

УДК 621.315.592

Д. т. н. Н. М. ВАКИВ¹, д. т. н. С. И. КРУКОВСКИЙ¹,
В. Р. ТИМЧИШИН^{1,2}, А. П. ВАСЬКИВ³

Украина, г. Львов, ¹НПП «Карат»; ²НУ «Львовская политехника»;

³Львовский Национальный университет имени Ивана Франко

E-mail: carat207@i.ua

ПОЛУЧЕНИЕ ДВУХСТОРОННИХ ВЫСОКОВОЛЬТНЫХ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ КРЕМНИЕВЫХ $p-i-n$ -СТРУКТУР МЕТОДОМ ЖФЭ

Разработана технология выращивания двухсторонних высоковольтных кремниевых $p-i-n$ -структур методом жидкофазной эпитаксии в едином технологическом процессе. Электрофизические параметры полученных структур позволяют изготавливать на их основе высоковольтные диоды.

Ключевые слова: эпитаксиальный слой, жидкофазная эпитаксия, редкоземельный элемент, легирование.

Особенностью кремниевых эпитаксиальных $p-i-n$ -структур является наличие толстой (около 200 мкм) высокоомной i -области, с обеих сторон которой формируются контактные слои p - и n -типа. Как правило, Si $p-i-n$ -структуры получают традиционным диффузионным методом или методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ). В первом случае формирование p - и n -слоев происходит, как правило, в двухэтапном процессе диффузии акцепторных и донорных примесей из боро- или фосфоросиликатного стекла в высокоомную кремниевую подложку толщиной 200–250 мкм при температуре 1000–1200°C [1, 2]. Вследствие такой высокотемпературной обработки удельное сопротивление подложки p , составляющее изначально более 500 Ом·см, уменьшается в два-три раза. Соответственно, низким будет и пробивное напряжение высоковольтного диода (не более 1000 В), поскольку его величина определяется значением p . К тому же при формировании эпитаксиальных структур диффузионным способом нельзя обеспечить хорошую воспроизводимость процесса.

Формирование контактных слоев методом ЖФЭ проводится при температуре на 200–300°C ниже, чем диффузионным, в двух отдельных технологических процессах: сначала эпитаксиальные слои кристаллизуются на одной стороне подложки, затем на другой. Такой технологический подход является достаточно сложным, а длительная термообработка структур в течение двух процессов роста практически сводит на нет эффект от снижения температуры, поскольку она все равно остается высокой (степень деградации высокоомной кремниевой подложки зависит не только от температуры обработки, но и от ее продолжительности [3, 4]).

В настоящей работе предложена технология получения двухсторонних кремниевых $p-i-n$ -структур методом ЖФЭ в едином технологиче-

ском процессе, что позволяет существенно уменьшить длительность термообработки.

Особенности процесса кристаллизации двухсторонних кремниевых эпитаксиальных $p-i-n$ -структур при ЖФЭ

Одной из проблем, возникающих при ЖФЭ слоев кремния n - и p -типа проводимости, является смачиваемость расплавами галлия и олова Si-подложки при низких значениях температуры эпитаксии. При температуре 850°C и ниже даже на подложках кремния, прошедших стандартную предэпитаксиальную обработку в травителях [5], удаляющих естественный оксид SiO₂, а также подрастворяемых в недонасыщенных по кремнию растворах галлия или олова, образуются дефекты в виде незарощенных участков разной площади [6]. Одним из решений этой проблемы является использование раскисляющих добавок, таких, например, как алюминий, который при формировании слоев p -Si выполняет одновременно и роль акцепторной примеси. Значительно сложнее эта задача решается при получении сильнолегированных слоев n -Si, поскольку алюминий применять нельзя ввиду его акцепторного воздействия. В настоящей работе для этого использован редкоземельный элемент иттербий, имеющий очень высокую химическую активность к кислороду и его оксидам. Поскольку количество Yb в растворах олова не превышало 0,15 ат. %, его влияние на электрофизические свойства слоев было незначительным.

Удельное сопротивление i -слоя в составе Si $p-i-n$ -структуры является одним из основных параметров, определяющих ее качество. Поэтому для выбора максимально допустимой температуры процесса кристаллизации проводили отжиг высокоомных подложек i -Si в атмосфере высокочистого водорода при различных значениях температуры T_0 . Длительность

отжига составляла не менее 90 мин, что имитировало продолжительность процесса ЖФЭ слоев Si. Результаты экспериментов приведены в **таблице**. Из этих данных следует, что существенное уменьшение удельного сопротивления Si-подложек происходит при $T_o \geq 880^\circ\text{C}$, т. е. температура начала кристаллизации высокоомных Si $p-i-n$ -структур при ЖФЭ должна находиться ниже 880°C .

Удельное сопротивление четырех i -Si-подложек

$T_o, ^\circ\text{C}$	Удельное сопротивление подложки, Ом·см		Толщина подложки, мкм
	до отжига	после отжига	
800	109	108	186
850	115	110	183
890	112	90	193
950	114	74	171

Наращивание эпитаксиальных слоев осуществляли в температурном диапазоне $860-650^\circ\text{C}$ в герметичном кварцевом реакторе проточного типа в атмосфере водорода с точкой росы -70°C в графитовой поршневой кассете, которая была специально разработана нами для получения двухсторонних структур в едином технологическом процессе [7]. Во избежание деградации подложки максимальная температура процесса не превышала 860°C .

Процесс наращивания двухсторонних структур происходит следующим образом. Растворы-расплавы выдерживаются в течение 60 мин при температуре 860°C для их гомогенизации. После этого на Si-подложку сверху подается раствор-расплав олова, и в течение 30 мин происходит ее подрастворение на глубину 8–10 мкм. Затем ростовой зазор заполняется насыщенным по кремнию раствором-расплавом олова, легированным сурьмой и иттербием, и из него в течение 3 ч при снижении температуры со скоростью $0,7-1,0^\circ\text{C}/\text{мин}$ кристаллизуется слой кремния n -типа проводимости. При достижении 750°C с обратной стороны подложки для ее подрастворения продавливается раствор-расплав галлия. Далее температура снижается до 740°C в течение 30 мин, после чего сюда подается насыщенный по Si раствор-расплав Ga, легированный алюминием, и при дальнейшем снижении температуры до 650°C наращивается p -Si-слой в течение примерно 3 ч, при этом скорость снижения температуры составляет $0,6^\circ\text{C}/\text{мин}$. При достижении температуры 650°C реактор с кассетой удаляется из термоблока.

Для получения структур с необходимыми параметрами в процессе исследований варьировали атомные массы компонентов растворов-расплавов, меняя при этом и величину ростового зазора. Было установлено, что для достижения необходимых параметров структур ростовой зазор для получения слоев n -Si должен составлять 1,5 мм, а для p -Si – 0,8 мм.

Результаты исследований электрофизических параметров полученных структур

Исследование проводилось по методике измерения эффекта Холла.

На **рис. 1**, где представлена зависимость концентрации дырок C_p в p -Si-слое от содержания Al в галлиевом расплаве, видно, что увеличение количества алюминия X_{Al} от 0,2 до 1,0 ат. % приводит к увеличению концентрации дырок в пять раз. При этом в области $X_{\text{Al}} > 0,8$ ат. % наблюдается насыщение концентрационной зависимости.

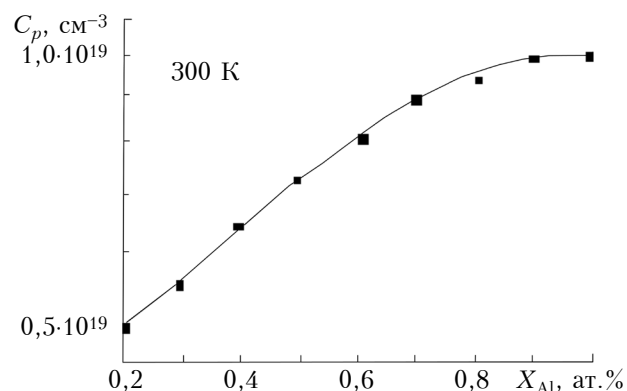


Рис. 1. Зависимость концентрации дырок в p -Si-слое от содержания алюминия в галлиевом расплаве

Следует отметить, что при содержании Al, меньше 0,4 ат. %, формируются неплотные и неоднородные по толщине эпитаксиальные слои p -Si, что обусловлено плохой смачиваемостью кремниевой подложки расплавом из-за присутствия на ее поверхности естественного оксида. При низкой температуре эпитаксии растворение подложки начинается в тех местах, где толщина естественного диоксида кремния наименьшая. Травленая поверхность имеет ячеистый характер. Если травление проводить на большую глубину (около 20 мкм и более), то травленая поверхность постепенно выравнивается. Однако при низких температурах эпитаксии охлажденный на $15-20^\circ\text{C}$ расплав галлия насыщается кремнием, и при дальнейшем снижении температуры растворение прекращается, а в вытравленных окнах диоксида кремния начинается кристаллизация кремния. В дальнейшем, в зависимости от площади участков подложки, которые остались нетравленными, и толщины наращиваемого слоя, в нем формируются дефекты в виде незарощенных участков разной площади, а на более поздней стадии – дефекты в виде ямок, которые видны на **рис. 2, а** (см. здесь, а также в цвете на 3-й стр. обложки). Добавление алюминия в расплав галлия способствует удалению собственного оксида с поверхности подложки, равномерному ее подрастворению перед началом кристаллизации эпитаксиального слоя кремния и формированию поверхности, качественной

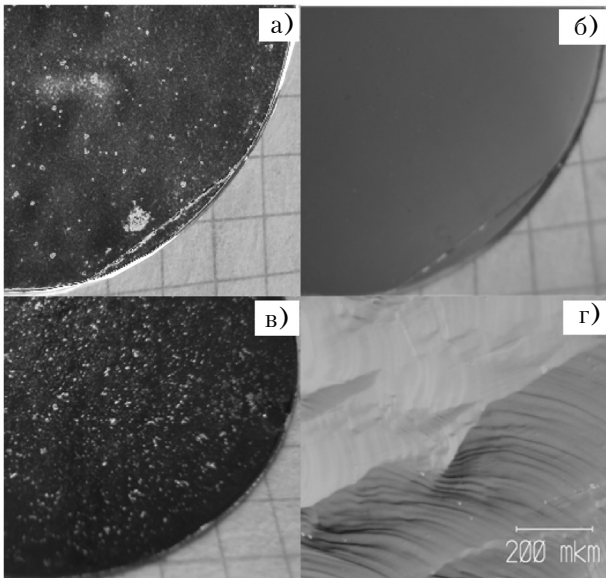


Рис. 2. Макроморфология (а–в) и микроморфология (г) поверхности *p*-Si-слоев, кристаллизованных в интервалах температуры 740–650°C из расплава Ga при различном содержании в нем алюминия (в ат. %): а – 0,25; б, г – 0,76; в – 1,25

с точки зрения макроморфологии (см. рис. 2, б) и микроморфологию поверхности этого слоя на рис. 2, г). Однако при концентрациях алюминия, превышающих 1 ат. %, растворимость кремния увеличивается, что приводит к непланарному подрастворению подложки и возникновению бугорчатого рельефа (рис. 2, в). Таким образом, оптимальная концентрация Al в расплаве Ga, обеспечивающая получение качественной поверхности, находится в диапазоне 0,4–0,8 ат. %.

Увеличение растворимости Si в Ga–Al-расплаве приводит к немонотонному возрастанию скорости кристаллизации и, соответственно, к увеличению толщины слоя. На рис. 3 приведена зависимость толщины *h* слоев *p*-Si от концентрации Al в расплаве Ga. Здесь видно, что при повышении концентрации Al до 0,6 ат. %

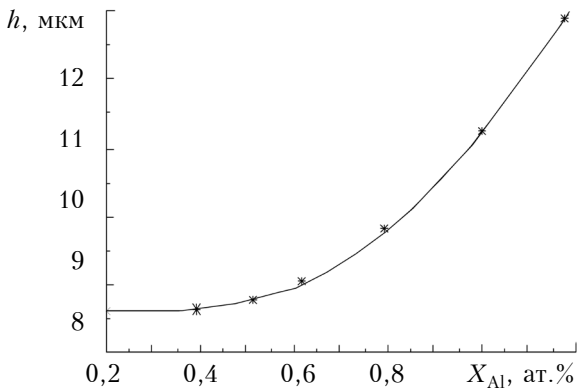


Рис. 3. Зависимость толщины слоев *p*-Si, кристаллизованных в диапазоне температуры 740–650°C, от концентрации Al в расплаве Ga

толщина увеличивается незначительно, а при $X_{Al} > 0,8$ ат. % наблюдается резкое ее возрастание. Очевидно, что диапазон концентрации Al в галлиевом расплаве, обеспечивающий получение качественной поверхности *p*-Si-слоев, является также оптимальным с точки зрения воспроизводимости процесса.

Для получения сильнолегированных эпитаксиальных *n*-Si-слоев использовался раствор-расплав на основе олова, насыщенный кремнием и легированный Sb в пределах концентрации 6,2–8,5 ат. %, а также редкоземельным элементом иттербием (Yb) в количествах 0,001–0,150 ат. %. Иттербий, как отмечалось выше, в таких количествах действует в основном как раскисляющая добавка, улучшающая смачивание кремниевой подложки раствором-расплавом на основе олова. При отсутствии Yb в расплаве Sn на начальной стадии процесса наблюдается островковый рост, что при кристаллизации относительно толстых (5–6 мкм и больше) эпитаксиальных слоев кремния приводит к образованию бугорчатой поверхности, которая видна на рис. 4, а (здесь и в цвете на 3-й стр. обложки), а также к большой неоднородности по толщине. Добавление Yb в количестве от 0,03 до 0,15 ат. % позволяет кристаллизовать планарные слои *n*-Si с разбросом по толщине не более 1% на подложках диаметром 50,8 мм и зеркально-гладкой поверхностью (см. рис. 4, б и микроморфологию поверхности этого слоя на рис. 4, г). При повышении концентрации Yb в растворе-расплаве олова больше 0,15 ат. % однородность слоев существенно ухудшается. Это может быть связано с образованием в объеме

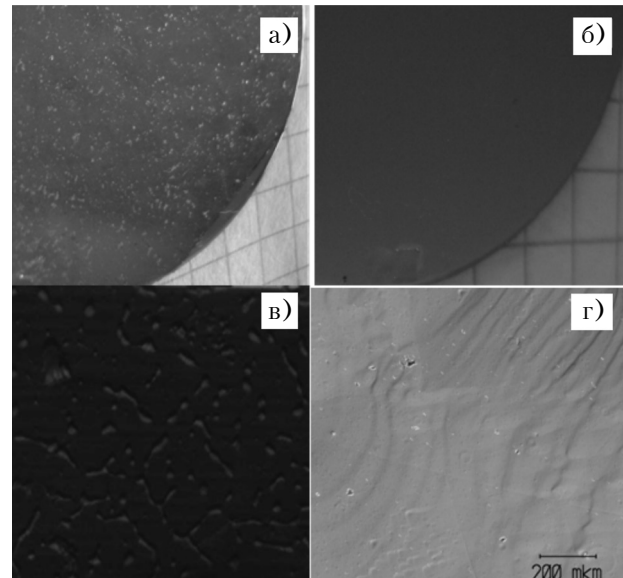


Рис. 4. Макроморфология (а–в) и микроморфология (г) поверхности *n*-Si-слоев, кристаллизованных в интервале температуры 850–750°C из расплава Sn, легированного сурьмой (8,5 ат. %), при различном содержании иттербия (в ат. %): а – 0; б, г – 0,07; в – 0,18

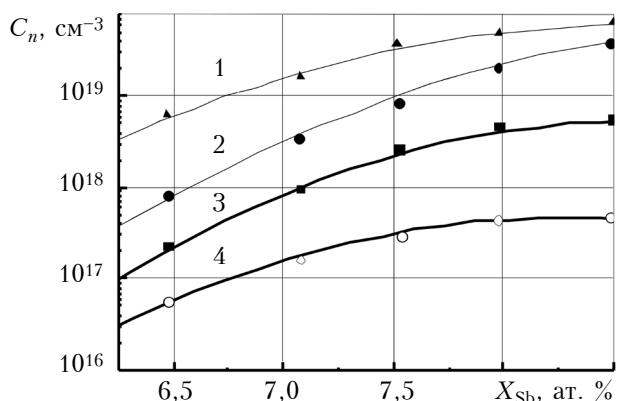


Рис. 5. Зависимость концентрации электронов в *n*-Si-слоях от содержания Sb в расплаве Sn при различном уровне легирования иттербием (в ат. %): 1 – 0; 2 – 0,03; 3 – 0,09; 4 – 0,15

расплава оксидов иттербия, которые выступают в роли дополнительных центров кристаллизации, нарушающих условия гомогенного роста слоев. Образовавшиеся микровключения второй фазы нарушают диффузионный механизм массопереноса кремния в объем расплава, а также могут захватываться кристаллизующимся эпитаксиальным слоем, ухудшая качество его поверхности (рис. 4, в).

На рис. 5, где приведена зависимость концентрации электронов C_n в *n*-Si-слое от состава раствора-расплава, видно, что при концентрациях Yb, превышающих 0,1 ат. %, и оптимальном количестве донорной примеси Sb (8,0–8,5 ат. %) значение C_n становится ниже $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ (кривая 4). Электрофизические параметры структур с такими слоями не являются оптимальными для использования их в качестве контактных. Наиболее вероятной причиной уменьшения уровня легирования слоев *n*-Si при увеличении концентрации иттербия в Sn-расплавах является, по-видимому, уменьшение фоновых донорных примесей вследствие их взаимодействия с Yb. Аналогичный эффект уменьшения фонового легирования наблюдается в соединениях A_3B_5 , кристаллизованных методом ЖФЭ [5]. Возможно также проявление компенсирующего действия иттербия вследствие его акцепторного воздействия при концентрациях в расплаве олова более 0,03 ат. %, о чем свидетельствует уменьшение угла наклона кривых 3 и 4 по сравнению с кривой 2 на рис. 5.

Таким образом, использование растворов-расплавов олова, легированных одновременно

сурьмой и иттербием, позволило кристаллизовать при низкой температуре эпитаксиальные слои кремния *n*-типа проводимости с уровнем легирования более $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$ толщиной 8–16 мкм, имеющих зеркально-гладкую поверхность.

Выводы

Отработанные низкотемпературные технологические режимы кристаллизации эпитаксиальных планарных слоев позволяют получать двухсторонние Si *p-i-n*-структуры методом жидкофазной эпитаксии в едином технологическом процессе. Уровень легирования выращенных контактных *p*-Si- и *n*-Si-слоев превышает $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Определенные в процессе исследований значения оптимальной концентрации алюминия (0,4–0,8 ат. %) и иттербия (0,03–0,15 ат. %) в расплавах галлия и олова обеспечивают получение зеркально-гладкой поверхности эпитаксиальных слоев *p*-Si и *n*-Si. Параметры полученных структур позволяют изготавливать на их основе высоковольтные диоды, используемые в навигационной аппаратуре, системах связи бытового и специального назначения, бортовых системах электроснабжения, в радиолокационных системах, медицинской аппаратуре и др.

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Харламов Р.В. Разработка технологии производства кремниевых эпитаксиальных структур для силовых приборов // Дисс. ... канд. тех. наук. – Москва, 2000. – С. 166.
2. Скоробогатова Л.А., Зубрицкий С.М., Петров А.Л., Семёнов А.Л. Технологии материалов для микро- и нанoeлектроники: учеб. пособие. – Иркутск: Изд-во Иркутского гос. ун-та, 2009. – 83 с.
3. Уфимцев В.Б., Ачкурин Р.Х. Физико-химические основы жидкофазной эпитаксии. – Москва: Металлургия. – 1983.
4. Гореленок А.Т., Каманин А.В., Шмидт Н.М. Редкоземельные элементы в технологии соединений A^3B^5 и приборов на их основе // ФТП. – 2003. – Т. 37, вып. 8. – С. 922–940.
5. Ваків М.М., Круковський С.І., Тимчишин В.Р. Низькотемпературна рідиннофазна епітаксія р-Si шарів в складі р-і-n Si високовольтних структур // Вісник Національного університету «Львівська Політехніка». Серія «Електроніка». – 2011. – № 708. – С. 50–54.
6. Королев М.А., Краснояков А.Ю., Поломошнов С.А. Современные проблемы технологии нанoeлектроники: учеб. пособие. – Москва: МИЭТ, 2011. – 100 с.
7. Пат. України № 73670 на корисну модель. Графітова касета для отримання двосторонніх епітаксійних структур // Ваків М.М., Круковський С.І., Тимчишин В.Р. – 2012. – Бюл. № 19.

Дата поступления рукописи
в редакцию 10.09 2013 г.

М. М. ВАКІВ, С. І. КРУКОВСЬКИЙ, В. Р. ТИМЧИШИН, А. П. ВАСЬКІВ

Україна, м. Львів, НПП «Карат», НУ «Львівська політехніка»,
Львівський національний університет імені Івана Франка
E-mail: carat207@i.ua

ОТРИМАННЯ ДВОСТОРОННІХ ВИСОКОВОЛЬТНИХ ЕПІТАКСІЙНИХ КРЕМНІЄВИХ *p-i-n*-СТРУКТУР МЕТОДОМ РФЕ

Розроблено технологію вирощування двосторонніх високовольтних кремнієвих $p-i-n$ структур методом рідиннофазної епітаксії в єдиному технологічному процесі. Електрофізичні параметри отриманих структур дозволяють виготовляти на їх основі високовольтні діоди.

Ключові слова: епітаксійний шар, рідиннофазова епітаксія, рідкоземельний елемент, легування.

N. M. VAKIV¹, S. I. KRUKOVSKY¹, V. R. TYMCHYSHYN^{1,2}, A. P. VAS'KIV³

Ukraine, Lviv, ¹SPE "Karat", ²Lviv Polytechnic National University,

³Ivan Franko Lviv National University

E-mail: carat207@i.ua

OBTAINING OF BILATERAL HIGH VOLTAGE EPITAXIAL $p-i-n$ SI STRUCTURES BY LPE METHOD

Silicon $p-i-n$ structures are usually obtained using conventional diffusion method or liquid phase epitaxy (LPE). In both cases, the formation of p - and n -layers occurs in two stages. This technological approach is quite complex. Moreover, when forming bilateral high-voltage epitaxial layers, their parameters significantly deteriorate as a result of prolonged heat treatment of active high-resistivity layer. Besides, when using diffusion method, it is impossible to provide good reproducibility of the process. In this paper a technique of growing bilateral high-voltage silicon $p-i-n$ structures by LPE in a single process is proposed. The authors have obtained the optimum compounds of silicon-undersaturated molten solutions for highly doped ($5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) contact layers: 0.4–0.8 at. % aluminum in gallium melt for growing p -Si layers and 0.03–0.15 at. % ytterbium in tin melt for n -Si layers. Parameters of such structures provide for manufacturing of high-voltage diodes on their basis. Such diodes can be used in navigational equipment, communication systems for household and special purposes, on-board power supply systems, radar systems, medical equipment, etc.

Key words: epitaxial layer, liquid-phase epitaxy, rare-earth element, doping.

REFERENCES

1. Kharlamov R.V. *Razrabotka tekhnologii proizvodstva kremnievykh epitaksial'nykh struktur dlya silovykh priborov*. Diss. kand. tekhn. nauk [Development of production technology of silicon epitaxial structures for power devices. Ph.D. tech. diss.] Moscow, 2000. 166 p. (in Russian)
2. Skorobogatov L.A., Zubritskiy S.M., Petrov A.L., Semenov A.L. *Tekhnologii materialov dlya mikro- i nanoelektroniki* [Materials technology for micro- and nanoelectronics]. Irkutsk State University, 2009. 83 p. (in Russian)
3. Ufimtsev V.B., Achkurin R.Kh. *Fiziko-khimicheskie osnovy zhidkofaznoi epitaksii* [Physico-chemical principles of liquid-phase epitaxy]. Moscow, Metallurgiya, 1983. (in Russian)
4. Gorelenok A. T., Kamanin A. V., Shmidt N. M. Rare-earth elements in the technology of III–V compounds and

devices based on these compounds. *Semiconductors*, 2003, vol. 37, iss. 8, pp. 894-914. DOI: 10.1134/1.1601656

5. Vakiv M.M., Krukovsky S.I., Tymchyshyn V.R. [Low-temperature liquid-phase epitaxy of p -Si layers in composition of $p-i-n$ Si high-voltage structures] *Visnik Natsional'nogo universitetu "Lviv's'ka Politekhnik"*, Ser. "Elektronika", 2011, no. 708, pp. 50-54. (in Ukraine)

6. Korolev M.A., Krasnyukov A.Yu., Polomoshnov S.A. *Sovremennye problemy tekhnologii nanoelektroniki* [Modern problems of nanoelectronics technology] Moscow, MIET, 2011. 100 p. (in Russian)

7. Vakiv M.M., Krukovsky S.I., Tymchyshyn V.R. *Grafitova kasetta dlya otrimannya dvostoronnikh epitaksiinikh struktur* [Graphite cassette for obtaining bilateral epitaxial structures]. Pat. of Ukraine no. 73670, 2012. (in Ukraine)

НОВЫЕ КНИГИ

НОВЫЕ КНИГИ

Берлин Е. В., Сейдман Л. А. Получение тонких пленок реактивным магнетронным распылением.— Москва: Техносфера, 2014.

Книга представляет собой подробное справочное руководство по физическим основам, технологическим особенностям и практическому применению процесса реактивного магнетронного нанесения тонких пленок сложного состава. Подробно описаны физические процессы, протекающие во время реактивного магнетронного нанесения, технологические особенности магнетронного нанесения. Особое внимание уделено способам управления процессами нанесения пленок, обеспечивающим стабильность и воспроизводимость как самого процесса, так и свойств получаемых пленок. Рассмотрены модификации процесса нанесения, различающиеся используемыми источниками питания: постоянного тока, среднечастотных импульсов, импульсов большой мощности и высокочастотные. Даны практические рекомендации по освоению известных и разработке новых процессов получения пленок сложного состава методом реактивного магнетронного распыления.



К статье «Получение двухсторонних высоковольтных эпитаксиальных кремниевых $p-i-n$ -структур методом ЖФЭ»

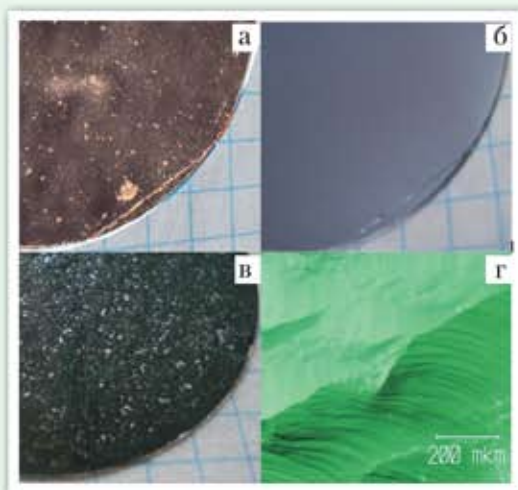


Рис. 2. Макроморфология ($a-b$) и микроморфология (c) поверхности p -Si-слоев, кристаллизованных в интервалах температуры $740-650^{\circ}\text{C}$ из расплава Ga при различном содержании в нем алюминия (в ат. %):
 $a - 0,25$; $b, c - 0,76$; $d - 1,25$

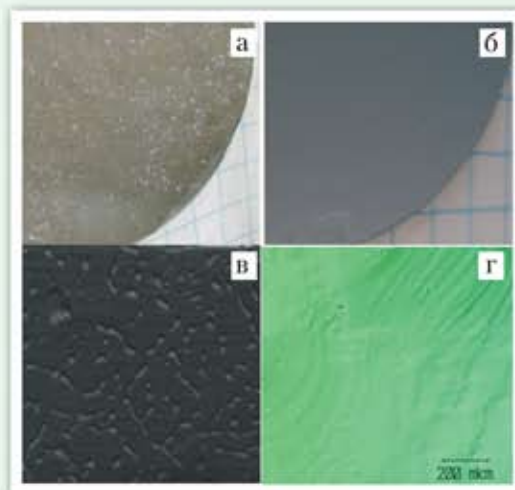


Рис. 4. Макроморфология ($a-b$) и микроморфология (c) поверхности n -Si-слоев, кристаллизованных в интервале температуры $850-750^{\circ}\text{C}$ из расплава Sn, легированного сурьмой (8,5 ат. %), при различном содержании иттербия (в ат. %):
 $a - 0$; $b, c - 0,07$; $d - 0,18$

К статье
 «Subsurface and through-wall SAR imaging techniques for ground penetrating radar»

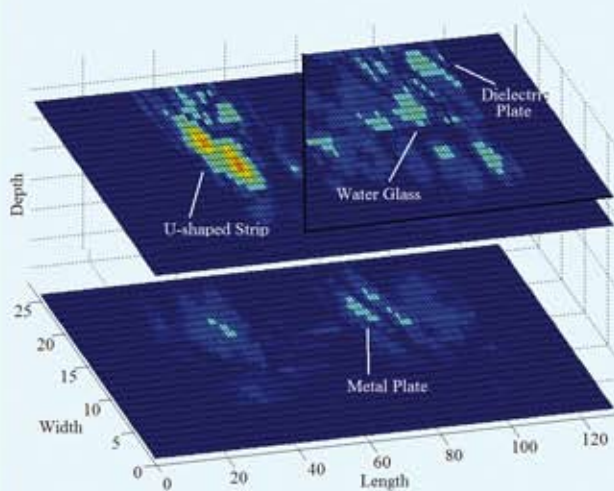


Fig. 6. SAR images for four buried objects

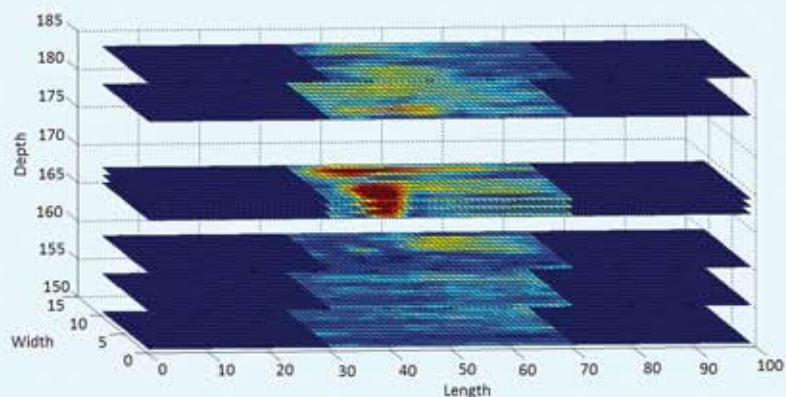


Fig. 8. C-scan slices of TWI SAR images

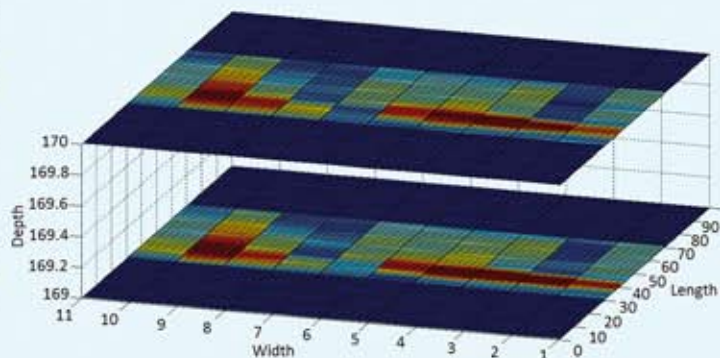


Fig. 9. Slices for the head and the trunk of model