### КАССЕТА ДЛЯ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ В ГОРИЗОНТАЛЬНОМ РЕАКТОРЕ

# Ш.О.ЭМИНОВ, Э.К.ГУСЕЙНОВ, А.А.РАДЖАБЛИ,Т.И.ИБРАГИМОВ, Э.А.МАМЕДОВА, Р.И.МУХТАРОВА

Институт Физики НАН Азербайджана, AZ 1143, г. Баку, ул. Г.Джавида, 33

Представлено описание усовершенствованной графитовой раздвижной кассеты для жидкофазной эпитаксии. Кассета обеспечивает полное удаление остатков раствора-расплава с поверхности эпитаксиального слоя за счет прецизионного контроля зазора между поверхностью слоя и кромки нижней поверхности статора кассеты. Высота зазора измеряется с помощью газового ротаметра путем измерения потока газа, пропускаемого через зазор. Проведено сравнение качества поверхности слоев, выращенных с помощью новой кассеты со слоями, полученными в обычной кассете.

Жидкофазовая эпитаксия (ЖФЭ) - один из основных современных методов получения эпитаксиальных структур, который наряду с молекулярно-пучковой и газофазной эпитаксией широко используется в промышленном производстве опотоэлектронных приборов [1]. В процессе ЖФЭ эпитаксиальный слой осаждается на подложку при осуществлении контакта ростового раствора-расплава с подложкой. Одним из конструктивных решений задачи по обеспечению контакта подложки и раствора в системах для ЖФЭ является раздвижная горизонтальная кассета [2-4]. Обычная графитовая кассета для ЖФЭ (Рис.1) состоит из



неподвижной базовой части (статор) с несколькими колодцами для растворарасплава и подвижной (слайдер) части с ячейками для подложек.

**Рис 1.** Общий вид обычной кассеты для ЖФЭ.

Процесс роста слоя начинается подведением подложки под один из колодцев с расплавом-раствором путем сдвига слайдера расположенной на нем подложкой относительно неподвижной части кассеты. Прекращение роста слоя происходит посредством обратного сдвига слайдера кассеты. При этом раствор-расплав стирается с поверхности эпитаксиального слоя внутренней стенкой перемычки между колодцами. Обычно на поверхности эпитаксиального слоя по окончании процесса роста остаются капли раствора, которые при охлаждении образуют дефектные трудноудаляемые наросты на поверхности эпитаксиального слоя (Рис.4а). Формирование капель на поверхности связано со следующим. В последний момент выхода подложки из под области перемычки между колодцами некоторое остаточное количество жидкого раствора, захваченное в зазоре между нижней поверхностью платформы и поверхностью эпитаксиального слоя, затягивается на поверхность подложки силами смачивания, т.е. силами межмолекулярного взаимодействия молекул раствора и поверхности, в итоге чего формируется капля. Размеры этой капли определяются размерами величины этого зазора и в случае если ширина зазора меньше 50мкм захвата раствора в зазоре, то последующего образования капель на поверхности подложки обычно не происходит. Обычно величину зазора регулируют посредством подкладывания под подложку тонких пластин из графита, толщина которых

зависит от толщины подложки и заданной толщины эпитаксиального слоя. Однако такое регулирование довольно затруднительно, поскольку толщина подложек меняется от опыта к опыту с разбросом не менее  $\pm 50$  мкм. Поэтому, для того чтобы для каждой подложки подобрать графитовую пластину подходящей толщины, необходимо иметь широкий набор пластин разной толщины с шагом не более 25мкм. Поверхность подложки перед установкой в слайдер и вводом в реактор для проведения эпитаксиального процесса тщательно очищается от органических и неорганических загрязнений и травится в соответствующих травителях для удаления нарушенного слоя, остающегося после процесса полирования, а также для восстановления слоя окисла на поверхности. Обычно окисный слой на поверхности подложки вновь образуется в течение нескольких минут после извлечения подложки из травителя и последующей мойки в воде и сушки. Поэтому введение подложки в реактор с восстанавливающей (водородной) средой необходимо производить в кратчайшие сроки после травления. Таким образом, необходимость проведения операции замера толщины подложек и последующей операции подбора подкладочной пластины под подложку, наряду с риском внесения загрязнений на поверхность и окисления подложки, приводит к усложнению технологического процесса.

В данной работе описано разработанное нами устройство для жидкофазной эпитаксии с регулированием зазора между нижней поверхностью и поверхностью эпитаксиального слоя, а также методика измерения величины этого зазора. На Рис.2 показана конструкция устройства для ЖФЭ. Устройство состоит из неподвижной базовой части 1 с несколькими колодцами 2 для раствора-расплава 3, слайдера 4 с ячейкой 5 для подложек 6, в которой размещена графитовая платформа 7 с выступом 8, введенным в отверстие 9, выполненное на дне ячейки 5, и имеющим полость 10. В эту полость через резьбовое отверстие 11 в стальной пластине 12, закрепленной к внешней поверхности слайдера посредством винтов 13, введенных в дно ячейки для подложки, введен винт 14 с микрометрической резьбой. В оконечности базовой части устройства изготовлено сквозное отверстие 15 для замера величины потока газа. На этапе настройки заданной ширины щели зазора 16 между поверхностью подложки 5 и нижней поверхностью базовой части 1 необходимо использование вспомогательной системы подачи газа и измерения величины его потока. Эта система состоит из баллона со сжатым инертным газом 17, ротаметра 18 с измерительным шариком 19, газопроводного шланга 20, в конце которого расположена гибкая трубка 21 с калиброванным внутренним сечением.

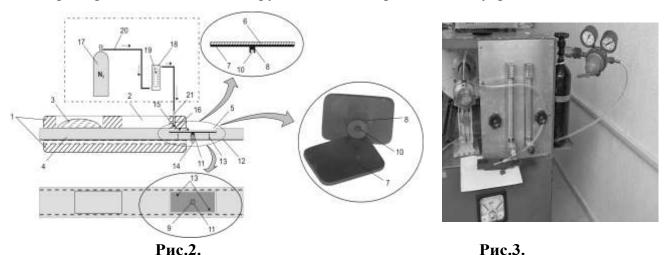


Схема устройства для ЖФЭ.

Общий вид стенда для настройки кассеты, совмещенного с установкой для ЖФЭ.

## Ш.О.ЭМИНОВ, Э.К.ГУСЕЙНОВ, А.А.РАДЖАБЛИ,Т.И.ИБРАГИМОВ, Э.А.МАМЕДОВА, Р.И.МУХТАРОВА

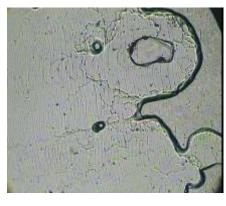
Установка заданной высоты зазора производится посредством вращения головки винта 14. Конец винта, упирающийся в потолок полости выступа графитовой платформы, при своем поступательном движении относительно резьбового отверстия будет перемещать подложку, установленную на платформе, до нужной высоты. Измерение высоты зазора осуществляется посредством измерения величины потока газа, пропускаемого через щель между поверхностью подложки и нижней поверхностью неподвижной части кассеты. Для этого в момент настройки величины зазора в сквозное отверстие в оконечности неподвижной части кассеты вводится трубка с калиброванным отверстием, которая соединена с измерения потока газа (ротаметром), и посредством пропускается очищенный инертный газ или азот из газового баллона. Соотношение между высотой зазора и потоком газа, протекающего через зазор, выводится следующим образом. Площадь сечения щели между поверхностью подложки и нижней поверхностью кассеты определяется формулой  $S_0 = h \cdot l$  где h -высота зазора, а *l*- длина (поперечный размер ячейки) подложки. Максимум потока газа, газопроводную линию при постоянном протекающего через определяется величиной диаметра ее самого узкого участка. Площадь сечения самого узкого (калибровочного) участка газопроводной линии с внутренним диаметром D определяется как  $S_k = \frac{\pi D^2}{4}$ . При постоянном давлении газа максимум потока газа, протекающего через это отверстие, будет достигаться при условии  $S_0 \geq S_k$  , т.е.  $\pi D^2/4 \geq h_m l$  . Соответственно высота зазора  $h_m$  , при которой поток достигает максимального значения, определяется выражением  $h_{m} = \pi D^{2}/4l$  (1). Наряду с этим зазором существуют и другие каналы истечения газа из кассеты, однако эти потоки можно считать постоянными и не зависящими от изменения высоты зазора. C перемещением подложки ширина зазора h изменяется. Соответственно будет уменьшаться и величина потока газа, проходящего через зазор. Поэтому измерительный шарик ротаметра будет менять положение на Величина этого потока определяется по высоте измерительного шарика 19 на шкале ротаметра 18. На первом этапе настройки величины зазора винт выкручивается из полости 10 для того, чтобы обеспечить максимальную величину зазора при данной толщине подложки и соответственно максимальную величину потока газа.

Расчет по формуле (1) показывает, что, например, при диаметре калибровочного отверстия D=2мм и длине поперечного сечения подложки l=20мм величина потока газа достигает максимума при h>158мкм. Для установления величины высоты щели равной  $h_0\approx 50$  мкм необходимо сначала определить величину максимального потока газа, а затем поднимать платформу с подложкой до тех пор, пока шарик ротаметра не опустится на высоту, в 3 раза меньшую ( $h_m/h_0=158/50\approx 3$ ) высоты  $h_m$  его исходного (максимального) положения. Для установления ширины щели в 25мкм необходимо добиться 6-кратного уменьшения высоты шарика ротаметра и т.д.

Устройство для ЖФЭ было использовано нами при выращивании эпитаксиальных слоев р-типа проводимости и р-п переходов из InSb в среде водорода на горизонтальной установке для ЖФЭ. Стенд для настройки кассеты, совмещенный с установкой для ЖФЭ, показан на Рис.3. В стенде используются ротаметр и газовый баллон с азотом, которые входят в комплект стандартной установки для ЖФЭ. В качестве подложек были использованы пластины из InSb, легированные Те  $(n\sim10^{15} \div 10^{16} \text{cm}^{-3})$  [4,5]. Раствор-расплав составлялся из In и Sb, а

#### КАССЕТА ДЛЯ ЖИДКОФАЗНОЙ ЭПИТАКСИИ В ГОРИЗОНТАЛЬНОМ РЕАКТОРЕ

в качестве легирующей примеси использовался Cd. Заданная толщина выращиваемого эпитаксиального слоя была ~15мкм, поэтому кассета была настроена таким образом, чтобы исходный зазор имел высоту 60мкм, с тем чтобы после роста слоя окончательная высота зазора оказалась меньше 50мкм. На Рис.4а представлено изображение поверхности эпитаксиального слоя (ЭС), выращенного с использованием обычной кассеты, а на Рис.4b - поверхность слоя, выращенного в усовершенствованной кассете.



a



h

Рис.4.

Микрофотография поверхности эпитаксиальных слоев: a) ЭС, выращенный в обычной кассете; b) ЭС, выращенный в усовершенствованной кассете (увеличение X100).

На поверхности слоя, показанного Рис. 4а, видны остатки раствора-расплава, присущие эпитаксиальным слоям, выращиваемым в обычной кассете. В то же время на поверхности, полученной с помощью новой кассеты (Рис.4b), капли раствора не остаются. Таким образом, устройство для ЖФЭ позволяет улучшить качество поверхности слоев и упростить методику их получения. Улучшение качества поверхности слоев достигается за счет того, что высота зазора между поверхностью подложки и нижней поверхностью статора кассеты с высокой точностью доводится до значения, меньшего 50мкм, поэтому капля раствора полностью удаляется с поверхности эпитаксиального слоя при сдвиге слайдера. Технология получения слоев упрощается из-за того, что независимо от толщины подложки величина зазора регулируется только посредством вращения винта, причем высота зазора определяется с высокой точностью посредством измерения величины потока газа. Поэтому исключается необходимость операции замера толщины подложки после травления и операции подбора графитовых пластин, подкладываемых под подложку. За счет этого ускоряется ввод подложки вовнутрь реактора для эпитаксии с потоком водорода, и тем самым сокращается время экспозиции поверхности пластины в атмосфере воздуха, поэтому уменьшается степень ее окисления и загрязнения частицами пыли.

- 1. P.Capper, M.Mauk, Liquid Phase Epitaxy of Electronics, Optical and Optoelectronic Materials, London, (2007).
- 2. M.G.Astles, N.Shaw, Semicond.Sci.Technol, 8 (1993) 211.
- 3. R.J.Hager, A.Wood, US, Patent No.4592304 (1986).
- 4. R. J.Hager, US Patent No. 4706604 (1987).
- 5. Ш.О.Эминов, Э.К.Гусейнов, А.А.Раджабли, Э.А.Мамедова, *Fizika*, **XIV** №3 (2008) 101.

### Ш.О.ЭМИНОВ, Э.К.ГУСЕЙНОВ, А.А.РАДЖАБЛИ,Т.И.ИБРАГИМОВ, Э.А.МАМЕДОВА, Р.И.МУХТАРОВА

#### ÜFÜQİ REAKTORDA MAYE FAZALI EPİTAKSİYA ÜÇÜN KASSET

### Ş.O.EMİNOV, E.K.HÜSEYNOV, Ə.Ə.RƏCƏBLİ, T.İ.İBRAHİMOV, E.A.MƏMMƏDOVA, R.İ.MUXTAROVA

Maye fazadan epitaksiya üçün təkmilləşdirilmiş grafit siyirməli kassetin təsnifatı verilmişdir. Qurğunun konstruksiyası altlığın kassetin içində şaquli istiqamətdə hərəkət etməsinə və təbəqənin səthi ilə kassetin statoru arasındakı aralığın dəqiq tənzimlənməsinə imkan verir. Bunun hesabına maye məhlul qalıqlarının epitaksial təbəgənin səthindən tamamilə təmizlənməsi təmin olunur. Aralığın hündürlüyü ondan buraxılan qaz selinin rotametrlə ölçülməsi yolu ilə təyin edilir.Yeni və adi kassetlərdə alınmış təbəqələrin səthləri muqaisə edilmişdir.

#### CASSETE FOR LIQUID PHASE EPITAXY IN THE HORIZONTAL REACTOR

### Sh.O.EMINOV, E.K.HUSEYNOV, A.A.RAJABLI, T.I.IBRAGIMOV, E.A.MAMEDOVA, R.I.MUKHTAROVA

The description of the improved graphite slider cassette for LPE growth has been presented. The construction of the cassette has gave the opportunity both to the vertical motion of the substrate into the cassette and precious tuning of the gap between the surface of the grown epitaxial layer and the bottom surface of the cassette's stator. This has provided a complete wipe-off of the solution from the layer's surface. The height of the gap has been defined by means of the gas rotameter by measuring the gas flow, passing through the gap. The comparison of the quality of the layers' surface grown by means of both the new and the conventional cassettes has been provided.

Редактор: И.Нуриев