

Д. ф.-м. н. Г. П. КОВТУН, А. П. ЩЕРБАНЬ

Украина, Харьковский Физико-технический институт
E-mail: gkovtun@kipt.kharkov.ua

Дата поступления в редакцию
25.09 2006 г.

Оппонент д. т. н. В. К. КОМАРЬ
(Ин-т монокристаллов, г. Харьков)

РОСТОВОЕ ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛУИЗОЛИРУЮЩЕГО GaAs МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО

Рассмотрены современные достижения в создании ростового оборудования для производства ПИ-GaAs методом ЖГЧ. Приведены сравнительные характеристики и анализ установок нового и предшествующего поколений.

Полуизолирующий арсенид галлия (ПИ-GaAs) с удельным сопротивлением $>10^7$ Ом·см является наиболее перспективным материалом, используемым в микроэлектронике при производстве высокочастотных интегральных схем и дискретных приборов. На сегодняшний день рынок монокристаллов ПИ-GaAs составляет примерно 50% от всего объема производства монокристаллов GaAs. Приборы на основе GaAs многократно превосходят кремниевые аналоги по быстродействию, обладают высокой радиационной стойкостью и способностью функционировать в широком интервале температур.

Для создания устройств с высокими характеристиками необходимы монокристаллы ПИ-GaAs большого диаметра с низкой плотностью дислокаций и равномерным их распределением в радиальном направлении. Использование полуизолирующего арсенида галлия в виде пластин большого диаметра значительно расширяет функциональные возможности устройств и снижает их стоимость.

Существуют три метода промышленного производства монокристаллов ПИ-GaAs:

- метод Чохральского с жидкостной герметизацией расплава слоем борного ангидрида (ЖГЧ);
- метод горизонтальной направленной кристаллизации (ГНК) или “кристаллизации в движущемся градиенте температуры” — Horizontal Gradient Freeze — HGF;
- метод вертикальной направленной кристаллизации в тех же двух модификациях (ВНК или Vertical Gradient Freeze — VGF).

Интенсивное развитие технологии получения ПИ-GaAs основывается на методе ЖГЧ. Тенденцией становится внедрение в промышленное производство и метода ВНК. С помощью этого метода возможно получение как легированных элементами In, Si, Te, S, В, Cr, Zn в количестве $10^{17} \dots 10^{18}$ см⁻³ монокристаллов GaAs с пониженной плотностью дислокаций, так и нелегированных монокристаллов ПИ-GaAs.

В производстве ПИ-GaAs обе технологии выращивания имеют свои плюсы и минусы. Материал, полученный методом ВНК, обладает более низкой плотностью дислокаций, а ЖГЧ-материал — более однородным распределением дислокаций по площади пластины. Кроме того, монокристаллы, выращенные методом ВНК, имеют более высокую себестоимость, чем выращенные методом ЖГЧ. Это обусловлено в 4—5 раз меньшей скоростью кристаллизации и исключением операции повторного затравливания.

Сравнивая совокупность характеристик, присутствующих различным методам выращивания, можно полагать, что в ближайшие годы оба метода будут присутствовать на рынке в приблизительно равных долях. Так, в 2004 г. немногим более 60% от общего количества продаваемого GaAs произведено методом ВНК и ~40% — методом ЖГЧ [1].

Для обеспечения необходимых электрофизических параметров ПИ-GaAs используют Ga и As чистотой не менее 6N—7N, тигли из пиролитического нитрида бора, а управление содержанием фонового углерода осуществляют либо методом автоматического контроля парциального давления СО в ростовой камере, либо подбором влажности борного ангидрида. Важная особенность ЖГЧ-метода заключается в достаточности высоких осевых и радиальных градиентах температуры вблизи фронта кристаллизации. Это приводит к повышенной плотности дислокаций N_D (от $1 \cdot 10^4$ до $2 \cdot 10^5$ см⁻²). Типичные значения диаметров выращиваемых кристаллов составляют 100—150 мм, появились также коммерческие кристаллы диаметром 200 мм (впервые предложены фирмой Freiburger Compound Materials в 2000 г.) [2].

Целью данной работы является представление научно-технической информации о современных разработках ростового оборудования, реализующего задачи получения ПИ-GaAs большого диаметра методом ЖГЧ.

В статье представлен анализ результатов поиска патентной и научно-технической информации по данной теме за период 1985—2005 гг. по Украине, РФ, Великобритании, Германии, США, Франции, Японии. Рассмотрены сравнительные характеристики ростовых установок нового и предшествующего поколений.

Предшествующее поколение установок (диаметр выращиваемых кристаллов до 100 мм включительно) представлено отечественными образцами машиностроительной фирмы электронной промышленно-

Таблица 1

Современное ростовое оборудование для производства $III-VaAs$ методом ЖГЧ

Характеристика	Страна, фирма, модель, год освоения						
	Украина, ПО "Донец", "Сигма-2", 1996, [3]	Украина, ПО "Донец", "Астра-2", 1996, [3]	Великобритания, SGC, SG 15/25, 1988, [4]	Япония, Hitachi Cable, SED, SPD, 1993, [5]	Япония, Hitachi Cable, SED, SPD, 1999, [6]	Германия, Freinberger Compound Materials, GmbH, 1999, [7]	Германия, Freinberger Compound Materials, GmbH, 2001, [2]
Масса загрузки, кг	5	15	10	20—25	40—45	50	30
Диаметр монокристалла, мм	100	125	100	100	150	160	200
Длина, мм	...	350	...	350—400	300—350	100	60
Диаметр тигля, мм	150	250	200	280	400	300	400
Материал	SiO ₂ , pBN	SiO ₂ , pBN	pBN	pBN	pBN	pBN	pBN
Давление, МПа: синтез	10	...	7	6	6	≈8	≈8
рост	0,3	0,5	0,3	1	1	≈1	≈1
Количество зон нагрева	2	2	3	3	3	3	3
Скорость роста, мм/ч	3—7	4—8	3—9	8	8	7	7
Оснастка магнитом	Магнит, индукция 0,2 Тл	—	Сверхпроводящий магнит	—	—	—	—
Определение содержания и автоматический контроль парциального давления СО	—	—	—	Есть	Есть	Есть	Есть
Управление процессом роста	Частичная автоматизация	Частичная автоматизация	Автоматическое с компьютерным контролем	Автоматическое с компьютерным контролем	Полная автоматизация с компьютерным контролем	Полная автоматизация с компьютерным контролем	Полная автоматизация с компьютерным контролем

Таблица 2

Стоимость пластин $GaAs$ различного диаметра [8]

Метод выращивания	Диаметр, мм	Тип проводимости	Легирующая примесь	Ориентация	Удельное сопротивление, Ом·см	Толщина, мкм	Объем партии, пластин	Цена, \$
ЖГЧ	72,6	ПИ*	Нет	(100)	$(1...4) \cdot 10^7$	475—525	1	250
ЖГЧ	72,6	ПИ	"	(100)	$<10^8$	610—660	5	750
ЖГЧ	72,6	<i>n</i>	Te	(100)	0,0094	475—525	5	2000
ЖГЧ	72,6	<i>n</i>	Te	(100)	0,0094	475—525	1	400
ЖГЧ	72,6	<i>p</i>	Zn	(100)	0,0317	500—550	1	300
ЖГЧ	72,6	<i>p</i>	Zn	(110)	0,0588	600—650	5	2000
ВНК	100,0	ПИ	Нет	(100)	10^7	575—625	5	500
ВНК	100,0	ПИ	"	(100)	10^7	575—625	100	5000
ВНК	100,0	ПИ	"	(100)	$<10^8$	610—660	5	1000
ВНК	150,0	ПИ	"	(100)	10^7	600—650	5	1000
ВНК	150,0	ПИ	"	(100)	10^7	600—650	25	2500
ВНК	150,0	ПИ	"	(100)	10^8	650—700	5	2500

* ПИ — полупроводник.

сти ПО “Донец” (г. Луганск, Украина, 2002 г.), а также соответствующими типами установок зарубежных фирм — SGC (Великобритания, 1988 г.), Hitachi Cable Ltd (Япония, 1993 г.) (табл. 1). В установках предшествующего поколения нагрузка составляла от 5 до 25 кг при использовании тиглей диаметром до 200 мм — как одноразовых из кварца (SiO_2), так и тиглей из пиролитического нитрида бора (pBN), выдерживающих до 20 циклов выращивания. В установках использовался двух- или трехзонный нагрев, предусматривалась возможность дополнительной оснастки магнитом и достигнута высокая автоматизация управления процессом выращивания.

Новое поколение ростовых установок представлено образцами фирм Freiburger Compaund Materials GmbH (Германия, 1999—2001 гг.), Hitachi Cable Ltd (Япония, 1999 г.). Отличительной особенностью вытягивающих установок нового поколения является использование тиглей диаметром до 400 мм и повышенные загрузки до 50 кг, что позволило увеличить диаметр и протяженность кристалла.

На рисунке приведена типичная схема теплового узла ростовых установок нового поколения. Основная их особенность заключается в использовании трехзонных тепловых узлов. Характерным для этих установок является также следующее: использование тиглей только из pBN; совмещение в одном цикле синтеза и выращивания; измерение содержания и автоматический контроль парциального давления CO в окружающем инертном газе; полная автоматизация с компьютерным контролем (табл. 1). При разработке ростового оборудования наблюдается тенденция к увеличению диаметра выращиваемых кристаллов. С момента получения первого кристалла GaAs методом

ЖГЧ (1964 г.) такое увеличение составляет примерно 50 мм за 10 лет.

Необходимо отметить, что в последние годы в отношении ростового оборудования стал преобладать подход, при котором производители монокристаллов предпочитают сами выступать в качестве основных “идеологов” при создании оборудования, привлекая “машиностроителей” только как исполнителей своих разработок. Это привело к тому, что, в отличие от промышленного производства кремния, основные объемы продукции полупроводников $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$ производятся на “авторском” оборудовании. Так, предприятие “Тиредмет” (г. Москва), выпускающее монокристаллы для оптоэлектроники, разработало свое оборудование для ВНК. Так же предпочитает работать Freiburger Compaund Materials (Германия) и другие компании.

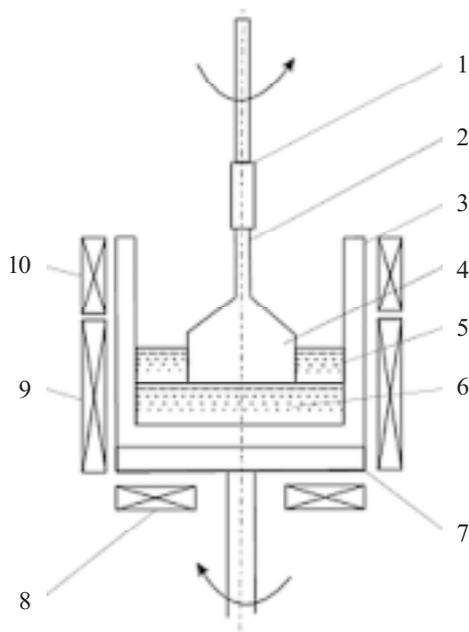
Производителями стандартизованного оборудования остаются американская фирма Kayex с установкой CG850B для выращивания методом Чохральского и немецкая фирма Crystal Growing Systems GmbH с установкой Kronos для выращивания методом Бриджмена [1].

В табл. 2 представлена стоимость пластин GaAs различного диаметра по данным компании Wafer World Inc. [8]. Видно, что стоимость пластин растет с увеличением диаметра и колеблется, например для 150-мм-пластин ПИ-GaAs, от 200 до 400\$ за штуку. Пластины из легированного GaAs в два раза дороже аналогичных нелегированных ПИ-GaAs.

Потребление пластин GaAs различного диаметра в 2000 г. распределялось следующим образом: 76,2 мм — 9,1%; 100 мм — 64,4%; 150 мм — 26,3% [1].

До настоящего времени предложений на рынке GaAs-пластин диаметром 200 мм еще не было, поскольку только в этом году (14 февраля 2006 г.) Институтом полупроводникового оборудования и материалов (SEMI, США) опубликованы технические условия SEMI M9.8 на свойства особых GaAs-подложек. Технические условия SEMI M9.8 определяют различные свойства для 200-мм-пластин GaAs: ориентацию поверхности, величину и допуски на диаметр и толщину пластин, положение и глубину меток и местоположение лазерной маркировки [9].

В Украине промышленное производство GaAs можно охарактеризовать как кризисное, что приводит к отсутствию заказов производителей монокристаллов GaAs на разработки и создание оборудования нового поколения. Серийное оборудование для синтеза и выращивания монокристаллов GaAs, ранее производимое ПО “Донец”, морально устарело и не отвечает современным требованиям. Вместе с тем ПО “Донец” — предприятие с широкими технологическими возможностями. За 40 лет существования фирмы создано и выпущено несколько поколений различного оборудования: выращивания монокристаллов кремния, соединений $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{V}}$, $\text{A}^{\text{III}}\text{B}^{\text{IV}}$, сапфира, оксидных и других материалов; получения эпитаксиальных структур; резки монокристаллических слитков на пластины; шлифовки и полировки пластин. Фирма имеет опыт создания и возможности промышленного выпуска современного оборудования для производства монокристаллов GaAs.



Типичная схема теплового узла ростовых установок нового поколения:

- 1 — заправкодержатель; 2 — заправка; 3 — pBN-тигель; 4 — кристалл GaAs; 5 — флюс B_2O_3 ; 6 — расплав GaAs; 7 — подставка; 8 — нагреватель донный; 9 — нагреватель боковой основной; 10 — нагреватель боковой дополнительный

Модернизация установок типа «Арсенид-1М» позволяет выращивать 100-мм-монокристаллы GaAs, что в настоящее время осуществлено на ГП «ЗЧМ» (г. Светловодск, Украина), но улучшения качества кристаллов при этом не наблюдается. Необходимо отметить, что на этом предприятии сосредоточен огромный потенциал бывшего Советского Союза для промышленного производства GaAs и получения исходных компонентов (Ga, As). В Украине — при надлежащей заинтересованности государства и бизнеса и зарубежных инвестиций — возможно быстрое восстановление до современного уровня основных звеньев производства GaAs — материаловедческих исследований, промышленного производства ПИ- и легированного GaAs, создания оборудования для выращивания, получения высокочистых исходных Ga и As.

В ННЦ "ХФТИ" создана ростовая установка, отвечающая (по заложенной идеологии) требованиям к установкам нового поколения ЖГЧ-метода [10]. В установке используется 4-зонный тепловой узел, позволяющий при пониженных ($<40^\circ\text{C}/\text{см}$) осевых градиентах температуры вблизи фронта кристаллизации выращивать монокристаллы GaAs под слоем флюса с диаметром, близким к диаметру тигля (до 100 мм). Регулирование диаметра кристалла осуществляется путем согласования скорости выращивания кристалла, скорости и времени подъема тигля и скорости снижения температуры нижнего нагревателя для поддержания постоянного температурного градиента на фронте кристаллизации. Заложена возможность после ростового отжига кристалла в слое флюса обеспечивает снижение неоднородности распределения электрофизических и структурных параметров. Процесс выращивания кристалла осуществляется в автоматическом режиме от микропроцессора с возможным переходом к полному компьютерному контролю и управлению.

В настоящее время при финансовой поддержке Минпромполитики Украины осуществляется усовершенствование теплового узла установки, разработка автоматизированного программируемого управления процессом роста с компьютерным контролем и оптимизация технологических режимов выращивания кристаллов. По окончании этих работ установка будет сдана в эксплуатацию с отработкой на ней технологии получения монокристаллов ПИ-GaAs с высокими электрофизическими параметрами и более совершенной структурой по сравнению с кристаллами, выращенными «обычным» методом ЖГЧ.

Таким образом, из анализа последних разработок по созданию ростового оборудования для производства GaAs-монокристаллов методом Чохральского с жидкостной герметизацией расплава слоем борного ангидрида видна тенденция к увеличению диаметра монокристаллов. Более половины пластин из арсенида галлия изготавливаются диаметром 100 мм. Достижение необходимых электрофизических и структурных свойств монокристаллов больших диаметров реализуется путем использования многозонных нагревателей, обеспечивающих низкие температурные градиенты на фронте кристаллизации, полной автоматизации процесса выращивания, применения высокочистых исходных и вспомогательных материалов.

В Украине к настоящему времени еще сохранились условия для возрождения всей инфраструктуры производства монокристаллов арсенида галлия — от создания ростового оборудования до получения продукции на основе GaAs.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Наумов А. В. Обзор мирового рынка арсенида галлия // Технология и конструирование в электронной аппаратуре.— 2005.— № 6.— С. 53—57.
2. Seide A., Eicher S., Flade T. et al. 200 mm GaAs crystal growth by the temperature gradient controlled LEC method // J. Cryst. Growth.— 2001.— Vol. 225.— P. 561—565.
3. Оборудование для синтеза и выращивания монокристаллов.— Каталог ПО «Донец».— Луганск, 1992.
4. Проспект фирмы Special Gas Control, Великобритания.— 1988.
5. Inada T., Komata S., Ohnishi M. et al. Development of mass production line for 150 mm GaAs wafers // GaAs MANTECH Conferens 1999, Digest of Press.— P. 205—208.
6. Otoki Y., Kamogawa H., Ohnishi M. et al. Large volume production of large size GaAs substrates and epitaxial wafers for microwave devices // GaAs 99 — Munich 1999, Conference Proceedings.— P. 314—319.
7. Flade T., Jurisch M., Kleinwechter A. et al. State of the art 6 SI GaAs wafers made of conventionally grown LEC-crystals // J. Cryst. Growth.— 1999.— Vol. 198/199.— P. 336—342.
8. Wafer World Inc.— Silicon Wafer Manufacturer 06.03.06 at URL. <http://www.waferworld.com>.
9. SEMI unveils 200 mm GaAs substrate standard (February 2006).— News—Compound... 21.02.06 at URL. <http://www.compoundsemiconductor.net/articles/news/>.
10. Ковтун Г. П., Кравченко А. И., Щербань А. П. Установка для выращивания малодислокационных монокристаллов GaAs большого диаметра // Технология и конструирование в электронной аппаратуре.— 2001.— № 6.— С. 52—53.

в портфеле редакции

в портфеле редакции в портфеле редакции в портфеле редакции

- Технологии изготовления устройств на основе фотонных кристаллов. (Украина, г. Киев)
- Получение поверхностно-барьерных структур на основе четырёхкомпонентных твёрдых растворов A^4B^6 . (Украина, г. Кировоград)
- Исследование влияния механических напряжений на свойства полупроводниковых структур. (Россия, г. Калуга)
- Малошумящий усилитель диапазона частот 7,525—8,025 ГГц с допустимой входной мощностью 7 Вт. (Украина, г. Киев)
- Исследование процессов нанесения пленок электроплазменным воздействием. (Украина, г. Запорожье)



в портфеле редакции в портфеле редакции в портфеле редакции в портфеле редакции

в портфеле редакции