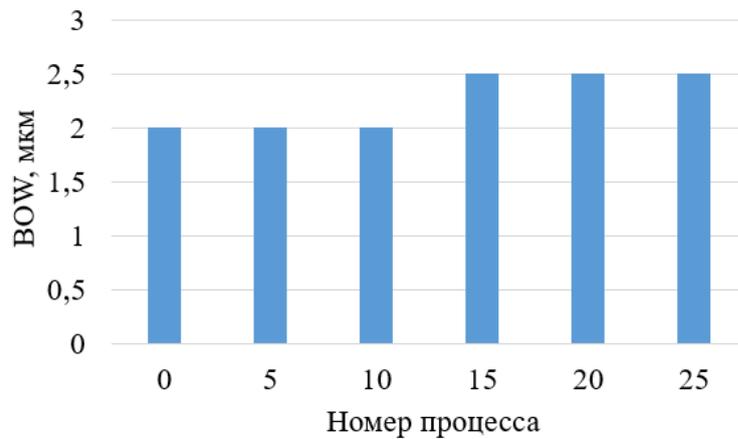


Рисунок 42 – Зависимость Bow пластин антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки.

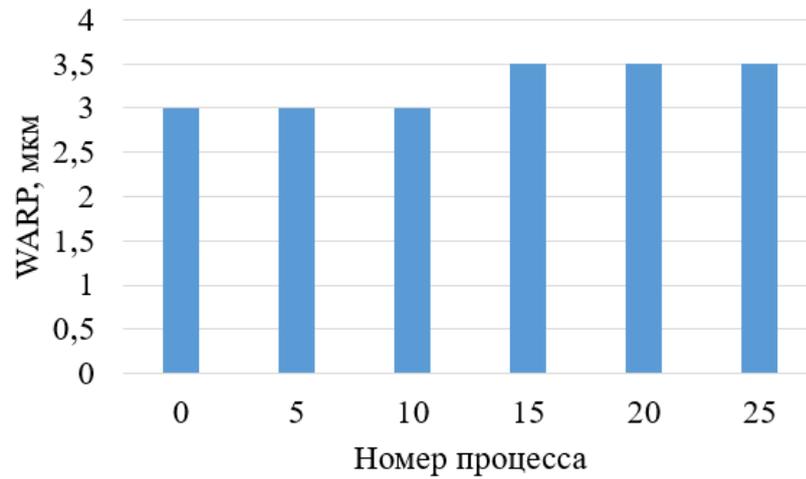


Рисунок 43 – Зависимость Wap пластин антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки

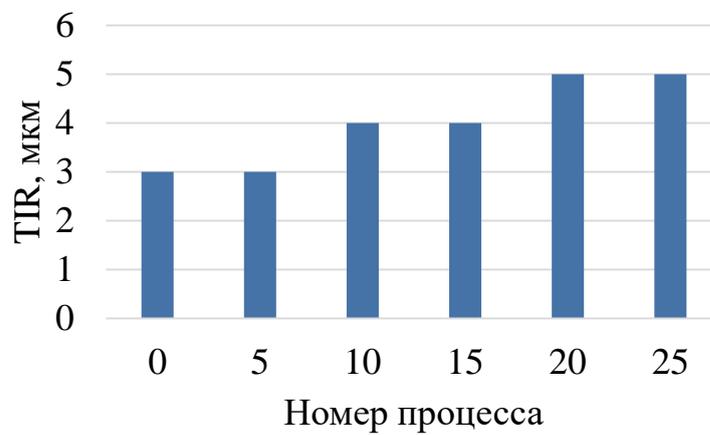


Рисунок 44 – Зависимость TIR пластин антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки

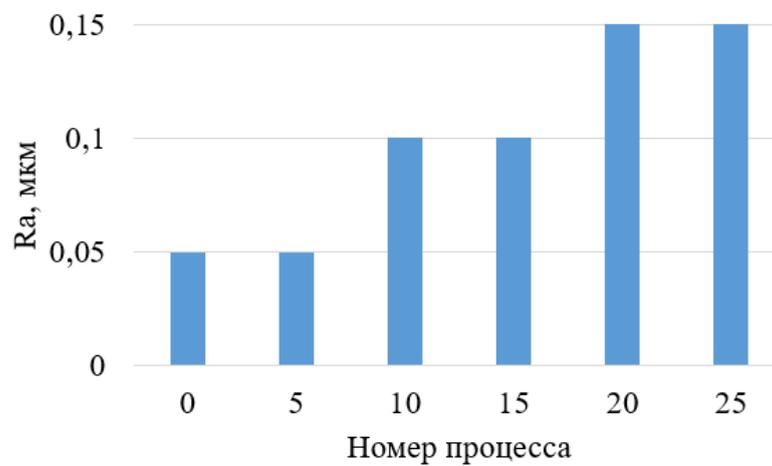


Рисунок 45 – Зависимость Ra пластин антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки

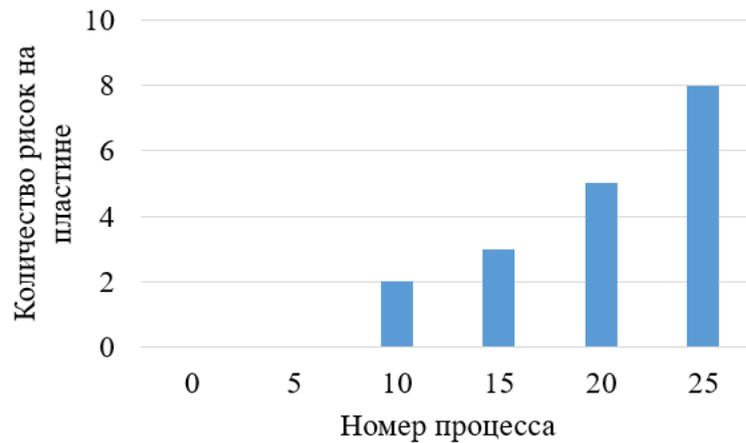


Рисунок 46 – Зависимость количества рисок, обнаруженных на обработанных пластинах антимонида индия от количества проведенных процессов шлифовки

В случае обработки образцов антимонида индия с использованием FO1200 наблюдается плавное увеличение геометрических параметров в виде TTV, BOW, Warp и TIR с увеличением количества проведенных процессов шлифовки. При этом не прослеживается критическое отклонение плоскостности столов от оптимальных значений. Заметно присутствие незначительного количества рисок на поверхности обрабатываемого материала, которое может быть вызвано в том числе увеличением количества шлама в суспензии со свободным абразивом.

Выбор микропорошка Fujimi FO1200 является предпочтительным благодаря тому, что форма частиц порошка исключает наличие заостренных зерен, частицы имеют минимальный разброс по размерам и составляют примерно 7 – 7,5 мкм в основной фракции, в минимальной степени воздействуют на геометрические параметры шлифовальных столов, сохраняют геометрические параметры обрабатываемых пластин в пределах допустимых значений.

3.2.5 Определение режимов и состава суспензии для химико-механического полирования пластин антимонида индия

Преимуществом двухстороннего полирования является максимальное сохранение геометрических параметров после операции шлифования благодаря одновременным процессам обработки лицевой и обратной сторон пластины в

ходе химико-механического полирования (ХМП). Кроме того, при двухстороннем полировании исключается необходимость использования адгезивных клеевых композиций и тем самым происходит сокращение технологического маршрута на стадии очистки полированных пластин.

Полирование осуществляется на станках с двумя полировальными столами выполненными из нержавеющей стали, на которых закреплены полировальники, подобранные для процессов предварительного и финишного полирования (рисунок 47).

Этап предварительного полирования проводится с целью удаления основной части нарушенного слоя с сохранением планарности поверхностей. На этапе финишного полирования необходимо обеспечить удаление остаточных деформированных слоев без внесения повреждений в материал.

Для предварительного и финишного полирования опытным путем были выбраны полировальные полотна типа Suba 600 (предварительное полирование) и Politex Supreme (финишное полирование). Основные характеристики этих полировальников приведены в таблице 17.



(а) – предварительного полирования SpeedFam 10,5B-5P-V-4MH
 (б) – финишного полирования Peter Wolters AC 530 P
 Рисунок 47 – Установки двухстороннего полирования

Таблица 17 – Основные характеристики полировальников, используемых для InSb

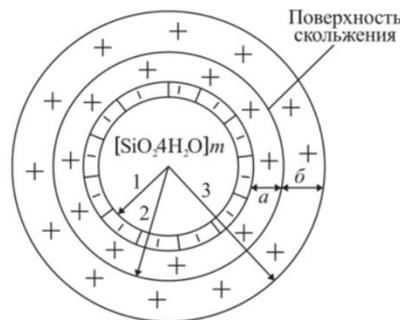
Наименование полировальника	Основной материал	Сжимаемость, %	Твердость по Роквеллу	Ссылка
Suba 600	Фетр (синтетические волокна)	4	44 (твердомер типа C)	https://pureon.com/products/polishing-pads/suba-x/
Politex	Полиуретан пористый (синтетические волокна)	14,75	-	https://pureon.com/products/polishing-pads/politex/

На более жестком полировальнике на основе фетра происходит сглаживание основных неровностей после шлифования, но обеспечить более мягкое воздействие на обрабатываемую поверхность не удастся. Полировальник на основе пористого полиуретана позволяет проводить более тонкую обработку, что в случае InSb – материала с низкой твердостью (твердость по шкале Мооса 3,8), становится критически важным.

В ходе исследования были проведены эксперименты с полировальными суспензиями различных составов, приведенных в литературе. Агрессивные среды с $\text{pH} > 7$ приводят к образованию труднорастворимых гидроксидов индия. Полировальный состав в данном случае должен обеспечить одновременное удаление как индия, так и сурьмы, так как ориентация обрабатываемых пластин (100) обуславливает наличие на поверхности пластины атомов обоих компонентов. Это требует разработки специального состава полировальной суспензии для обработки пластин InSb такой ориентации. Однако, с помощью составов из литературных данных не удастся обеспечить требуемое качество полированных пластин InSb по параметру шероховатости, отсутствия апельсиновой корки, царапин и проч. В связи с этим был разработан новый состав полировальной суспензии, который использовался нами для предварительного и для финишного полирования.

В качестве абразивных частиц нами выбран состав на основе диоксида кремния со средним размером частиц порядка 60 нм в виде золя (коммерческий состав марки Nalco 2360), представляющего собой коллоидный раствор диоксида

кремния, в который входит вода и дисперсная фаза, состоящая из наноразмерных частиц аморфного диоксида кремния [39]. Частицы диоксида кремния в воде покрыты сольватными оболочками из молекул растворителя с образованием на поверхности частиц метакремниевой кислоты (рисунок 48). В совокупности с нанометровым размером и сглаженной формой частиц это обеспечивает «мягкое» воздействие на InSb.



а — адсорбционный слой; б — диффузный слой противоионов; 1 — ядро; 2 — коллоидная частица; 3 — мицелла; (—) — потенциалопределяющие ионы; (+) — противоионы [122].

Рисунок 48 – Схема строения мицеллы кремниевой кислоты

Золь выполняет две ключевые функции:

- механически убирает окисленные формы элементов In и Sb с поверхности пластины в ходе полировки;
- сорбирует продукты реакций ХМП и выводит их из зоны реакции.

Для окисления элементов In и Sb в качестве окислителя подобрана смесь перекиси водорода и парамолибдата аммония. Парамолибдат аммония - соль аммония и парамолибденовой кислоты с общей формулой $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$, бесцветные (белые) кристаллы, растворимые в воде, образует кристаллогидраты). В результате взаимодействия перекиси водорода и парамолибдата аммония в составе полировальной смеси образуются надперекисные соединения, включая, например, надмолибденовую кислоту $\text{H}_2\text{Mo}_2\text{O}_5$ [123] и $(\text{NH}_4)_2\text{Mo}_2\text{O}_x$ (x изменяется от 5 до 8 в зависимости от температуры реакции и концентрации перекиси водорода) (формула 48) [124].



Надперекисные соединения обладают повышенным окислительно-восстановительным потенциалом и увеличивают скорости окисления индия и сурьмы на поверхности пластины. Это обеспечивает равномерное одновременное окисление всей поверхности пластины монокристаллического антимонида индия, так как позволяет избежать существенного отличия скоростей реакций окисления индия и сурьмы.

Для перевода окисленных форм элементов 3 и 5 групп в раствор экспериментально были подобраны органические комплексообразователи - молочная кислота и винная кислота. Дополнительно эти кислоты создают на поверхности пластины диффузионный слой, что способствует выравниванию скоростей травления индия и сурьмы. Данные кислоты являются многофункциональными лигандами и образуют разнообразные комплексные соединения, что является следствием многочисленных вариантов образования мостиковых и полимерных структур [126].

Состав комплексных соединений индия и сурьмы с молочной и винной кислотами, их растворимость в воде, также как и состав и растворимость окисленных форм индия и сурьмы зависит от pH полирующей суспензии. Экспериментально было определено оптимальное значение pH равное 2,8 для полирования пластин антимонида индия кристаллографической ориентации (100). Для поддержания этого значения постоянным в зоне реакции в состав суспензии вводилась сульфаминовая кислота (аминосульфоновая кислота, моноамид серной кислоты, амидосерная кислота) - кислота, формула которой $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$ (также $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) [126].

Таким образом, в работе был использован следующий состав полировальной суспензии: золь, содержащий частицы диоксида кремния, парамолибдат аммония и перекись водорода, молочная и винная кислоты, сульфаминовая кислота.

Объемное содержание диоксида кремния, с концентрацией диоксида

кремния 50 масс. % в исходном золе, а в суспензии предпочтительно составляет от 5 до 10 об. %. Объемное содержание молочной кислоты концентрацией 40 масс. % предпочтительно составляет от 2 до 4 об. %. Содержание раствора винной кислоты с концентрацией 3 масс. % в составе суспензии (предпочтительно) составляет от 10 до 20 об. %. Объемное содержание перекиси водорода концентрацией 36-40 масс. % предпочтительно составляет от 6 до 12 об. %. Объемное содержание раствора парамолибдата аммония концентрацией 2 масс. % предпочтительно составляет от 10 до 20 об. %. Содержание сульфаминовой кислоты концентрацией 2 масс. % предпочтительно составляет от 2 до 4 об. %. Все перечисленные компоненты перемешивают с деионизованной водой с сопротивлением не менее 18 МОм×см [126].

В таблице 18 приведены составы полировальных суспензий для ХМП пластин антимида индия, используемых в данной работе, а также значения шероховатости R_a , измеренные на атомно-силовом микроскопе.

Таблица 18 – Полировальные составы для ХМП InSb

Наименование вещества	Содержание, об.%				
	Пример 1, $R_a - 0.4$ нм	Пример 2, $R_a - 0.5$ нм	Пример 3, $R_a - 0.4$ нм	Пример 4, $R_a - 0.9$ нм	Пример 5, $R_a - 1.0$ нм
Винная кислота	13,5	20	10	21,4	8,8
Молочная кислота	2,7	4	2	4,7	1,8
Сульфаминовая кислота	2,7	4	2	4,7	1,8
Парамолибдат аммония	13,5	20	10	21,4	8,8
Перекись водорода	8	10	6	11,9	5,5
Золь, содержащий частицы SiO_2	5,4	10	5	11,9	5

На рисунке 49 показан результат измерения шероховатости R_a методом атомно-силовой микроскопии полированной пластины.

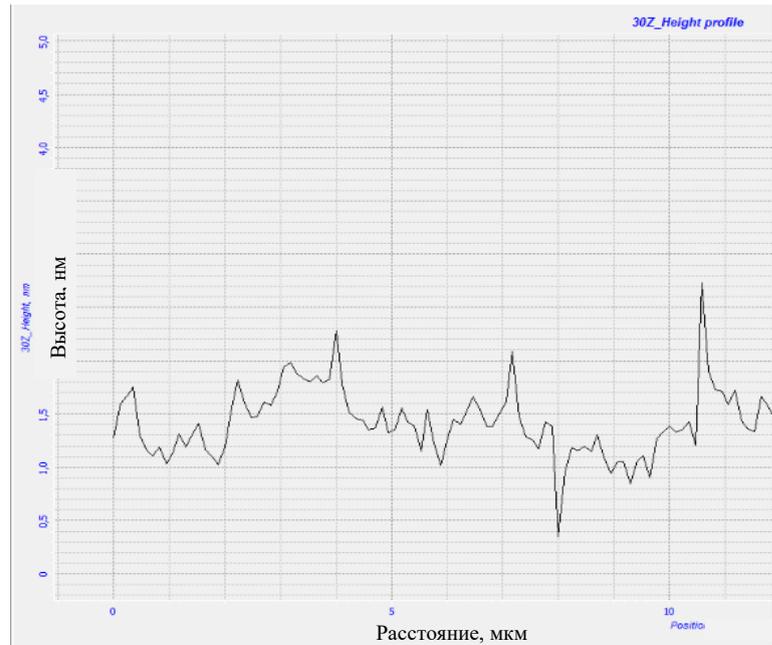


Рисунок 49 – Измерение шероховатости Ra полированной пластины

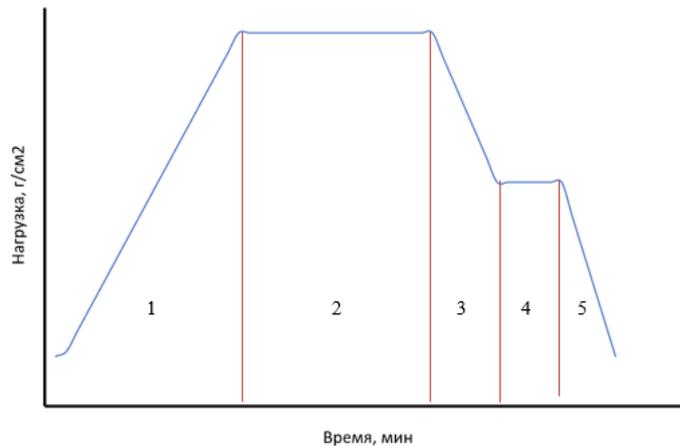
Разработанный состав обеспечивает увеличение скоростей реакций окисления индия и сурьмы и их выравнивание относительно друг друга на основных этапах.

- Подвода реагентов в зону реакции,
- Диффузии реагентов к поверхности через диффузионный слой, включающий поду и молочную кислоту,
- Химических актов окисления,
- Десорбции продуктов реакций из зоны реакции,
- Комплексообразование продуктов реакций.

Процесс полировки оканчивается постепенным разбавлением полировальной суспензии на полировальнике путем подачи на него деионизованной воды, при этом pH стремится к нейтральному значению ~ 7.

Указанный состав полировальной суспензии используется для предварительного и финишного полирования. При этом различается специфика взаимодействия полировальной суспензии и пластин InSb за счет условий режимов процессов обработки.

В общем виде процесс ХМП можно представить в соответствии с рисунком 50.



1 – увеличение нагрузки, 2 – политирование, 3 – снижение нагрузки, 4 – выскачивание пластины, 5 – завершение процесса обработки.

Рисунок 50 – Общая схема обеспечения механической нагрузки на пластины InSb (100) в процессе ХМП

Общеизвестно, что большую часть полупроводниковых материалов необходимо подвергнуть химико-динамическому травлению для снятия энергитически напряжённого нарушенного слоя величиной $5 \div 10$ мкм на поверхности шлифованной пластины и для обеспечения равномерности протекания химико-механического политирования по всей поверхности пластины.

Однако экспериментально установлено, что для шлифованных пластин антимида индия на операции политирования при нагрузке 120 г/см^2 скорость съема материала в первые 5 минут составляла $0,8 \text{ мкм/мин}$, затем – $0,95 \text{ мкм/мин}$. Так как скорость съема InSb при съеме поверхностных слоев ($5-10 \text{ мкм}$) технологически приемлема, то операция травления пластин между операциями шлифования и политирования является избыточной и может быть исключена из технологического процесса изготовления политированных пластин антимида индия.

3.2.6 Процессы очистки и отмывки политированных пластин

Для удаления остаточных загрязнений с поверхности политированных

пластин выполняются комплексные операции их очистки в объёмных растворах и последующей многоступенчатой финишной отмывки. Между этими операциями выполняется сплошной визуальный контроль качества полированной поверхности и выборочный контроль геометрических параметров пластин.

Сущность очистки состоит в удалении остаточных загрязнений, пыли, остатков полировальных волокон, физически сорбированных частиц абразива с полированной поверхности. Для этого опытным путем выбран состав органических растворителей. Очистку полированных пластин проводят в объёмных ваннах с изопропиловым спиртом, затем с толуолом и в конце - с азеотропной смесью толуола и изопропилового спирта. Изопропиловый спирт является простейшим вторичным одноатомным спиртом алифатического ряда, хорошо смешивается с водой. Он является полярным растворителем, также растворяет широкий спектр неполярных соединений. Толуол относится к аренам, характеризуется наличием кольца из атомов углерода, связанных друг с другом в шестиугольную структуру с чередующимися одинарными и двойными связями. В связи с неполярными свойствами плохо смешивается с водой. Толуол и изопропиловый спирт образуют азеотропную смесь состава 75 % молей изопропилового спирта и 25 % молей толуола.

Экспериментально был подобран режим очистки пластин в ваннах для групповой обработки: температура каждого растворителя – 80 °С, длительность процесса – 15 минут. Затем пластины трижды промывают в деионизованной воде. Эта операция проводится на многокамерной установке (Рисунок 51).

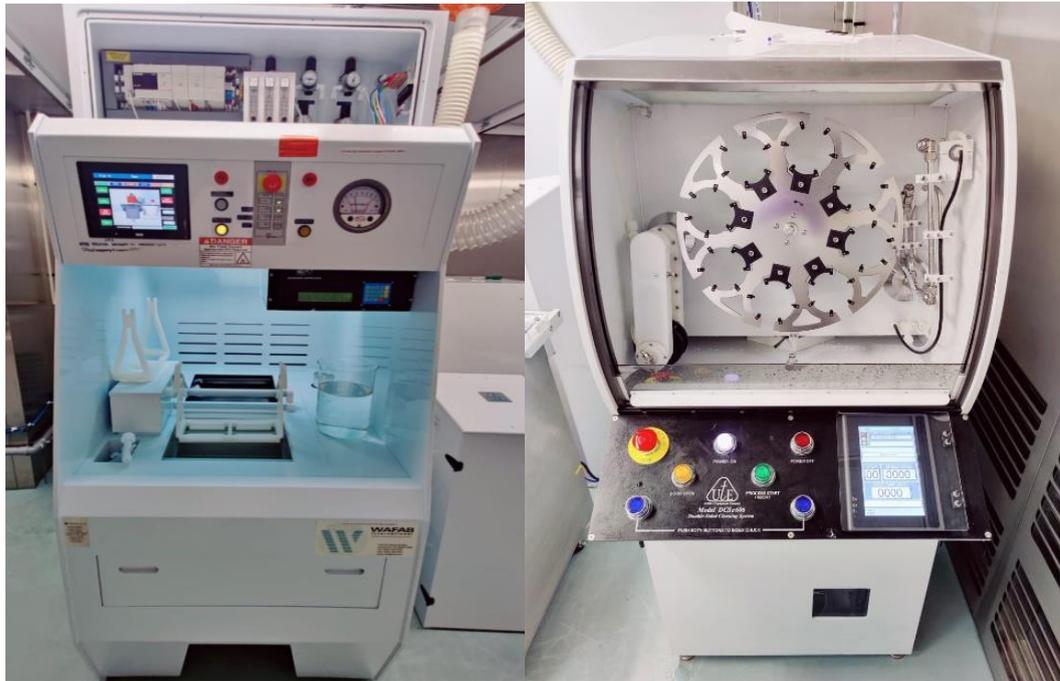


Рисунок 51 – Многокамерная установка очистки полированных пластин.

Подобранный режим позволяет удалить с поверхности остатки органических веществ и комплексных соединений после химико-механической обработки, а также смыть крупные частицы, такие как остатки полировальных волокон и пыль.

Очищенные и прошедшие контроль пластины подвергаются комплексной финишной отмывке. Процесс выполняется последовательно на установках Wafab Job15489-01 и Ultra t DCSe606 (рисунок 52) по заданным программам.

Среди известных способов отмывки воздействие ультразвука и мегазвука нашло широкое применение благодаря их высокой эффективности. Входящие в комплексную отмывку указанные операции позволяют удалять с поверхности пластин загрязняющие частицы размером с десятки микрон и до частиц уровня 0,18 мкм. Отсутствие (минимальное наличие) частиц такого размера являются критически важным для большинства отечественных производств полупроводниковых приборов.



(a)

(б)

(a) Wafab Job15489-01 и (б) Ultra t DCSe606

Рисунок 52 – Установки линии отмывки пластин

Кавитация при ультразвуковой обработке связана со схлопыванием пузырьков газа. Это происходит чаще всего около частиц, находящихся на поверхности пластины. Выделяющаяся при этом энергия способствует отрыву сорбированной частицы и её удалению с поверхности полированной пластины в объём раствора. Частота УЗ волны – 44 кГц. Предельно минимальный размер частиц, воспринимающих воздействие такой частоты – 0,3 мкм. Для удаления частиц меньшего размера в комплексе отмывки предусмотрены другие методы воздействия, включая мегазвуковую обработку.

Для увеличения эффективности ультразвукового удаления частиц на установке Wafab Job15489-01 в деионизованную воду добавляется специальный ПАВ, который помимо свойств удаления органических загрязнений, обладает способностью растворять оксидные соединения и таким образом способствует удалению с поверхности пластины химически сорбированных загрязнений.

Полная эффективность отмывки на данном оборудовании достигается включением следующих операций: отмывка струей высокого давления; щеточная отмывка; обработка поверхности в потоке CO_2 для снятия статического заряда.

Перечисленные операции выполняются на установке UltraT DCSe606. Пульсирующая струя деионизованной воды высокого давления механически удаляет частицы. Щеточная отмывка при помощи нейлоновых щеток проводится с добавлением химически активного ПАВ. В совокупности это приводит к химическому растворению оксидов и иных химически сорбированных загрязнений, остатки которых механически удаляются с поверхности пластины щетками. Снятие статического заряда способствует тому, что частицы пыли, которые всегда присутствуют в воздухе, не сорбируются на поверхность пластины.

После отмывки производится сушка пластин методом центрифугирования в токе азота на установке UltraT DCSe606.

Детальная программа работы (последовательность операций) на установках Wafab Job15489-01 и UltraT DCSe606 представлены в таблицах 19, 20.

Таблица 19 – Последовательность операций на установке Wafab Job15489-01

Шаги	Действие программы	Параметры
1	Наполнение емкости деионизованной водой (DI-H ₂ O, не менее 18 МОм·см)	Подогрев, температура 45°C
2	Обработка УЗ	Частота 44 кГц, длительность 90 с
3	Слив DI-H ₂ O	-
4	Наполнение танка DI-H ₂ O и ПАВ	Конц. ПАВ – 3 об.%
5	Обработка УЗ №1 в DI-H ₂ O и ПАВ	длительность 90 с
6	Слив и ополаскивание пластин с верхних форсунок	длительность 90 с
7	Быстрое наполнение емкости DI-H ₂ O и ПАВ	длительность 5 с, конц. ПАВ – 3 об.%
8	Обработка УЗ №2 в DI-H ₂ O и ПАВ	длительность 90 с
9	Слив и ополаскивание с верхних форсунок	длительность 90 с
10	Быстрое наполнение танка DI-H ₂ O	длительность 5 с
11	Обработка УЗ №2 в DI-H ₂ O	длительность 90 с
12	Слив и ополаскивание DI-H ₂ O	-
13	Выдержка над емкостью (стекание воды)	длительность 90 с
14	Окончание процесса	-

Таблица 20 – Последовательность операций на установке UltraT DCSe606.

Шаги	Действие программы	Параметры
1	Закрепление пластин на барабан вакуумным пинцетом	Касание пинцетом с нерабочей стороны
2	Опускание шторки. Старт	-
3	Отмывка струями №1	Прецессия, P - 20÷50 бар, температура 22°C
4	Обработка щетками под DI-H ₂ O	Длительность 180 с., температура 22°C
5	Обработка щетками под DI-H ₂ O и ПАВ	Длительность 180 с., температура 22°C
6	Обработка щетками под DI-H ₂ O	Длительность 180 с., температура 22°C
7	Отмывка струями №2	Прецессия, P - 20÷50 бар, температура 22°C
8	Мегазвуковая обработка рабочей стороны пластины	Длительность 120 с., температура 22°C
9	Ополаскивание в протоке DI-H ₂ O и CO ₂	Длительность 150 с., расход CO ₂ – 0,13 л/мин
10	Сушка центрифугированием	Длительность 120 с., температура 22°C

Исследование числа частиц после многоступенчатой очистки и отмывки свидетельствует, что разработанный опытным путем комплекс операций позволяет обеспечить уровень загрязнений частицами размером $\geq 0,18$ мкм менее 7 штук на см². На рисунке 53 представлена гистограмма для пластины диаметром 100 мм (площадь пластины 78,5 см²). Аналогичные результаты качества отмывки достигнуты для пластин диаметром 76,2 мм и 50,8 мм (площадь 45,6 см² и 20 см², соответственно).

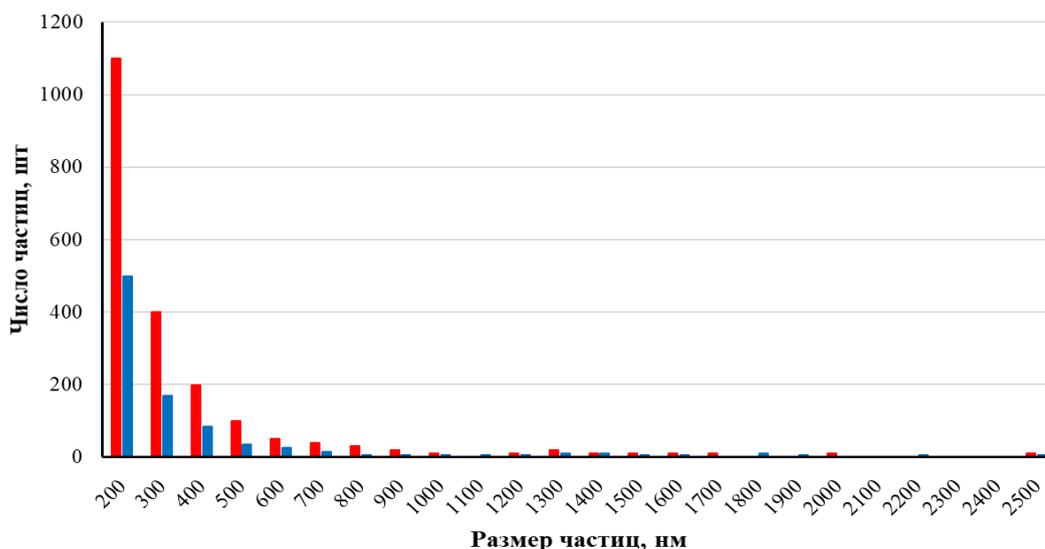


Рисунок 53 – Гистограмма распределения частиц по размерам (нм) до оптимизации (обозначено красным) и после оптимизации операции отмывки (обозначено синим)

Достигнутый уровень очистки и отмывки является достаточным для дальнейшей эпитаксии и изготовления полупроводниковых приборов [127].

Отмытые пластины помещаются в индивидуальную или групповую тары и запаиваются в двойную упаковку: первоначально вакуумируются в специальном пакете и затем герметично запаиваются во втором пакете с инертной средой.

Глава 4. Технологический маршрут выращивания монокристаллов и получения двусторонне полированных пластин антимида индия и его освоение в производстве

4.1 Технологический маршрут

Технологический маршрут изготовления полированных пластин антимида индия от выращивания кристалла до изготовления полированных пластин и их упаковки показан на рисунке 54.



Акти
Чтобы

Рисунок 54 – Разработанный технологический маршрут изготовления двусторонне полированных пластин InSb

Разработанный в рамках данной работы технологический маршрут позволяет проводить: во-первых, синтез InSb из исходных In и Sb; во-вторых, двухстороннюю обработку пластин, которая позволяет изготавливать более совершенные по геометрическим параметрам пластины по сравнению с односторонней обработкой; в третьих исключить очистку пластин от органических соединений после полировки, так как клеевые адгезионные составы не используются; в четвертых, экспериментально было установлено, что травление после шлифования не является обязательной операцией, в связи с этим данная технологическая операция исключена из технологического маршрута. Перечисленные особенности позволили усовершенствовать технологию изготовления полированных пластин.

4.2 Определение параметров технологических операций

Для каждой технологической операции были определены основные параметры процесса и подобраны оптимальные режимы работы.

1. Синтез поликристалла антимонида индия производится на установках типа Редмет-8, позволяющих выращивать кристаллы в вакууме.

В результате исследования режимов синтеза было установлено, что оптимальная скорость подъема затравки составляет от 10 до 25 мм/ч.

2. Выращивание монокристаллов диаметром 50,8 мм производится на установках типа Редмет-8, а монокристаллов диаметрами 76,2 мм и 100 мм производится на установке НИКА-3 (производство АО «ЭЗАН») в вакууме по режиму с оптимизированной скоростью подъема штока с затравкой от 10 до 25 мм/ч. Температура выращивания монокристаллов подбирается в каждом конкретном процессе, поскольку термопара устанавливается вблизи стенки нагревателя, а не помещена в расплав.

3. Исследование плотности дислокаций проводится с целью установления соответствия этого параметра требуемому значению методом подсчета ямок травления и усреднения значений по 9 полям зрения.

4. Отделение части монокристалла с требуемыми электрофизическими параметрами производится по результатам измерения типа проводимости, концентрации носителей заряда при температуре 77 К и подвижности электронов на контрольных шайбах (пластинах), вырезанных в верхней и нижней частях монокристалла.

5. Обработка боковой поверхности (калибровка) монокристалла производится на усовершенствованном круглошлифовальном станке М-400. Для обеспечения технологически приемлемой скорости обработки и сохранения структурного совершенства были определены режимы обработки.

Основные параметры процесса обработки:

- скорость вращения монокристалла от 200 до 250 об/мин;
- скорость вращения шлифовального диска от 3200 до 3500 об/мин;
- скорость перемещения стола от 20 до 25 см/мин.

6. Нанесение базового и маркировочного срезов производится на вертикально-фрезерном станке Х6323А1.

7. Резка монокристалла на пластины производится на установке Takatori «MWS-45SN». Режим резки включает следующие основные параметры процесса:

- скорость подачи стола, мм/ч – 8 – 12;
- скорость подачи проволоки, м/мин. – 16-24;
- среднее натяжение проволоки, Н – 19,8.

8. Отмывка пластин производится в деионизованной воде с применением ПАВ на линии УЗ-очистки МН-5MW18D, при этом экспериментально установлена необходимость поддержания температуры деионизованной воды $60 (\pm 5) ^\circ\text{C}$.

9. Резанные отмытые пластины подвергают промежуточному контролю на соответствие их параметров требованиям для передачи на последующий технологический передел – шлифование. Основные контролируемые параметры включают:

- ориентацию поверхности пластины (100);
- толщину, которая должна составлять $930 (\pm 25)$ мкм (для диаметра

50,8 мм); 1300 (± 25) мкм (для диаметров 76,2 мм и 100 мм).

- качество поверхности, которое подразумевает отсутствие сколов и трещин;

- основные микрогеометрические параметры (TTV, BOW, WARP).

Измерения производятся методами:

1) Контроль толщины осуществляется на каждой пластине для их последующей сортировки на партии для шлифования, допускается разброс по толщине в партии $\pm 2,5$ мкм. Измерения проводятся с помощью цифрового часового индикатора Mitutoyo Peak Hold ID-C.

2) Контроль качества поверхности пластин на отсутствие сколов и трещин проводят на микроскопе МБС-10 и визуально при люминесцентном освещении на расстоянии (45 ± 5) см от источника света (лампа ЛД-30). Пластины, имеющие сколы с размером более 0,8 мм и имеющие трещины бракуются.

4) Контроль ориентации поверхности пластин осуществляется на рентгеновской установке ДРОН-7. Значения отклонения ориентации поверхности от плоскости (100) не должны превышать $\pm 0,5^\circ$.

5) Контроль геометрических параметров (общего изменения толщины (TTV), прогиба (BOW), коробления (Warp)) осуществляется на каждой пятой пластине кристалла с помощью установки «Microprof 200».

10. Нанесение фаски производится на станках СОФ-80М для пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и СОФ-150М для пластин диаметрами 100 мм. Профиль фаски соответствуют профилю фасочного инструмента.

Основные параметры процесса:

число оборотов инструмента- от 3200 до 3500 об/мин;

число оборотов пластины - от 5 до 10 об/мин.

11. Двухстороннее шлифование свободным абразивом (притирка) производится на установке SPEEDFAM 10,5B-5L-V-4MH. Для каждого процесса шлифования количество пластин с разбросом толщины $\pm 2,5$ мкм с учетом диаметра пластин составляет от 9 до 40.

Основные параметры процесса: U ниж. ст., рад/мин – 20; U верх. ст., рад/мин – 6,7; U солн. шест., рад/мин – 9,2; U кольц. шест., рад/мин – 5,9; P на 1 см², кПа – 2,2.

12. Отмывка шлифованных пластин производится на УЗ-установке «Сапфир» деионизованной воде не менее 18 МОм·см с применением ПАВ, при этом экспериментально установлена необходимость поддержания температуры деионизованной воды 60 (± 5) °С.

13. Шлифованные отмытые пластины подвергают промежуточному контролю на соответствие их параметров требованиям для передачи на последующий технологический передел – полирование. Основные контролируемые параметры включают:

- толщину, которая должна составлять 650 (±25 мкм);
- основные микрогеометрические параметры, которые должны составлять:
TTV ≤ 4мкм, BOW ≤ 5 мкм, WARP ≤ 7мкм для диаметра 50,8 мм; TTV ≤ 4мкм, BOW ≤ 7 мкм, WARP ≤ 9 мкм для диаметра 76,2 мм; TTV ≤ 6 мкм, BOW ≤ 7 мкм, WARP ≤ 11 мкм для диаметра 100 мм;
- контроль качества поверхности на отсутствие сколов и трещин.

Методы контроля:

1) Контроль толщины осуществляется на каждой пластине для их последующей сортировки на партии для полирования, допускается разброс по толщине в партии ±2,5 мкм. Измерения проводятся с помощью цифрового часового индикатора Mitutoyo Peak Hold ID-C.

3) Контроль качества поверхности пластин на отсутствие сколов и трещин проводят на микроскопе МБС-10 визуально при люминесцентном освещении на расстоянии (45±5) см от источника света (лампа ЛД-30). Пластины, имеющие сколы с размером более 0,8 мм и имеющие трещины бракуются.

4) Контроль геометрических параметров (общего изменения толщины (TTV), прогиба (BOW), коробления (Warp)) осуществляется на каждой пятой пластине кристалла с помощью установки «Microprof 200».

14. Двухстороннее полирование производится в два этапа: предварительное и финишное полирование.

Предварительное полирование проводится на станке для двусторонней обработки SpeedFam на полировальном полотне Suba 600.

Нагрузка составляет 80-120 г/см², подача полировального состава 50-80 см³/мин.

Финишное полирование проводится на станке для двусторонней обработки Peter Wolters AC 530 P на полировальном полотне Politex Supreme.

Нагрузка составляет 80-120 г/см², подача полировального состава 60-100 см³/мин.

15 Очистка пластин производится последовательно в трех растворителях при температуре 80°C: изопропанол, толуол, азеотропной смеси изопропанола и толуола

16 Полированные очищенные пластины подвергаются контролю на соответствие их параметров требованиям для передачи на последующий технологический передел – отмывка. Основные контролируемые параметры включают:

- качество поверхности на отсутствие дефектов, таких как сколы, царапины, риски;
- микрогеометрические параметры: толщина, TTV, BOW, Warp в соответствии с таблицей 20;
- микрошероховатость поверхности Ra (требуемое значение ≤0,5 нм)

Производятся методами:

1) Контроль качества поверхности пластин на отсутствие дефектов проводят на микроскопе МБС-10 и визуально при люминесцентном освещении на расстоянии от 40 до 50 см от источника света (лампа ЛД-30).

2) Контроль геометрических параметров: толщины, общего изменения толщины пластины (TTV), прогиба (BOW), коробления (Warp)) осуществляется на каждой пятой пластине с помощью установки «Microprof 200».

Параметры пластин в зависимости от диаметра представлены в таблице 21.

Таблица 21 – Параметры пластин

Диаметр пластины, мм	Общее изменение толщины (TTV)	Прогиб (BOW)	Коробление (Warp)	Толщина, мкм
50,8	<5	<5	<8	525 (±25)
76,2	<6	<6	<9	800 (±25)
100	<7	<7	<11	1000 (±25)

15. Отмывка полированных пластин

Первый этап отмывки – отмывка в мегазвуковой ванне, производится на установке WAFAB Job-15489-01. Основные параметры процесса представлены в таблице 22.

Таблица 22 – Основные параметры отмывки на WAFAB Job-15489-01

№ п/п	Наименование операции	Продолжительность, с	Параметры процесса	Температура воды, °С
1	Отмывка в МЗ-ванне с ПАВ	1500	Конц. ПАВ – 5 %; Частота 220-1200 кГц	60±5

Второй этап отмывки - финишная многоступенчатая отмывка производится на установке двусторонней отмывки DCSe606. Основные параметры процесса в таблице 23.

Таблица 23 – Основные параметры отмывки на DCSe606

№ п/п	Наименование операции	Продолжительность, с	Параметры процесса	Температура воды, °С
1	Обработка струёй воды 18 МОм·см высокого давления переменного значения	100	8 - 10 бар v _{барабана} – 100 об/мин	22±2
2	Обработка щётками + ПАВ	100	концентрация ПАВ – 2 %; v _{барабана} – 100 об/мин	22±2
3	Обработка щётками + деионизованная вода	100	v _{барабана} – 100 об/мин	22±5
4	Обработка струёй воды 18 МОм·см высокого давления переменного значения	100	8 - 10 бар v _{барабана} – 100 об/мин	22±2
5	Обработка мегазвуком + вода	100	частота: 1 мГц v _{барабана} – 100 об/мин	22±2
6	Обработка струёй воды с СО ₂	100	Давление СО ₂ 2 бара v _{барабана} – 100 об/мин	22 ± 2
7	Сушка пластин центрифугированием	370	v _{барабана} – 1500 об/мин	0

16. Контроль пластин на число частиц производится для каждой пятой пластины после отмывки на установке «Рефлекс-532».

17. Упаковка и герметизация готовой продукции производится на вакуумной упаковочной машине АVM-409 с подачей инертного газа (азота) в антистатические пакеты.

4.3 Практические результаты реализации разработанного технологического маршрута

Разработанный технологический маршрут позволил изготовить полированные пластины антимонида индия (100) диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм (рисунок 55). В таблице 24 приведены основные параметры пластин, изготовленных по разработанному технологическому маршруту на основе полученных в данной диссертационной работе экспериментальных результатов.

Таблица 24 – Параметры пластин антимонида индия, изготовленных по разработанному в диссертации технологическому маршруту

№ п/п	Наименование параметра или качественного признака, единица измерения	Значение параметра (качественный признак)		
		50,8	76,2	100,0
1	Диаметр номинальный, мм	50,8	76,2	100,0
2	Отклонение диаметра от номинального значения, мм	±0,5	±0,5	±0,5
3	Толщина пластины, мкм	525	800	1000
4	Отклонение толщины пластин в партии от номинального значения, мкм	±25	±25	±25
5	Изменение толщины пластины (разнотолщинность – TTV), мкм	<5,0	<6,0	<7,0
6	Прогиб пластины (BOW), мкм	<5,0	<6,0	<7,0
7	Коробление пластины (Warp), мкм	<8,0	<9,0	<11,0
8	Длина базового среза, мм	16±2	22±2	32±2
9	Длина маркировочного среза, мм	8±2	11±2	18±2
10	Угол отклонения поверхности пластины от плоскости (100), град.	±0,5	±0,5	±0,5
11	Угол отклонения от заданной ориентации срезов, град.: - базового $[0\bar{1}\bar{1}]$ - маркировочного $[0\bar{1}1]$	±1 ±2	±1 ±2	±1 ±2
12	Шероховатость полированной поверхности рабочей стороны пластины R_a , нм	≤0,5	≤0,5	≤0,5
13	Качество рабочей поверхности пластины	Загрязнения, царапины, риски, трещины, сквозные		

№ п/п	Наименование параметра или качественного признака, единица измерения	Значение параметра (качественный признак)		
		сколы не допускаются		
14	Тип проводимости и концентрация носителей заряда пластин из слитков при температуре 77К, см ⁻³ : - слаболегированного - сильнолегированного Подвижность основных носителей заряда, см ² /В×с: - слаболегированного - сильнолегированного	n-тип, $7,2 \times 10^{14} \div 1,5 \times 10^{15}$ n-тип, $3,0 \times 10^{17} \div 1,0 \times 10^{18}$ $\geq 2,0 \times 10^5$ $\geq 4,0 \times 10^4$		
15	Плотность дислокаций, см ⁻²	≤100	≤100	≤150

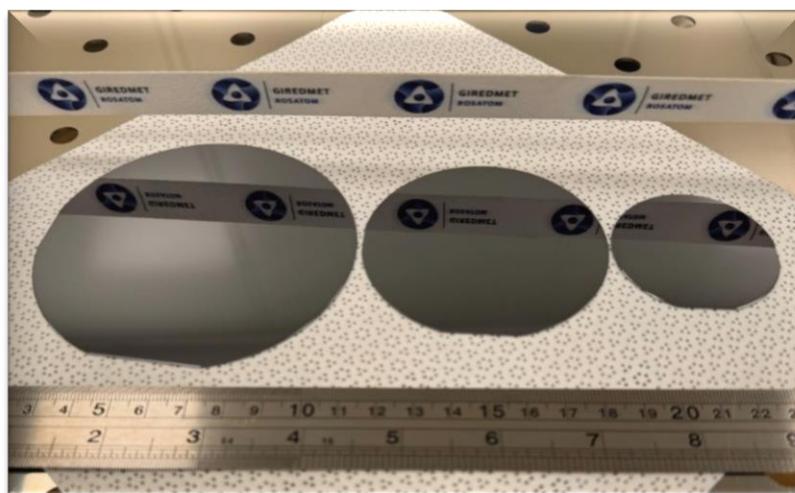


Рисунок 55 – Полированные пластины антимонида индия, изготовленные в рамках данной работы

Результаты исследований, полученные в данной диссертации, были использованы для разработки комплексной опытно-промышленной технологии от выращивания монокристаллов InSb до изготовления полированных пластин на диаметрах 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм на их основе в рамках выполнения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ (НИОКР) за счет привлеченной государственной субсидии Минпромторга (шифр «ЭГЕОН»).

Были разработаны следующие документы:

– комплект конструкторской документации КД ИТО.005-01.00.010 СП с литерой «О₁», включая:

	АО «Гиредмет»			WaferTech			Galaxy Compound Semiconductors		
BOW, мкм	<5	<6	<7	<5	<5	<5	<5	<5	<5
WARP, мкм	<8	<9	<11	<8	<8	<10	<8	<8	<10
Ra, нм	<0,5			<0,5			<0,5		
Тип обработки	Двусторонне полированные								
Упаковка	Индивидуальная упаковка в инертной атмосфере								

Сравнение характеристик полированных пластин InSb, полученных в рамках данной работы, с мировыми аналогами свидетельствует, что разработанная оригинальная комплексная технология позволяет получать полированные пластины, не уступающие иностранным аналогам.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1) Проведен анализ современного состояния технологий выращивания монокристаллов антимонида индия различных диаметров (50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм), и изготовления полированных пластин на их основе, который показал отсутствие в России единой комплексной технологии от выращивания монокристаллов до получения полированных пластин, и необходимость ее создания.

2) Разработано техническое задание на изготовление установки с увеличенным объемом ростовой камеры (300 литров) для выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм и массой до 12 килограмм с автоматическим поддержанием диаметра и компьютерным управлением.

3) Анализ результатов математического моделирования позволил разработать и изготовить графитовый тепловой узел для установки увеличенной загрузки. Данный тепловой узел создает донно-боковой нагрев и осевой температурный градиент на фронте кристаллизации (от 25 до 35 град/см), обеспечивающий устойчивый рост крупногабаритных монокристаллов в кристаллографическом направлении [100].

4) Экспериментально определен режим посткристаллизационной термообработки выращенных монокристаллов диаметром 100 мм, который предусматривает увеличение общего времени отжига до 5 часов за счет более длительных выдержек при температурах от 450 до 350 °С для снятия термоупругих напряжений и проводится непосредственно в установке выращивания.

5) Впервые в России разработана технология выращивания монокристаллов антимонида индия с кристаллографической ориентацией [100] диаметром 100 мм. Установлено, что плотность дислокаций в монокристаллах составляет менее 100 см^{-2} что не превышает значений, достигнутых в кристаллах диаметром 50,8 мм. Концентрация носителей заряда в монокристаллах находится в интервале от $2 \cdot 10^{14}$ до $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$ (77 К), а подвижность носителей заряда от $5 \cdot 10^5$ до $3 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$, что соответствует параметрам стандартного нелегированного материала согласно мировым стандартам.

6) Экспериментально определены режимы и особенности обработки на каждой технологической операции изготовления полированных пластин антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм. Установлено, что операция травления пластин антимонида индия после операции шлифования перед полированием не является обязательной, так как скорость полирования травленных и шлифованных пластин близка. Определено, что при нагрузке 120 г/см^2 скорость съема материала на шлифованных пластинах в первые 5 минут составляла 0,8 мкм/мин, во вторые пять минут – 1,2 мкм/мин, затем – 0,95 мкм/мин. Это позволяет исключить операцию травления из технологического маршрута без потери кинетики последующего процесса полирования.

7) Разработан и запатентован состав многокомпонентной полировальной суспензии для антимонида индия кристаллографической ориентации (100), позволяющий получить микрошероховатость поверхности на уровне 0,5 нм. Он включает золь на основе диоксида кремния, перекись водорода и парамолибдат аммония, винную, молочную и сульфаминовую кислоты. Данный состав обеспечивает выравнивание скоростей окисления индия и сурьмы относительно друг друга за счет образования в составе полировальной суспензии надперекисных соединений, а также позволяет получать легкорастворимые комплексные соединения.

8) Впервые в России разработана оригинальная комплексная опытно-промышленная технология производства полированных пластин антимонида индия с кристаллографической ориентацией (100) диаметром до 100 мм, по которой изготовлены пластины со следующими основными геометрическими параметрами: TTV менее 5 мкм, BOW менее 5 мкм, Warp менее 8 мкм и микрошероховатостью Ra менее 0,5 нм (АСМ). Данные параметры удовлетворяют требованиям процесса роста эпитаксиальных структур.

9) Разработана технологическая документация с литерой «О₁» на комплексную технологию от выращивания монокристаллов до получения товарных полированных пластин антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1 Нашельский А.Я., Производство полупроводниковых материалов: Учебное пособие для подготовки рабочих. – М.: Металлургия, 1989. – 272 с.
- 2 Наумов А. В., Старцев В. В. Получение методами кристаллизации из расплава некоторых объемных кристаллов фотоники в России // Фотоника. Т. 16, №4. 2022. С. 1-16.
- 3 Патент РФ № 2534103С1. Устройство для выращивания монокристаллов из расплава методом Чохральского: № 2013129472/05 : заявл. 28. 06.2013 : опубл. 27.11.2014 / О. М. Алимов, К. Е. Аношин, В. С. Ежлов ; заявитель Открытое акционерное общество "Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности "Гиредмет".
- 4 Патент РФ № 534106С1. Способ получения крупногабаритных монокристаллов антимонида индия: № 2012102705/05: заявл. 27.01.2012 : опубл. 20.05.2013 / В. С. Ежлов, А. Г. Мильвидская, Е. В. Молодцова, Г. П. Колчина, М. В. Меженный, В. Я. Резник; заявитель Открытое акционерное общество "Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности "Гиредмет".
- 5 Udayashankar N. K., Bhat H. L. Growth and characterization of indium antimonide and gallium antimonide crystals // Bull. Mater. Sci. 2001. Vol. 24, № 5. P. 445-453.
- 6 Mohammadkhani M., Fariborz J., Mohades Kassai A. Growth and Characterization of p-type InSb on n-type (111) and (110) InSb Substrates using Molecular Beam Epitaxy // Journal of Applied Sciences. 2010. Vol. 10, № 14. P. 1489-1491.
- 7 Zhaochao. Study of Growth of 100 mm Diameter Low Dislocation Density InSb Single Crystal // Infrared. 2018. Vol. 39, № 3. P. 9-12.
- 8 Vangala S. R., Qian X., Grzesik M., Santeufemio C., Goodhue W. D., Allen L. P., Dallas G., Dauplaise H., Vaccaro K., Wang S. Q., Bliss D. Molecular beam epitaxy and morphological studies of homoepitaxial layers on chemical mechanical polished InSb (100) substrates // Journal of Vacuum Science & Technology. 2006. Vol. B24. P. 1634-1638.

- 9 McDonough M., Zhang Y., Alem N., Law S. Growth of InBi on InSb (100) via molecular beam epitaxy // *Journal of Vacuum Science & Technology*. 2025. Vol. A43.19 p.
- 10 Кожитов Л. В. Технологическое вакуумное оборудование / Л. В. Кожитов, Н. А. Чиченев, С. Г. Емельянов. – 4-е изд. – Курск : Юго-Зап. Гос. Ун-т, 2014. – 552 с.
- 11 Galaxy Compound Semiconductors, Inc. : [Электронный ресурс]. Spokane, WA : Galaxy Compound Semiconductors, 2006. URL: <http://www.galaxywafer.com/> (дата обращения: 28.03.2023).
- 12 MTI Corporation : [Электронный ресурс]. Richmond, CA : MTI Corporation, 2002. URL: <http://www.mtixtl.com/> (дата обращения: 28.03.2023).
- 13 Wafer Technology Ltd : [Электронный ресурс]. Trail : Wafer Technology Ltd, 2011. URL: <http://www.wafertech.co.uk> (дата обращения: 28.03.2023).
- 14 Xiamen Powerway Advanced Material Co., Ltd. InSb wafer [Электронный ресурс]. URL: <https://www.powerwaywafer.com/compound-semiconductor/insb-wafer.html> (дата обращения: 28.03.2023).
- 15 Козлов Р. Ю., Молодцова Е. В., Кормилицина С. С., Зареченская А. А., Завражин Д. А. Современное состояние и перспектива развития низкотемпературных полупроводниковых соединений группы АПБВ // Юбилейный сборник АО «Гиредмет» 1931-2021. 2021. С. 104-114.
- 16 Parker S. G. Indium Antimonide of High Perfection / S. G. Parker, O. W. Wilson, V. H. Barbee // *J. Electrochem. Soc.* 1965. Vol. 112. P. 80-84.
- 17 Хилсум К. Полупроводники типа АПБВ / К. Хилсум, А. Роуз-Инс; перевод с английского М. М. Горшковой и А. Э. Наджипой; под ред. Н. П. Сажина. Москва : Издательство иностранной литературы, 1963. 329 с.
- 18 Улькаров В. А. Физико-технологические методы подготовки поверхности монокристаллического антимонида индия для молекулярно-лучевых процессов синтеза фоточувствительных слоев : диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / В. А. Улькаров. Москва : МФТИ, 2024. 159 с.

19 Маянов Е. П. Метод Чохральского: история и развитие / Е. П. Маянов // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники, 2016. Т. 19, № 1. С. 59-70.

20 Матросов В. Н. Технология получения кристаллов инконгруэнтно плавящихся соединений методом Чохральского / В. Н. Матросов // Перспективные материалы и технологии : материалы международного симпозиума. Витебск, 2017. Ч. 1. С. 103-105.

21 Чжо Наинг Сов. Использование информационных технологий для моделирования процесса выращивания кристаллов методом Чохральского / Чжо Наинг Сов // Инновационные, информационные и коммуникационные технологии, 2017. № 1. С. 81-84.

22 Asadi Noghabi, O. R. Sensitivity analyses of furnace material properties in the czochralski crystal growth method / O. R. Asadi Noghabi, M. M'hamdi, M. Jomâa // Measurement science and technology, 2013, V 24, № 1, P. 136-145.

23 Kozlov R. Yu., Kormilitsina S. S., Molodtsova E. V., Zhuravlev E. O. Growth of 100 mm indium antimonide single crystals by modified Czochralski technique // Modern electronic materials. 2021. Vol. 7, № 2. P. 73-78.

24 Бублик В. Т., Абаева Т. В., Морозов А. Н. [и др.] Природа собственных точечных дефектов в монокристаллах InSb // Известия Академии наук СССР. Неорганические материалы. 1987. Вып. 8. С. 195.

25 Hurle D. T. J. A thermodynamic analysis of native point defect and dopant solubilities in zinc-blende III-V semiconductors / D. T. J. Hurle // Journal of Applied Physics. 2010. Vol. 107, № 12. P. 12301.

26 Горин С. Н. Травление полупроводников / С. Н. Горин; перевод с английского, под редакцией С. Н. Горина. Москва : Издательство «Мир», 1965. 382 с.

27 Комаровский Н. Ю., Пархоменко Ю. Н., Молодцова Е. В., Журавлёв Е. О., Чупраков В. А., Козлов Р. Ю., Князев С. Н., Белов А. Г. Физические и технологические причины возникновения канальной неоднородности в монокристаллах InSb, сильнолегированные Te // Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2024. Т. 27, № 1. С. 85-95.

28 Сангвал К. Травление кристаллов: Теория, эксперимент, применение. / К. Сангвал; перевод с английского, под редакцией А. В. Быстрицкого. Москва: Издательство «Мир», 1990. 492 с.

29 Комаровский Н. Ю., Журавлев Е. О., Молодцова Е. В., Кудря А. В., Козлов Р. Ю., Белов А. Г., Кормилицина С. С. Определение критерия морфологической классификации ямок травления, образующихся в монокристаллах InSb, выращенных методом Чохральского в кристаллографическом направлении [111] и легированных теллуром // Заводская Лаборатория. Диагностика материалов. 2024. Т. 90, № 7. С. 32-39.

30 Болтарь К. О., Лопухин А. А., Власов П. В., Яковлева Н. Мезаструктуры и фотоприемные устройства на основе эпитаксиальных слоев InSb // Успехи прикладной физики. 2021. Т. 9, № 6. С. 513-522.

31 Простомолотов А. И. Механика процессов получения кристаллических материалов / Простомолотов А. И., Везуб Н. А. Москва : Изд. Дом НИТУ «МИСиС», 2023. 568 с.

32 Mullin J. V. Innovation in crystal growth: A personal perspective / J. V. Mullin // Journal of Crystal Growth. 2008. Vol. 310. P.1315-1323.

33 Комаровский Н. Ю., Молодцова Е. В., Белов А. Г., Гришечкин М. Б., Козлов Р. Ю., Кормилицина С. С., Журавлев Е. О., Нестюркин М. С. Особенности роста и структуры монокристаллов антимонида индия, полученных методом Чохральского в различных кристаллографических направлениях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2023. Т.89, №8. С. 38-46.

34 Gray N. W. Interface and facet control during Czochralski growth of (111) InSb crystals for cost reduction and yield improvement of IR focal plane array substrates / N. W. Gray, V. Perez-Rubio, J.G. Bolke [et al.] // Proceedings of SPIE Optical Engineering + Applications. 2014. Vol. 9220. P. 1-12.

35 Komarovskiy N. Yu., Zhuravlev E. O., Molodtsova E. V., Kudrya A. V., Kozlov R. Yu., Belov A. G., Kormilitsina S. S. Determination of the criterion for morphological classification of etching pits formed in InSb single crystals grown by the Czochralski

method in the [111] crystallographic direction and doped with tellurium // *Inorganic materials: Applied Research*. 2024. T. 15, № 6. P. 1689-1695.

36 Furlong M.J., Martinez R., Amirhaghi S., Small D., Smith B., Mowbray A. Scaling up Antimonide Wafer Production: Innovation and challenges for epitaxy ready GaSb and InSb substrates // *Proceedings of SPIE Optical Engineering + Applications*. 2011. Vol. 8012.

37 Martinez R., Amirhaghi S., Smith B., Mowbray A. Towards the production of very low defect GaSb and InSb substrates: Bulk crystal growth, defect analysis and scaling challenges // *Proceedings of SPIE Optical Engineering + Applications*. 2013. Vol. 8631.

38 Furlong M. J. Growth and characterization of 6" InSb substrates for use in large-area infrared-imaging applications // *Proceedings of SPIE Defense + Security*. 2014. Vol. 9070.

39 Абрамова Е. Н., Козлов Р. Ю., Сыров Ю. В., Хохлов А. И., Пархоменко Ю. Н. Современные научные и практические решения в технологии изготовления подложек полупроводниковых соединений АЗВ5. Обзор. // *Конденсированные среды и межфазные границы*. 2024. Т.26, №1. С. 3-24.

40 Сборник стандартов SEMI, Раздел «Материалы».

41 Глубокий В. И. Технологическое оборудование / В. И. Глубокий, А. И. Белицкая, А. И. Бачанцев. Минск: БИГУ, 2003. 68 с.

42 Оборудование машиностроительных производств / А. О. Харченко, С. М. Братан, Е. А. Владецкая [и др.]. Севастополь: СевГУ, 2023. 28 с.

43 Проектирование операций обработки на шлифовальных станках / Махаринский Е. И., Олышанский В. И., Махаринский Ю. Е. [и др.]. Витебск: УО «ВГТУ», 2007. 51 с.

44 Приварников О. А. Условия оптимальности при калибровке слитков полупроводниковых материалов / О. А. Приварников // *Цветные металлы*, 1997. № 5. С. 57-63.

45 Патент РФ 2682564 МПК H01L21/66. Способ калибровки слитка полупроводникового материала: № 2018112911: заявл. 09.04.2018 : опубл. 19.03.2019

/ Ю. Н. Жуков, И. Н. Тихонов, Э. Э. Агаева ; заявитель Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина" (УрФУ).

46 Запорожский В. П. Обработка полупроводниковых материалов / В. П. Запорожский, Б. А. Лапшинов. Москва: Высшая школа, 1988. С. 36.

47 Некравцев Е. Н. Конструкция и управление технологическим оборудованием / Е. Н. Некравцев, А. П. Будник, А. М. Чашников. Воронеж: ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет», 2013. Ч. 3. С. 133.

48 Ткаченко А. Н. «Оборудование машиностроительного производства. изучение конструкции, принципа работы, настройки и наладки плоскошлифовального станка модели 3E711BФ1 с цикловой системой программного управления»: методические указания / А. Н. Ткаченко. Орел: ОГУ имени И. С. Тургенева, 2019. 28 с.

49 Ерошин С. С. Исследование технологических факторов алмазной резки слитков полупроводниковых материалов на пластины: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / С. С. Ерошин. Москва, 1975.

50 Ерошин С. С. Методологические основы процесса алмазной резки слитков полупроводниковых монокристаллов: диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук / С. С. Ерошин. Москва, 1991.

51 Веселовский С. И. Разрезка материалов / С. И. Веселовский. Москва : Машиностроение, 1973. 360 с.

52 Исследование методов резки слитков на пластины / под ред. В. И. Голикова // Сборник рефератов НИР и ОКР. Москва : МИЭТ, 1974. Серия № 12, выпуск № 3.

53 Патратьев А. Г. Исследование процесса разрезания слитков германия и кремния алмазными дисками с внутренней режущей кромкой в полупроводниковом производстве: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / А. Г. Патратьев. Москва : МИЭТ, 1967.

54 Шепетов И. П. Ультразвуковая установка для резки керамических материалов / И. П. Шепетов. Москва : ГОСИНТИ, 1967. № 57.

55 Сверидов А. П. Ультразвуковая обработка радиотехнических деталей / А. П. Сверидов, В. А. Волосатов. Ленинград : Энергия, 1969.

56 Марков А. И. Ультразвуковое резание труднообрабатываемых материалов / А. И. Марков. Москва : Машиностроение, 1968.

57 Патратьев А. Г. Исследование процесса разрезания слитков германия и кремния алмазными дисками с внутренней режущей кромкой в полупроводниковом производстве: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / А. Г. Патратьев. Москва : МИЭТ, 1967.

58 Иномата К. Методы резания полупроводниковых материалов / К. Иномата, М. Кавада // Дэнки сиксисё ихо. 1965. Т. 29, № 45.

59 Кравченко В. Л. Электроискровое разрезание полупроводниковых материалов / В. Л. Кравченко, В. В. Кириллов // Электронная обработка материалов. 1966. № 5.

60 Фатеев Н. К. Электроискровое разрезание полупроводниковых материалов / Н. К. Фатеев. Москва : ГОСИНТИ, 1966. № 35-64-776/3. 5 с.

61 Коптев Ю. Материалы Первого совещания по получению полупроводниковых монокристаллов способом Степанова и перспективам их применения в приборостроении / Ю. Коптев, Ю. Чернов, А. Степанов. Ленинград, 1967.

62 Чанго Г. Г. Ленточный анодно-механический станок для резки металлов / Г. Г. Чанго. Москва : НТО МАШПРОМ, 1966. 8 с.

63 Голдобин А. Н. Электролитический способ резки полупроводниковых материалов / А. Н. Голдобин, Ю. И. Коптев. Москва : ГОСИНТИ, 1963. № 19-63-138/2.

64 Patent US2967381A. Means for cutting : US726961A : appl. 07.04.1958 : publ. 10.01.1961 / Brown G. G. ; assignee Bendix Corp.

65 Patent US3241265A. Bombardment cutter : US291133A : appl. 27.06.1963 : publ. 22.03.1966 / Wing Henry ; assignee International Business Machines Corp.

66 Плоское напряжённое состояние неравномерно натянутых кольцевых кругов для разрезания монокристаллов / С. С. Ерошин, Р. А. Аветисов, А. И. Хохлов [и др.] // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83, № 2. С. 56-60.

67 MWS-45SN [Веб-ресурс] / Takatori Corporation. Режим доступа: https://takatori-g.co.jp/english/products/products_mws/detail/mws-45sn.html.

68 Подгорный Д. А., Нестюркин М. С., Комаровский Н. Ю. Влияние технологических параметров при многопроволочной резке слитков GaAs на поверхностные характеристики пластин // Известия вузов. Материалы электронной техники. 2023. Т. 22, № 2. С. 101-109.

69 Цветков Ю. Б. Процессы и оборудования микротехнологии. Модуль 1 и 2 / Ю. Б. Цветков. Москва : МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2017.

70 Патент РФ № 2238837С1. Станок для обработки пластин по контуру : № 2003117789/02А : заявл. 18.06.2003 : опубл. 27.10.2004 / Н. А. Арндаренко, А. А. Арндаренко ; заявитель Н. А. Арндаренко, А. А. Арндаренко.

71 Мальвинова О. В. Разработка технологии пластин полупроводниковых соединений АІІВV современной точности обработки : диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / О. В. Мальвинова. Москва, 2004. 161 с.

72 Buijs M. Journal of Materials Science / M. Buijs, K. Korpel-van Houten. 1993. Vol. 2, № 15. P. 3015-3020.

73 Lambropoulos J. C. Loose abrasive lapping hardness of optical glasses and its interpretation / J. C. Lambropoulos, S. Xu, T. Fang // Applied optics, 1997. Vol. 36. P. 1501-1516.

74 Kormilitsina S. S., Molodtsova E. V., Knyzev S. N., Kozlov R. YU., Zavrazhin D. A., Zharikova E. V., Syrov YU. V. Effect of mechanical treatment type on the strength of undoped single crystal indium antimonide wafers // Modern electronic materials, 2020. Vol. 6, №4. P. 147-153.

75 Proceedings of the 8th Scientific and Business Conference / A. A. Britvin, M. Yu. Litvinov, S. P. Yakovlev. Rožnov pod Radhoštěm, 2002. P. 160-169.

76 Proceedings of the 8th Scientific and Business Conference / M. Yu. Litvinov, A. S. Makarov, V. F. Pavlov. Rožnov pod Radhoštěm, 2002. P. 155-159.

77 Маслов Е. Н. Теория шлифования материалов / Е. Н. Маслов. Москва : Машиностроение, 1974.

78 Яковлев С. П. Обоснование и разработка прецизионного способа двухстороннего шлифования свободным абразивом пластин кремния большого диаметра : диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук / С. П. Яковлев. Москва, 2001. 169 с.

79 Loose abrasive processes / I. D. Marinescu, W. B. Rowe, B. Dimitrov [et al.] / Tribology of Abrasive Machining Processes. Oxford : William Andrew Publishing, 2013. P. 399-421.

80 Patent JP2585963B2. Polishing liquid for compound semiconductor and method for polishing compound semiconductor using the same : JP5341276A : appl. 10.12.1993 : publ. 26.02.1997 / Y. Morisawa, N. Takayama ; assignee NIPPON EKUSHIIDO KK.

81 Zhao D. Chemical mechanical polishing: theory and experiment / D. Zhao, X. Lu // Friction. 2013. Vol. 1, № 4. P. 306-326.

82 Brightup S. J. Chemical-mechanical polishing for III-V wafer bonding applications: Polishing, Roughness, And An Abrasive-Free Polishing Model / S. J. Brightup, M. S. Goorsky // ECS Transactions. 2010. Vol. 33, № 4. P. 383-389.

83 Kiseleva L. V., Lopukhin A. A., Mezin Yu. S., Savostin A. V., Vlasov P. V., Vyatkina O. S. Influence of conditions of the InSb monocrystals chemical processing on a surface composition and structure // Applied physics. 2015. № 5. P. 84-89.

84 Linehan D. M. Chemical Mechanical Polishing of InSb / D. M. Linehan // Master's thesis in nanoscience. Lund University, 2021. 39 p.

85 Bhonsle R. K. Inspection, Characterization and Classification of Defects for Improved CMP of III-V Materials / R. K. Bhonsle, L. Teugels, S. A. U. Ibrahim [et al.] // ECS Journal of Solid State Science and Technology. 2015. Vol. 4, № 11. P. 5073-5077.

86 Qin K. A chemical mechanical polishing model incorporating both the chemical and mechanical effects / K. Qin, B. Moudgil, C. W. Park // Thin Solid Films. 2004. Vol. 446, № 2. P. 277-286.

87 Lee H. Semi-empirical material removal rate distribution model for SiO₂ chemical mechanical polishing (CMP) processes / H. Lee, H. Jeong, D. Dornfeld // Precision Engineering. 2013. Vol. 37. P. 483-490.

88 Pourbaix M. Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions / M. Pourbaix. 2nd ed. USA : National Association of Corrosion Engineers, 1974. 645 p.

89 Ong P. CMP processing of high mobility channel materials: alternatives to Si / P. Ong, L. Teugels // Advances in Chemical Mechanical Planarization (CMP). 2nd ed. UK : Woodhead Publishing, Elsevier, 2022. P. 125-142.

90 Трофимов А. А., Козлов Р. Ю., Кривобок В. С., Лопатин В. В., Улькаров В. А., Молодцова Е. В., Павлов П. В., Павлова О. С., Косякова А. М., Комаровский Н. Ю., Нестюркин М. С., Клековкин А. В., Минаев И. И., Ерошенков В. В., Атрашков А. С., Ковин Я. А. Обработка подложек InSb с достижением морфологии поверхности, пригодной для молекулярно-лучевой эпитаксии // Прикладная физика. 2024. № 5. С. 46-56.

91 Шангереева Б. А., Муртазалиев А. И., Шангереев Ю. П. Способ очистки поверхности кремниевых пластин для изготовления мощных транзисторов // Международный научный журнал «Инновационная наука». 2015. № 11. С. 133-136.

92 Химическая обработка. Технология изготовления п/п приборов [Электронный ресурс] // БГУ, ФПМИ. Режим доступа: <https://mmf.bsu.by/wp-content/uploads/2016/11/lec-5-.pdf>.

93 Власов А. О., Акулинин С. А. Мегазвуковая очистка пластин в производстве микроэлектроники // Твердотельная электроника, микроэлектроника и наноэлектроника: Межвузовский сборник научных трудов под ред. Рембеза С.И. Воронеж: Изд-во ВГТУ, 2019. Вып. 18. 213 с.

94 Установка отмывки и сушки пластин методом Марангони MRD [Электронный ресурс] // V3-ASM. Режим доступа: <https://www.v3-asm.com/mrd>.

95 Lvova T.V., Dunaevskii M.S., Lebedev M.V., Shakhmin A.L., Sedova I.V., Ivanov S.V. Chemical passivation of InSb (100) substrates in aqueous sodium sulfide solutions // Semiconductors. 2013. Vol. 47, № 5. P. 721-727.

96 Papis-Polakowska E. Surface Treatments of GaSb and Related Materials for the Processing of Mid-Infrared Semiconductor Devices // *Electron Technology – Internet Journal*. 2006. Vol. 37/38, № 4. P. 1-34.

97 Zhang X., Meng Q., Zhang L., Lv Y. Modeling and deformation analyzing of InSb focal plane arrays detector under thermal shock // *Infrared Physics & Technology*. 2014. Vol. 63. P. 28-34.

98 Пономарев В. Б. Оборудование заводов электронной техники. Методические указания. Курс лекций / В. Б. Пономарев, А. Б. Лошкарев. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, 2008. 87 с.

99 Matveyenko U. M., Skryleva E. A., Abramova E. N., Kozlov R. Yu., Pavlov P. V., Sidelnikov I. V., Pavlova O. S. Effect of chemical bond type on wafer and cleavage surface oxidation for GaAs, GaSb, InAs and InSb single crystals // *Modern electronic materials*. 2024. Vol. 10, № 3. P. 167-175.

100 Doi T., Marinescu I. D., Kurokawa S. The Current Situation in Ultra-Precision Technology – Silicon Single Crystals as an Example // *Advances in CMP Polishing Technologies*. USA: William Andrew Publishing, 2012. P. 15-111.

101 Mittova I., Sladkopevtsev B., Dontsov A., Syrov Yu., Kovaleva A., Tarasova O. Thermal Oxidation of a Single-Crystal GaAs Surface Treated in Sulfur Vapor // *Inorganic Materials*. 2021. Vol. 57, № 7. P. 663-668.

102 Syrov Y. V. Indium antimonide interaction with tellurium vapors // *Physical-chemical processes in condensed matter and interfaces: theses of VII Russian conference, 10-13 November 2015, Voronezh*. Voronezh: Izdatel'sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2015. P. 292-293.

103 Richard O., Blais S., Arès R., Aimez V., Jaouad A. Mechanisms of GaAs surface passivation by a one-step dry process using low-frequency plasma enhanced chemical deposition of silicon nitride // *Microelectronic Engineering*. 2020. Vol. 233.

104 Holloway G. W., Haapamaki Ch. M., Kuyanov P., LaPierre R. R., Baugh J. Electrical characterization of chemical and dielectric passivation of InAs nanowires // *Semicond. Sci. Technol*. 2016. Vol. 31, № 11. 114004.

105 Sun M. H., Joyce H. J., Gao Q., Tan H. H., Jagadish C., Ning C. Z. Removal of Surface States and Recovery of Band-Edge Emission in InAs Nanowires through Surface Passivation // *Nano Lett.* 2012. Vol. 12, № 7. P. 3378-3384.

106 Lvova T. V., Dunaevskii M. S., Lebedev M. V., Shakhmin A. L., Sedova I. V., Ivanov S. V. Chemical passivation of InSb (100) substrates in aqueous sodium sulfide solutions // *Semiconductors.* 2013. Vol. 47, № 5. P. 721-727.

107 Solov'ev V. A., Sedova I. V., Lvova T. V., Lebedev M. V., Dement'ev P. A., Sitnikova A. A., Semenov A. N., Ivanov S. V. Effect of sulfur passivation of InSb (001) substrates on molecular-beam homoepitaxy // *Applied Surface Science.* 2015. Vol. 356. P. 378-382.

108 Zhernokletov D. M., Dong H., Brennan B., Kim J., Wallace R. M. Optimization of the ammonium sulfide $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ passivation process on InSb(111)A // *Journal of Vacuum Science & Technology.* 2012. Vol. 30, № 4.

109 Mirofyanchenko A. E., Mirofianchenko E. V., Lavrentyev N. A., Popov V. S. Anodic passivation of InSb (100) by sodium sulfide solution with additional sulfidation pretreatment // *Appl. Phys.* 2020. Vol. 3. P. 33-39.

110 Künstler-Hourriez B., Ern  B., Lef vre F., Lorans D., Canava B., Herlem M., Etcheberry A. Surface reactivity of InSb studied by cyclic voltammetry coupled to XPS // *J. Phys. IV France.* 2006. Vol. 132. P. 147-151.

111 Dobrovolskij D. S., Davygora A. P., Syrov Yu. V., Molodcova E. V. Physical-chemical processes in condensed matter and interfaces: theses of VII Russian conference, 10-13 November 2015, Voronezh // Voronezh: Izdatel'sko-poligraficheskij centr "Nauchnaya kniga", 2015. P. 192-193.

112 Zou X., Li Ch., Su X., Liu Yu., Finkelstein-Shapiro D., Zhang W., Yartsev A. Carrier Recombination Processes in GaAs Wafer Passivated by Wet Nitridation // *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 2020. Vol. 12, № 25. P. 28360-29367.

113 Aureau D., Chaghi R., Gerard I., Sik H., Fleury J., Etcheberry A. Wet etching of InSb surfaces in aqueous solutions: Controlled oxide formation // *Applied Surface Science.* 2013. Vol. 276. P. 182-189.

114 Belov A. G., Molodtsova E. V., Kormilitsina S. S., Kozlov R. Yu., Zhuravlev E. O., Klimin S. A., Novikova N. N., Yakovlev V. A. Determination of conductivity electron concentration in single-crystalline N-GaSb samples using fir reflection spectra AT $T=295\text{ K}$ // Optics and Spectroscopy. 2024. Vol. 132, № 4. P. 325-332.

115 Белов А. Г., Журавлев Е. О., Молодцова Е. В., Козлов Р. Ю., Комаровский Н. Ю., Кузнецов А. Н., Ларионов Н. А. Расчет частот смешанных плазмон-фононных мод для P-InSb и P-GaSb при $T = 295\text{ K}$ // Прикладная физика. 2025. № 2. С. 31-38.

116 Бородин А. В., Юдин М. В., Францев Д. Н. Виртуальный тепловой узел для численного исследования процесса выращивания профилированных кристаллов сапфира // Научное приборостроение. 2017. Т. 27, № 3. С. 70-80.

117 Кормилицина С. С., Молодцова, Комаровский Н. Ю., Козлов Р. Ю., Журавлев Е. О. Особенности роста монокристаллов антимонида индия в кристаллографических направлениях [100], [211], [111] // Тезисы докладов II Международной научно-практической конференции «Редкие металлы и материалы на их основе: технологии, свойства и применение» (РедМет-2022). Москва, 2022. С. 166-168.

118 Козлов Р. Ю., Трофимов А. А., Молодцова Е. В., Абрамова Е. Н., Павлов П. В., Павлова О. С., Нестюркин М. С., Щеников Н. В. Выращивание монокристаллов InSb диаметром до 100 мм и изготовление полированных пластин на их основе // Приборы. 2024. № 12 (294). С. 32-38.

119 Литвинов Ю. М., Хашимов Ф. Р. Исследование глубины нарушенных слоев в пластинах полупроводниковых соединений АПВВ // Электрон. техн. Сер. Материалы. 1984. Вып. 4 (189). С. 51-54.

120 Перевощиков В.А., Скупов В.Д. Особенности абразивной и химической обработки поверхности полупроводников. Н. Новгород: ННГУ, 1992. 198 с.

121 Семериков И. С. Физическая химия строительных материалов: учебное пособие / Семериков И. С., Герасимова Е. С. Екатеринбург: Издательство Уральского университета, 2015. 204 с.

122 Федотов В. П. Экспрессный метод количественного определения паров перекиси водорода при помощи реактивных бумажек / Федотов В. П. 1964.

123 Васильева З. Г. Лабораторный практикум по общей химии / Васильева З. Г., Грановская А. А. Москва : Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1961. 270 с.

124 Яцимирский К. Б. Кинетические методы анализа / Яцимирский К. Б. Москва : Химия, 1967. 82 с.

125 Иванова В. Ю. Синтез комплексных соединений металлов с оксикарбоновыми кислотами. Часть 2 / В. Ю. Иванова, В. В. Чевела. Казань : Казанский университет, 2014. 45 с.

126 Патент РФ № 2834696С1. Полировальная композиция для химико-механического полирования пластин монокристаллического антимонида индия: № 2024106566: заявл. 13.03.2024 : опубл. 12.02.2025 Способ получения крупногабаритных монокристаллов антимонида индия / Козлов Р. Ю., Абрамова Е. Н., Павлов П. В., Павлова О. С., Нестюркин М. С., Нефедкина С. С. ; заявитель Открытое акционерное общество "Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности "Гиредмет".

127 Трофимов А. А., Козлов Р. Ю., Кривобок В. С., Лопатин В. В., Улькаров В. А., Молодцова Е. В., Павлов П. В., Павлова О. С., Косякова А. М., Комаровский Н. Ю., Нестюркин М. С., Клековкин А. В., Минаев И. И., Ерошенков В. В., Атрашков А. С., Ковин Я. А. Обработка подложек InSb с достижением морфологии поверхности, пригодной для молекулярно-лучевой эпитаксии // Прикладная физика. 2024. № 5. С. 46-56.

Приложение №1



ГИРЕДМЕТ
РОСАТОМ

ОРГАНИЗАЦИЯ АО «РОСАТОМ НАУКА»

**Акционерное общество
«Государственный научно-
исследовательский и проектный
институт редкометаллической
промышленности «Гиредмет»
имени Н.П. Сажина
(АО «Гиредмет» имени Н.П. Сажина)**

ул. Электродная, д. 2, стр. 1,
этаж 5, пом. VI, ком. 39, Москва, 111524
Телефон (495) 708-44-66
E-mail: info_giredmet@rosatom.ru
ОКПО 00198396, ОГРН 5087746203353
ИНН 7706699062, КПП 772001001

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель генерального директора
по науке и инновациям

к.ф.-м.н., К.В. Ивановских

«10» август 2025 г.



Акт

об использовании результатов диссертационной работы Козлова Романа Юрьевича

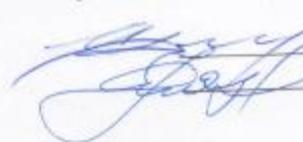
Комиссия в составе: председателя — заместителя директора по производству, Д.И. Васильева; членов комиссии: начальника лаборатории «Полупроводниковых соединений А2В6», к.т.н. И.А. Денисова; начальника лаборатории «Высокотемпературных полупроводниковых соединений А3В5», к.т.н. С.Н. Князева составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Р.Ю. Козлова «Разработка основ комплексной опытно-промышленной технологии получения полированных пластин антимида индия диаметром до 100 мм для фотоприемных устройств средневолнового ИК диапазона», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в АО «Гиредмет» при создании опытно-промышленного производства полированных пластин антимида индия, которое включает технологический маршрут от выращивания монокристаллов до изготовления на их основе полированных пластин диаметром до 100мм. Изготавливаемые полированные пластины антимида индия применяются в качестве подложечного материала в производстве охлаждаемых фотоприемных устройств средневолнового ИК диапазона.

Освоение результатов диссертационной работы позволило АО «Гиредмет» осуществить переход от лабораторной технологии изготовления полированных пластин InSb диаметром 50,8 мм к опытно-промышленной технологии изготовления полированных пластин InSb диаметром до 100 мм. Кроме того, разработанная комплексная технология за счет создания новой производственной линии и полного комплекта технологической документации позволила повысить выход годной продукции на всех технологических переделах.

Председатель комиссии
заместитель директора по производству

 Д.И. Васильев

Члены комиссии:
начальник лаборатории, к.т.н.
начальник лаборатории, к.т.н.

 И.А. Денисов
 С.Н. Князев

Приложение №2



АКТ

об использовании результатов диссертационной работы
Козлова Романа Юрьевича

Комиссия в составе Кривобок Владимира Святославовича, в.н.с. ОФТТ ФИАН, д.ф.-м.н., (председатель комиссии), Николаева Сергея Николаевича с.н.с. ОФТТ ФИАН, к.ф.-м.н., Клековкина Алексея Владимировича м.н.с. ОФТТ ФИАН, Ерошенко Григория Николаевича м.н.с. ОФТТ ФИАН составили настоящий акт о том, что результаты диссертационной работы Р.Ю. Козлова «Разработка основ комплексной опытно-промышленной технологии получения полированных пластин антимида индия диаметром до 100 мм для фотоприемных устройств средневолнового ИК диапазона», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в научных разработках Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук» (ФИАН) в рамках выполнения работ по теме «Орион/1-2025» (договор № 204 от 20.06.2025г).

Применение результатов диссертационной работы Р.Ю. Козлова состоит в успешном использовании полированных пластин антимида индия диаметрами 50,8 мм и 76,2 мм для молекулярно-лучевых процессов синтеза фоточувствительных слоев. Полированные пластины антимида индия были изготовлены по разработанной Р.Ю. Козловым оригинальной комплексной технологии. Параметры полученных полированных пластинах удовлетворяют требованиям к подложечному материалу для молекулярно-лучевой эпитаксии, в том числе среднеарифметическая шероховатость поверхности на уровне $Ra \leq 0.5$ нм. На основе полированных пластин антимида индия диаметрами 50,8 мм и 76,2 мм были изготовлены фоточувствительные слои со следующими параметрами: эпитаксиальные слои антимида индия толщиной 5000 нм, нелегированный, выращенный на подложке антимида индия $(100) \pm 0,1^\circ$ с концентрацией носителей заряда p-типа не менее $0,6 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$.

Разработанные в рамках диссертационной работы Р.Ю. Козлова полированные пластины антимида индия диаметром 100 мм являются необходимыми для последующих работ по созданию фоточувствительных слоев для новых перспективных оптоэлектронных приборов.

Председатель комиссии,
Кривобок Владимир Святославович

Члены комиссии:
Николаев Сергей Николаевич
Клековкин Алексей Владимирович
Ерошенко Григорий Николаевич

Приложение №3



Государственный научный центр Российской Федерации

Акционерное общество «НПО «Орион»
111538, Россия
Москва, ул. Косинская, 9
ОГРН 112 774 729 27 38
тел.: 8 (499) 374 48 60
факс: 8 (499) 373 68 62
orion@orion-ir.ru

Enterprise «RD&P Center «Orion»
9, Kosinskaya St., Moscow
111538, Russian Federation
tel.: 8 (499) 374 48 60
fax: 8 (499) 373 68 62
orion@orion-ir.ru



«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель генерального директора
по инновациям и науке, д.т.н., профессор

И.Д. Бурлаков

2025 г.

АКТ
об использовании результатов диссертационной работы
Козлова Романа Юрьевича

Комиссия в составе: председателя — вр.и.о. главного технолога, к.т.н. А.Е. Мирофянченко; членов комиссии: начальника отдела развития материалов, к.т.н. А.А. Трофимова; начальника цеха № 7 В.В. Ерошенко, ведущего инженера, к.т.н. Улькарова В.А. составили настоящий акт о том, результаты диссертационной работы Р.Ю. Козлова «Разработка основ комплексной опытно-промышленной технологии получения полированных пластин антимонида индия диаметром до 100 мм для фотоприемных устройств средневолнового ИК диапазона», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук, использованы в производственном цикле и научных разработках Государственного научного центра Российской Федерации Акционерного общества «Научно-производственное объединение «Орион» (ГНЦ РФ АО «НПО «Орион») в рамках выполнения работ по ГОЗ и в ОКР шифр «Фонон-35».

Применение результатов диссертационной работы Козлова Р.Ю. заключается в успешной апробации с установленной возможностью применения полированных пластин антимонида индия 50,8 мм и 76,2 мм для создания матричных фотоприёмных устройств (МФПУ) средневолнового ИК диапазона с потенциалом перехода на перспективный диаметр таких пластин 100 мм в том числе для создания мегапиксельных ИК МФПУ для тепловизионных и теплопеленгационных систем двойного назначения нового поколения. Параметры полированных пластин, полученных в рамках диссертационной работы Козлова Р.Ю., удовлетворяют требованиям при производстве МФПУ, предъявляемым к объемному материалу InSb и качеству обработки поверхности: геометрические параметры ТТВ менее 5 мкм, 6 мкм и 7 мкм для полированных пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм, соответственно; BOW менее 5 мкм, 6 мкм и 7 мкм для полированных пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм, соответственно;

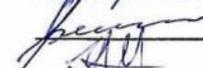
Wap менее 8 мкм, 9 мкм и 11 мкм для полированных пластин диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм, соответственно; среднеарифметическая шероховатость поверхности полированных пластин на уровне $Ra \leq 0,5$ нм; а также соответствие электрофизическим параметрам (концентрация и подвижность носителей заряда) и структурным параметрам (плотность дислокаций).

Достигнутые в рамках диссертационной работы Козлова Р.Ю. геометрические характеристики пластин являются необходимыми для проведения качественной операции гибридизации (стыковки) матричного фоточувствительного элемента с кремниевой интегральной схемой считывания. Применение полированных пластин антимионида индия позволило повысить выход годных при гибридизации и снизить трудоемкость при подготовке поверхности пластин к дальнейшим процессам.

Председатель комиссии


_____ А.Е. Мирофянченко

Члены комиссии:


_____ А.А. Трофимов

_____ В.В. Ерошенко

_____ В.А. Улькаров

Приложение № 4

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель генерального директора
по гражданскому приборостроению –
начальник ЦКБ



Акционерного общества
«Московский завод «САФИР»,

Ф.И.О.

В.В. Карпов

Акт

результатов технического апробирования в производстве АО «МЗ «САФИР»
опытных образцов полированных пластин антимонида индия,
изготовленных в рамках диссертационной работы Р.Ю. Козлова
«Разработка основ комплексной опытно-промышленной технологии получения
полированных пластин антимонида индия диаметром до 100 мм для фотоприёмных
устройств средневолнового ИК-диапазона»,
представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук

Настоящий акт представлен комиссией в составе:

- гл. специалист отдела электронных модулей ЦКБ, д.т.н. Астахов В.П.
(председатель);

- заместитель начальника цеха № 1 Чеканова Г.В.

Для апробирования было передано 15 шт. опытных образцов полированных пластин антимонида индия с диаметрами 50,8 мм (9 шт.), 76,2 мм (4 шт.) и 100 мм (4 шт.), изготовленных в соответствии с требованиями ТУ 24.45.30-117-00198396-2024, разработанных также в рамках диссертации Р.Ю. Козлова и отличающихся от предыдущего варианта (ТУ1775-330/0-0198396-11) числом и «жесткостью» геометрических параметров полированных пластин антимонида индия тех же трёх номиналов диаметров.

В ходе технического апробирования проведены следующие работы:

1. На пластинах диаметром 50,8 мм проведены проверки их геометрических параметров (2 шт.) и контроль плотности дислокаций (2 шт.). Выявлено, что значения всех геометрических параметров и плотности дислокаций (17 и 18 см⁻²) соответствуют требованиям ТУ 24.45.30-117-00198396-2024.

На 5 шт. пластин данного диаметра проведено технологическое апробирование по изготовлению кристаллов 13-площадочного фотодиода с типовыми сдаточными параметрами. Изготовление проводилось по единой промышленной технологии АО «МЗ «САПФИР», включающей процессы формирования p^+-n переходов локальной имплантацией ионов бериллия с последующим термическим отжигом, защиты поверхности двухслойным диэлектриком, формирования контактной системы, разделения пластин на ЧИПы (кристаллы), измерения их вольт-амперных характеристик на соответствие типовым техническим требованиям, последующей сборки кристаллов в приборы (фотодиоды) и прохождения ими полного цикла испытаний на соответствие требованиям заказчика.

При этом выход годных кристаллов составил 74%, что превысило типичные значения (35÷55)%, получаемые на пластинах, нарезаемых в АО «ГИРЕДМЕТ» из слитков марки АИН и обработанных в АО «МЗ «САПФИР».

2. На пластинах с диаметрами 76,2 мм (2 шт.) и 100 мм (2 шт.) проведена проверка их геометрических параметров, а также плотности дислокаций (по 2 шт. пластин каждого номинала диаметров). Полученные данные также показали полное соответствие этих параметров требованиям ТУ ТУ 24.45.30-117-00198396-2024.

Однако, запуск в производство пластин с такими диаметрами не производился из-за неготовности производства к работе с пластинами диаметром более 50,8 мм, а также из-за превышения толщины этих пластин значения, заданного конструкторской документацией на все производимые фотодиодные кристаллы.

Заключение.

1. Полированные пластины антимонида индия диаметром 50,8 мм, изготовленные в рамках диссертационной работы Р.Ю. Козлова, прошли успешное техническое апробирование, которым показано их полное соответствие требованиям ТУ 24.45.30-117-00198396-2024 по геометрическим параметрам поверхности и плотности дислокаций.

Результатом запуска таких пластин в производство фотодиодных кристаллов с типовыми параметрами по типовой технологии является возросший выход годных не менее чем на 20%, что свидетельствует о перспективности применения

таких пластин в производстве фотодиодных кристаллов для всей номенклатуры фотодиодов, производимых АО «МЗ «САПФИР» в промышленных масштабах.

2. Проверка пластин больших диаметров (76,2 и 100 мм) показала их полное соответствие требованиям ТУ 24.45.30-117-00198396-2024 по геометрическим параметрам и плотности дислокаций. Проверка пластин в производстве фотодиодных кристаллов не произведена из-за неготовности производства к работе с пластинами диаметром более 50,8 мм. К тому же применение таких пластин в производстве АО «МЗ «САПФИР» требует приведения конструкторской и технологической документации производимых приборов в соответствие с толщиной пластин, поскольку она превышает заданную в настоящее время толщину фотодиодных кристаллов..

Председатель комиссии,
гл. специалист ОЭМ ЦКБ, д.т.н.



В.П. Астахов

Зам. начальника цеха № 1



Г.В. Чеканова