

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

Козлов Роман Юрьевич

РАЗРАБОТКА ОСНОВ КОМПЛЕКСНОЙ ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННОЙ  
ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИРОВАННЫХ ПЛАСТИН АНТИМОНИДА  
ИНДИЯ ДИАМЕТРОМ ДО 100ММ 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

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### 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.

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.

Наряду с уникальными электрофизическими свойствами (шириной запрещенной зоны  $E_g = 0,17$  эВ (300 К) и подвижностью носителей заряда электронов до  $1,1 \cdot 10^6$  см<sup>2</sup>/(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.

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 антимионда индия диаметрами 76,2 мм и 100 мм. Для обеспечения существующего спроса возникает интерес к исследованию тепловых и динамических условий выращивания монокристаллов антимионда индия указанных диаметров большего размера с сохранением их структурного совершенства и электрофизических параметров.

Важность аналогичных разработок наблюдается и за рубежом. Решение аналогичной задачи по выращиванию монокристаллов антимионда индия диаметром 100 мм может проводиться путем оптимизации тепловых условий и режимных параметров для получения монокристаллов с плотностью дислокаций не более  $100 \text{ см}^{-2}$ . 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.

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

**Задачи исследования:**

1) Провести анализ современного состояния технологий выращивания монокристаллов антимионда 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 антимионда индия диаметром 100 мм, проанализировать результаты моделирования и разработать установку выращивания монокристаллов антимионда индия;

3) Разработать технологию выращивания монокристаллов антимионда индия с кристаллографической ориентацией (100) диаметром 100 мм со следующими характеристиками: плотностью дислокаций не более  $100 \text{ см}^{-2}$ ; 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 антимионда 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**

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  $100 \text{ см}^{-2}$ ; 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 76,2 мм 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  $100 \text{ см}^{-2}$ ; 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 «О<sub>1</sub>» на комплексную технологию выращивания монокристаллов и получения полированных пластин антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм.

### **Методология и методы исследования**

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 отмытки 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  $100 \text{ см}^{-2}$ , 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  $3 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$ .

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 (АСМ) и с основные геометрические параметры:  $\text{TTV} \leq 4 \text{ мкм}$ ,  $\text{BOW} \leq 5 \text{ мкм}$ ,  $\text{WARP} \leq 7 \text{ мкм}$  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.

#### **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 страниц машинописного текста, включая 55 рисунков, 25 таблиц, список использованных источников из 127 наименований.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** приводится обоснование актуальности и обозначен круг решаемых проблем, имеющих при увеличении диаметра монокристаллов антимонида индия, а также обоснована актуальность исследований механических и химико-механических операций, необходимых для разработки комплексной опытно-промышленной технологии от выращивания монокристаллов до получения полированных пластин антимонида индия увеличенного диаметра до 100 мм, сформулированы цели и задачи работы, представлена научная новизна, практическая значимость и основные положения выносимые на защиту.

**В первой главе** представлен аналитический обзор отечественных и мировых тенденций развития технологий выращивания монокристаллов антимонида индия, а также технологий последующих механических и химико-механических операций для получения готовых полированных пластин, которые на сегодняшний день являются товарной продукцией, востребованной на рынке. Обобщив имеющуюся в открытом доступе информацию, была дана оценка использования данных технологий и проведен сравнительный анализ с существующей в АО «Гиредмет» технологией выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм. Рассмотрен использованный в работе модифицированный метод Чохральского, приведены основные преимущества данного метода. Представлена базовая информация по полному технологическому маршруту производства полированных пластин антимонида индия, которую используют зарубежные фирмы - изготовители подложек.

В Российской Федерации на сегодняшний день отсутствует комплексное производство от выращивания монокристаллов антимонида индия до получения полированных пластин на его основе. Основными фирмами, производящими антимонид индия на мировом рынке, в настоящее время являются Galaxy Compound Semiconductors, Inc.(США), MTI Corporation (США), Wafer Technology Ltd. (Великобритания), РАМ-Хиамен. (Китай), все указанные компании обладают комплексной технологией от выращивания монокристаллов до получения полированных пластин. Получение монокристаллов в 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 полупроводниковых соединений группы  $A^{III}B^V$ .

Модифицированный метод Чохральского, разработанный в АО «Гиредмет», является оригинальным и используется в настоящее время. Его особенность заключается в ликвидации трудоемких, энергоемких технологических операций синтеза с последующей многократной зонной плавкой и замене их на совмещенный процесс синтеза и выращивания монокристалла.

Важную роль играет чистота исходных материалов, которая должна быть не ниже 99,9999%. Монокристаллы антимонида индия с требуемыми свойствами получают в двухстадийном процессе:

первая стадия - синтез исходных компонентов индия и сурьмы, вторая стадия – выращивание нелегированных или легированных монокристаллов. Кроме того, неотъемлемой частью процесса выращивания монокристаллов является посткристаллизационный отжиг, проводимый непосредственно в установке, режим которого подбирается экспериментально в зависимости от диаметра.

Проведен анализ литературных данных по каждой операции изготовления полупроводниковых пластин. На основе проведенного анализа выбраны наиболее целесообразные методы обработки, которые способны обеспечить разработку комплексной технологии производства конечного продукта в виде полированных пластин с качеством пригодным для изготовления оптоэлектронных приборов.

В настоящее время изготовление полированных пластин полупроводниковых соединений группы  $A^{III}B^V$  из выращенных и обработанных (калибровка до требуемого диаметра, нанесение ориентационных срезов) монокристаллических слитков, в том числе антимонида индия, производится по технологической схеме, которая в общем виде включает следующие основные этапы: резание монокристалла; обработка боковой поверхности резаных пластин; шлифование резаных пластин; травление пластин; полирование пластин; отмывка полированных пластин.

Анализ литературных данных по способам резания полупроводниковых слитков свидетельствует о том, что наиболее целесообразным способом разделения хрупких и одновременно мягких полупроводниковых соединений является многопроволочная резка с использованием свободного абразива. Она обеспечивает наиболее щадящий режим резания и минимальную глубину деформации на поверхности пластины, а также одинаковую приложенную нагрузку на обе стороны пластины во время процесса. Кроме того, достигается существенное снижение потерь материала во время резания и обеспечивается возможность значительного снижения минимальной толщины резаных пластин.

Литературные данные по обработке боковой поверхности пластин (нанесение фаски) свидетельствуют о том, что данная операция проводится на резанной пластине с диаметром, соответствующим SEMI стандарту (50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм). Эта операция проводится с целью исключения повреждений пластины за счет сколов материала в области повышенных концентраций механических напряжений, а ее форма учитывает особенности последующего нанесения эпитаксиального слоя. При этом механические напряжения в данном случае снижаются только в областях соединения боковой поверхности и плоскости поверхности пластины (по ребру). В связи с этим актуально изучить и проработать вопрос конечного докалибрования пластины в заданный диаметр (50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм) на этапе нанесения фаски, что может привести к дополнительному снижению механических напряжений на боковой поверхности и снижению вероятности сколов на технологической операции шлифования.

Анализ литературных данных по способам шлифования пластин свидетельствует о том, что, для хрупких и одновременно мягких полупроводниковых соединений наибольшее распространение получило шлифование свободным абразивом (притирка). Шлифование

свободным абразивом обеспечивает деформированный (нарушенный) слой равномерной толщины по всей площади пластины, а также минимальное количество царапин и сколов при высокой производительности процесса. Очевидно, что для достижения требуемых основных геометрических параметров (TTV, BOW, Warp), а также высокой планарности поверхности целесообразно проводить двухстороннюю обработку, которая обеспечивает равномерную нагрузку на обе стороны пластины, что естественным образом компенсирует вносимые напряжения на лицевой и обратной сторонах, а также исключает необходимость использования адгезивных составов, применяемых для закрепления пластин при одностороннем шлифовании. Для снятия механически деформированного слоя после шлифования обычно проводится анизотропное травление полупроводниковых пластин, чтобы обеспечить кинетику химических процессов на поверхности в ходе дальнейшего химико-механического полирования пластин.

Полирование пластин обеспечивает удаление механических напряжений в материале и достижение атомно-гладкой шероховатости поверхности до значений Ra на уровне 0,5 нм (АСМ) при максимально возможном сохранении достигнутых геометрических параметров пластины (TTV, BOW, Warp) после предыдущих этапов обработки.

На основе литературных данных выделены наиболее распространённые способы полирования пластин различных полупроводниковых материалов и соединений: механическая полировка; химическая (химико-динамическая, электрохимическая полировка, сухое травление) полировка; химико-механическая полировка (ХМП) (с абразивом или без абразива).

ХМП является основным промышленным способом обработки полупроводниковых пластин, включая пластины соединений группы  $A^{III}B^V$ . Сущность химико-механической полировки заключается в переводе обрабатываемого материала в иную химическую форму – преимущественно оксидную и гидроксидную – и последующее механическое удаление этих соединений. Для полупроводниковых соединений группы  $A^{III}B^V$  разрабатываются оригинальные полировальные составы, которые различаются для конкретных соединений и кристаллографических ориентаций. Анализ литературных данных свидетельствует о необходимости экспериментального опробования составов для InSb и актуальности разработки собственного оригинального состава для производства полированных пластин антимонида индия в кристаллографической ориентации (100) необходимого качества.

Кроме того, для сохранения основных геометрических параметров (TTV, BOW, Warp) после процесса шлифования, целесообразно проводить двухстороннее полирование, которое не требует адгезивных составов для закрепления пластин при одностороннем полировании и таким образом значительно облегчает последующие процессы очистки и отмывки.

Анализ литературы по проблеме очистки и отмывки полированных пластин показывает, что эти операции являются комплексными и требуют разработки многоэтапной технологии. Качество отмывки определяет возможность дальнейшего применения пластин в качестве подложечного материала для эпитаксиального выращивания структур.

**Вторая глава** содержит описание методов исследований образцов и методик выходного контроля продукции, полученной в результате использования оригинальной комплексной опытно-промышленной технологии, разработанной в рамках данной диссертации.

**Третья глава** посвящена экспериментальной части, в которой приведена информация о разработке технологии выращивания монокристаллов антимонида индия увеличенного диаметра (100 мм) и технологии изготовления полированных пластин.

### ***Выращивание монокристаллов***

Представлены данные по математическому моделированию тепловых условий выращивания монокристаллов антимонида индия увеличенного диаметра и результаты его анализа. Данные результаты были применены при разработке и изготовлении большегрузной установки выращивания, а также разработке и изготовлении конструкции графитового теплового узла для выращивания крупногабаритных монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

На основе проведенного анализа, имеющихся в лаборатории установок выращивания монокристаллов антимонида индия диаметром 50,8 мм разработаны основные научно-технические положения и техническое задание для АО «ЭЗАН» на изготовление большегрузной установки выращивания монокристаллов диаметром не менее 100 мм с автоматическим поддержанием диаметра и компьютерным управлением. Ростовая установка обеспечивает возможность получения монокристаллов антимонида индия (с возможностью легирования добавками других элементов) диаметром до 150 мм и массой до 12 кг. В соответствии с установленным ранее отношением диаметра растущего кристалла к диаметру свободной поверхности расплава (диаметр рабочего тигля), равным от 0,5 до 0,7, увеличены размеры теплового узла (графитового нагревателя) до (150 – 200) мм, а также объем ростовой камеры.

Оборудование состоит из следующих функциональных узлов: 1) Модуль ростовой (камера для выращивания монокристаллов); 2) Вакуумная система; 3) Система напуска и отводов газов; 4) Система водяного охлаждения; 5) Система автоматизированного управления.

На рисунке 1 представлен внешний вид нового оборудования, изготовленного АО «ЭЗАН» по техническому заданию АО «Гиредмет» для изготовления монокристаллов антимонида индия увеличенного диаметра до 150 мм.

Стоит отметить, что основной составляющей установки выращивания монокристаллов модифицированным методом Чохральского является тепловой узел в целом, который состоит из нагревательных элементов, 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 наиболее эффективно может быть решена на основе математического моделирования процессов резистивного нагрева, теплопередачи в твердом теле, радиационного теплообмена в рабочей камере ростовой установки.



Рисунок 1 – Внешний вид нового оборудования по выращиванию монокристаллов антимонида индия увеличенного диаметра

Исходной задачей является определение распределения теплового поля, создаваемого нагревателями и тепловыделение элементов теплового узла. На втором этапе совместно решаются задачи теплопереноса и распределения температуры в рабочей камере ростовой установки.

Конструкция теплового узла для выращивания монокристаллов антимонида индия модифицированным методом Чохральского обладает выраженной осевой симметрией цилиндрической камеры установки, основных элементов экранировки теплового узла и тигля.

Показано, что в донной части нагревателя наблюдается область локального перегрева, температура в которой достигает значений более 600 °С. Уменьшение области локального перегрева донной части нагревателя и создание более равномерного нагрева тигля может достигаться путем увеличения сечения токоподводящей опоры.

Распределение температуры в тепловом узле, конструкция которого описана выше, представлено на рисунке 2. Максимальная температура достигается на нагревателе, в его донной части, как было описано выше. Температура внешних стенок графитовых цилиндрических экранов составляет от 300 до 400 °С.

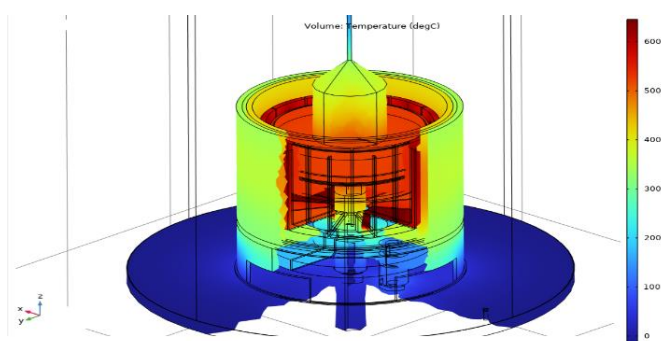


Рисунок 2 – Распределение температуры в тепловом узле для выращивания монокристаллов InSb способом Чохральского

Таким образом, при выращивании крупногабаритных монокристаллов антимонида индия (диаметром 100 мм) используется тепловой узел с донно-боковым нагревом.

На рисунке 3 наглядно показано сечение расчетных значений температурных полей, создаваемых в тепловом узле в процессе выращивания монокристаллов антимонида индия.

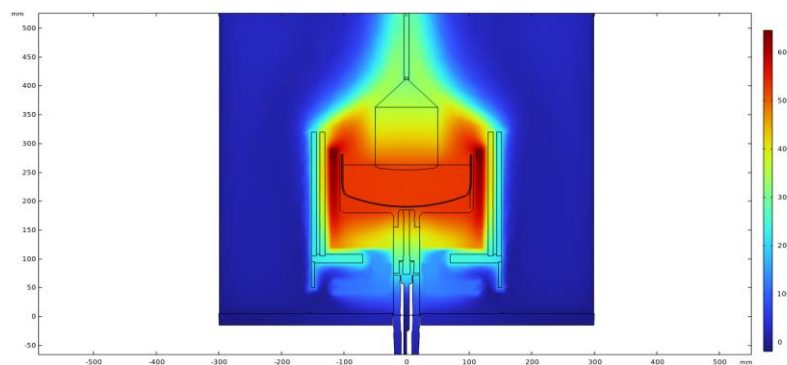


Рисунок 3 – Сечение расчетных значений температурных полей, создаваемых в тепловом узле

Изотермический контур вблизи фронта 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.

Произведена сборка и наладка новой установки для выращивания крупногабаритных монокристаллов антимонида индия. Отработаны режимы выращивания монокристаллов антимонида индия в кристаллографическом направлении [100] диаметром 100 мм. Для устойчивого роста монокристаллов температура нагревателя изменяется от 550 до 650 °С, угол разрачивания верхнего конуса ориентировочно составляет 90°, оптимальная скорость вытягивания от 14 до 18 мм/час. Выращена серия монокристаллов антимонида индия диаметром 100 мм.

На рисунке 4 представлен внешний вид монокристаллов антимонида индия диаметром более 100 мм.

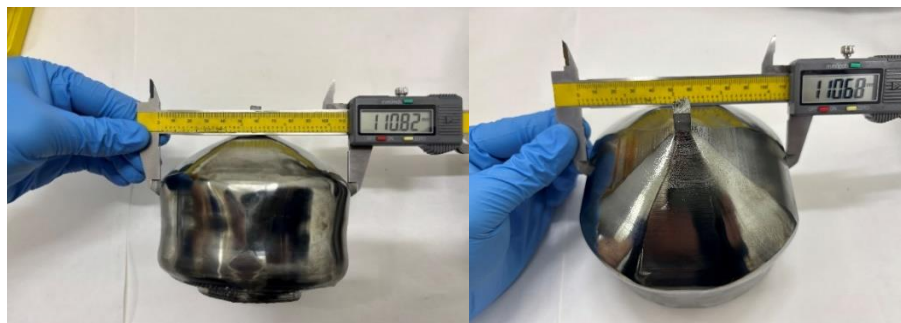


Рисунок 4 – Монокристалл InSb диаметром более 100 мм

Методом оптической микроскопии исследованы структурные особенности полученных монокристаллов. Установлено, что плотность дислокаций в них составляет менее  $10^2 \text{ см}^{-2}$  и не превышает ее значений в монокристаллах диаметром 50,8 мм и 76,2 мм.

Методом Ван дер Пауэ измерены электрофизические параметры монокристаллов. Концентрация электронов в них находится в диапазоне от  $9 \cdot 10^{13}$  до  $7,5 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$  при 77 К, а подвижность электронов составляет от  $5,3 \cdot 10^5$  до  $3,4 \cdot 10^5 \text{ см}^2/\text{В} \cdot \text{с}$  при 77 К, что соответствует стандартным параметрам в нелегированных монокристаллах антимонида индия диаметром 50,8 мм.

Для улучшения механических свойств полученных монокристаллов диаметром 100 мм в ходе проведенных исследований был экспериментально подобран режим посткристаллизационного

отжига. На рисунке 5 приведены режимы отжига для монокристаллов диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм.

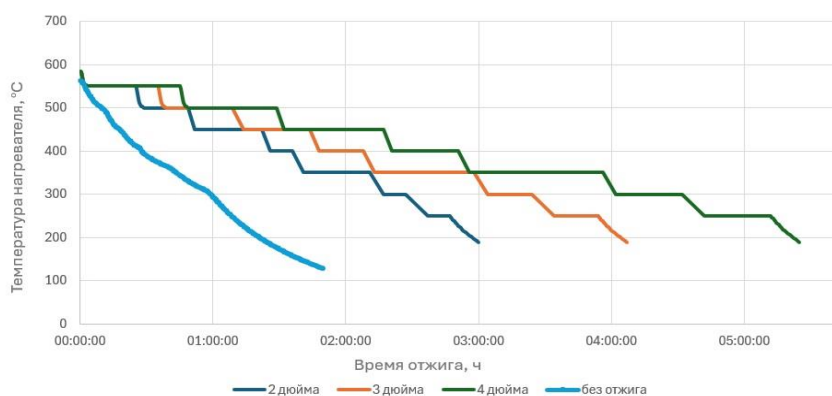


Рисунок 5 – Режимы посткристаллизационного отжига для монокристаллов антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм

Из рисунка 5 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.

#### ***Изготовление полированных пластин***

Комплексная опытно-промышленная технология получения полированных пластин антимонида индия с требуемыми параметрами поверхности, состоит из следующих основных механических и химико-механических операций, а именно: калибрование монокристаллов; нанесение базовых срезов; процесс разделения монокристалла на пластины; обработка боковой поверхности резанных пластин (нанесение фаски); двухстороннее шлифование; формирование партии пластин после химического удаления (травления) механически деформированного слоя перед процессами полирования; стадийная двухсторонняя химико-механическая полировка; очистка и отмывка полированных пластин; вакуумная упаковка полированных пластин в инертной атмосфере. Комплексная опытно-промышленная технология включает в себя контроль промежуточных показателей качества пластин после каждой операции.

Полученные полированные пластины должны характеризоваться шероховатостью Ra не более 0,5 нм и основными геометрическими параметрами на уровне:  $TTV \leq 4 \mu\text{м}$ ,  $BOW \leq 5 \mu\text{м}$ ,  $WARP \leq 7 \mu\text{м}$  для диаметра 50,8 мм;  $TTV \leq 4 \mu\text{м}$ ,  $BOW \leq 7 \mu\text{м}$ ,  $WARP \leq 9 \mu\text{м}$  для диаметра 76,2 мм;  $TTV \leq 6 \mu\text{м}$ ,  $BOW \leq 7 \mu\text{м}$ ,  $WARP \leq 11 \mu\text{м}$  для диаметра 100 мм.

В ходе механической обработки боковой поверхности и нанесения ориентационных срезов для антимонида индия возникают так называемые дальнедействующие поля деформации, направленные вглубь монокристалла. Учитывая вышесказанное, экспериментально были установлены ключевые предельно допустимые значения параметров процесса калибрования и нанесения базовых срезов, а именно: параметры удельного давления; тип абразивных частиц; скорость обработки (вращения).

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

**во-первых**, 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); **во-вторых**, в технологическом маршруте процесс калибрования и нанесения базового среза целесообразно выполнять не до номинальных значений диаметра пластины и длин ориентационных срезов, а оставлять припуск для окончательного формирования геометрических параметров по диаметру и длине ориентационных срезов на этапе более щадящей обработки – формирования фаски на резаной пластине при помощи абразивов с меньшим размером зерна.

Для разделения монокристаллического антимонида индия на пластины выбран способ многопроволочной резки. На станке фирмы Takatori модели MWS-45SN процесс резки выполняется в режиме воздействия свободных абразивных частиц в суспензии при их перемещении в зоне реза кристалла. Задачей при организации такого процесса резки кристалла на пластины заключается в экспериментально обоснованном комплексе всех параметров процесса, который обеспечивает выполнение следующих условий процесса резки, а именно, режим щадящего хрупкого разрушения кристалла в зоне резания путем перекачивания абразивных частиц под движущейся проволокой.

Основными параметрами процесса многопроволочной резки монокристалла на пластины являются: размер частиц абразивного материала; соотношение твердого и жидкого компонентов абразивной суспензии; скорость движения проволоки; угол покачивания шпинделя; натяжение проволоки; скорость подачи рабочего стола; расход абразивной суспензии; температура абразивной суспензии; динамическая вязкость абразивной суспензии.

Экспериментально определено следующее соотношение компонентов в суспензии: 6500 г порошка карбида кремния помещается в 10 литрах трансформаторного масла. Установлено, что для обеспечения полного смачивания поверхности каждой частицы абразива необходимо 12 часов непрерывного перемешивания.

В результате экспериментов по резке монокристаллов InSb были выбраны оптимальные параметры процесса: скорость движения проволоки – 250 м/мин (4,16 м/с), а угол покачивания в зоне резки –  $0,5^\circ$  с частотой 250 раз в минуту; температура абразивной суспензии поддерживается в интервале от 26 до 28 °С. Поддержание температуры абразивной суспензии с её перемешиванием выполняется непрерывно, т.е. и в период остановки процесса резки.

Подобранные параметры процесса резки монокристаллов антимонида индия на пластины обеспечивают стабильное ведение процесса. Поверхность пластин имеет шероховатость Ra на уровне от 0,6 до 0,8 мкм. Однако, геометрические параметры резаных пластин, и в первую очередь отклонение по толщине пластины - разнотолщинность (TTV) имеют повышенное значение (примерно 15 мкм). Поэтому для получения товарных полированных пластин с уровнем разнотолщинности не более 6 мкм в технологическом маршруте изготовления пластин требуется

наличие операции двухстороннего шлифования, которая и предназначена для достижения указанного геометрического совершенства пластин.

Резанные пластины тщательно очищаются от шлама и направляются на процесс двухстороннего шлифования. Экспериментально определены ключевые параметры процесса двухстороннего механического шлифования: состав шлифовальной суспензии; давление на пластину; траектория перемещения обрабатываемой пластины.

Было установлено, что для обработки InSb предпочтительно использовать порошок марки FO1200 (Fujimi, Япония). Этот абразив принципиально отличается от традиционно применяемого абразива на основе окиси алюминия и имеет состав, включающий  $Al_2O_3 \geq 45\%$ ,  $ZrO_2 \leq 33\%$ ,  $SiO_2 \leq 20\%$ ,  $TiO_2 \leq 2\%$ ,  $Fe_2O_3 \leq 0,5\%$ . Средний размер зерна частиц абразива составляет (7 – 7,5) мкм, при этом обеспечен узкий диапазон размеров частиц в основной фракции. Перечисленные факторы способны обеспечить отсутствие сколов и царапин на поверхности обрабатываемой пластины и равномерность толщины деформированного слоя, который образуется при шлифовании.

С использованием абразивной суспензии на основе FO1200 проведены эксперименты по исследованию влияния величины давления на скорость обработки InSb при различных скоростях перемещения пластин для обеспечения геометрических параметров пластин – минимальной разнотолщинности TTV (2-3 мкм). Для проведения эксперимента использованы пластины InSb кристаллографической ориентации (100) диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм.

На рисунке 6 представлены графики зависимости скоростей съёма обрабатываемого InSb от рабочего давления.

Результаты проведенного эксперимента свидетельствуют, что с увеличением удельного давления происходит рост скорости обработки материала. Это обусловлено увеличением числа одновременно индентируемых зерен свободного абразива в обрабатываемую поверхность и увеличением глубины их индентирования.

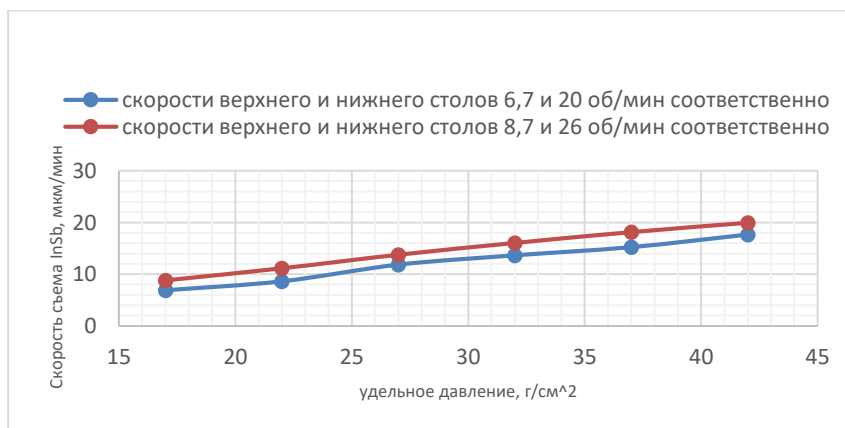


Рисунок 6 – Графики зависимости скоростей съёма обрабатываемого материала от удельного рабочего давления

При визуальном контроле рисок, царапин и других видимых дефектов на пластинах не обнаружено при значениях скорости съёма менее 10 мкм/мин, что соответствует установленным

оптимальным значениям давления в диапазоне от 20 до 25 г/см<sup>2</sup>. Экспериментально определен режим шлифования пластин для диаметров 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм: рабочее давление – 22 г/см<sup>2</sup> скорости верхнего и нижнего шлифовальных столов 6,7 и 20 об/мин, соответственно.

В таблице 1 представлен пример качества поверхности и геометрические параметры для типовой партии шлифованных пластин различных диаметров (50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм).

Таблица 1 – Параметры качества поверхности и геометрические параметры шлифованных пластин InSb

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

Двухстороннее химико-механическое полирование пластин антимонида индия позволяет максимально сохранить достигнутые геометрические параметры после операции шлифования благодаря одновременным процессам обработки лицевой и обратной сторон пластины в ходе химико-механического полирования (ХМП).

В результате проведенных исследований ХМП определено, что скорость съема химически активного антимонида индия при съеме поверхностных слоев (5-10 мкм) со шлифованных пластин технологически приемлема (практически не наблюдается замедления кинетики процесса), следовательно, операция травления пластин между операциями шлифования и полирования является избыточной и может быть исключена из комплексного технологического процесса.

Экспериментально обоснована целесообразность проведения двухстадийного химико-механического полирования (предварительного и финишного полирования). Этап предварительного полирования проводится с целью удаления основной части нарушенного слоя с сохранением планарности поверхностей. Применяемое полировальное полотно типа Suba 600 по своей текстуре обеспечивает выполнение поставленной задачи. На этапе финишного полирования используется принципиально иное полировальное полотно Politec Supreme, которое обеспечивает удаление остаточных деформированных слоев без внесения повреждений в материал.

И на предварительном, и на финишном полировании используется одинаковый состав полировальной суспензии. При этом различается специфика взаимодействия полировальной суспензии и пластин InSb за счет условий режимов процессов обработки. В рамках проведенных исследований разработан и запатентован оригинальный состав полировальной суспензии. Он включает золь, содержащий частицы диоксида кремния, парамолибдат аммония и перекись водорода в качестве окислителей; молочную и винную кислоты в качестве комплексообразователей; сульфаминовую кислоту в качестве стабилизатора pH.

В таблице 2 приведены диапазоны содержания веществ в полировальной суспензии.

Таблица 2 – Полировальные составы для ХМП InSb.

Наименование вещества	Содержание, об.%				
	Пример 1, R <sub>a</sub> – 0,4 нм	Пример 2, R <sub>a</sub> – 0,5 нм	Пример 3, R <sub>a</sub> – 0,4 нм	Пример 4, R <sub>a</sub> – 0,9 нм	Пример 5, R <sub>a</sub> – 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 <sub>2</sub>	5,4	10	5	11,9	5

На рисунке 7 представлены результаты измерения шероховатости R<sub>a</sub> методом атомно-силовой микроскопии на пластине, отполированной с использованием оригинальной запатентованной полирующей суспензии.

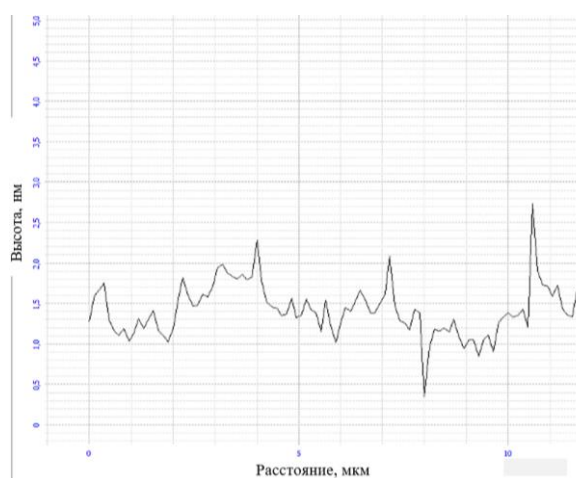


Рисунок 7 – Результаты измерения методом АСМ шероховатости R<sub>a</sub> полированной пластины на базовой длине 10 мкм

Исследование микрошероховатости методом АСМ подтверждает, что разработанный состав полировальной суспензии позволяет устойчиво изготавливать пластины с R<sub>a</sub> менее 0,5 нм. При этом подобраны условия режимов процессов предварительной и финишной обработки. На этапах предварительной и финишной обработки процесс полирования стадийный и включает: набор нагрузки; полирование при выбранной нагрузке; снижение нагрузки; выхаживание пластины; завершение процесса обработки.

Для удаления загрязнений с поверхности после ХМП полированные пластины направляются на операции очистки и отмывки. Сущность очистки состоит в удалении остаточных органических загрязнений, пыли, остатков полировальных волокон, физически сорбированных частиц абразива с полированной поверхности. Для этого опытным путем был определен состав органических растворителей. Полированные пластины очищаются последовательно в изопропиловом спирте, толуоле, азеотропной смеси толуола с изопропиловым спиртом.

Очищенные пластины подвергаются многоступенчатой отмывке на установке UltraT DCSe606. На данной установке пластины подвергаются последовательно следующим операциям:

ультразвуковая отмывка с частотой 44 КГц; мегазвуковая отмывка с частотами 0,98 МГц, 1,65 МГц, 3,45 МГц отмывка; отмывка струей высокого давления (51 атм.); отмывка с применением химического агента типа Valtron. Для снятия привнесенного статического заряда отмытые пластины обрабатываются в потоке деионизованной воды с CO<sub>2</sub>. Затем проводится сушка пластин в струе подогретого воздуха и пластины герметизируются в инертной среде путем двойной упаковки.

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 не более 7 штук на см<sup>2</sup>. На рисунке 8 представлена гистограмма для пластины диаметром 100 мм (площадь пластины 78,5 см<sup>2</sup>). Аналогичные результаты качества отмывки достигнуты для пластин диаметром 76,2 мм и 50,8 мм (площадь 45,6 см<sup>2</sup> и 20 см<sup>2</sup>, соответственно).

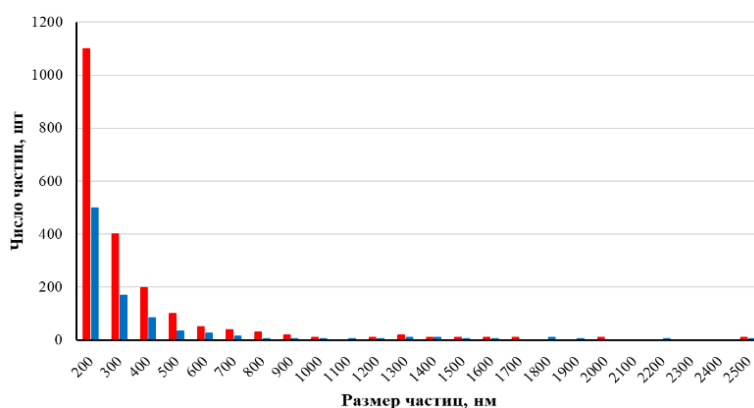


Рисунок 8 – Гистограмма распределения частиц по размерам (нм) до оптимизации (обозначено красным) и после оптимизации операции отмывки (обозначено синим)

Достигнутый уровень очистки и отмывки является достаточным для проведения эпитаксиальных процессов на пластине и последующего изготовления полупроводниковых приборов.

**Четвертая глава** посвящена разработке оригинальной комплексной опытно-промышленной технологии от выращивания монокристаллов до изготовления полированных пластин антимида индия диаметром до 100 мм.

Разработанная оригинальная комплексная опытно-промышленная технология от выращивания монокристаллов до изготовления полированных пластин и их упаковки показан на рисунке 9.



Рисунок 9 – Комплексная опытно-промышленная технология изготовления двухсторонне полированных пластин InSb

Разработанная оригинальная комплексная технология: во-первых охватывает весь спектр технологических операций, начиная от синтеза антимонида индия из исходных реагентов – веществ In и Sb; во-вторых разработан для двухсторонней обработки, такая обработка позволяет изготавливать более совершенные по геометрическим параметрам пластины по сравнению с односторонней обработкой; в третьих, позволяет сократить время обработки, так как уменьшена продолжительность очистки от органических соединений после полировки, поскольку клеевые адгезионные составы не используются; в четвертых, экспериментально установлено, что травление после шлифования не является обязательной операцией, в связи с этим данная технологическая операция исключена из технологического маршрута.

Разработанный технологический маршрут позволил изготовить полированные пластины антимонида индия (100) диаметром 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм (рисунок 10).

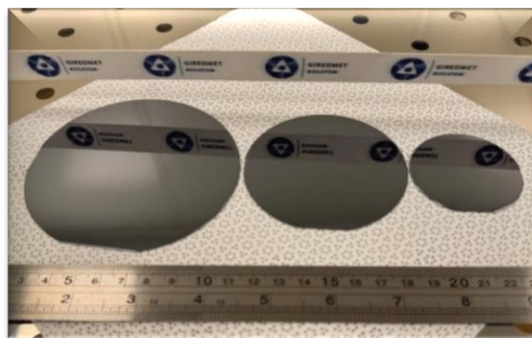


Рисунок 10 – Полированные пластины антимонида индия, изготовленные в рамках диссертационной работы

В таблице 3 приведены основные параметры пластин, изготовленных по разработанному технологическому маршруту на основе полученных в данной диссертационной работе экспериментальных результатов.

Параметры пластин отвечают требованиям заказчиков – производителей оптоэлектронных приборов, работающих в средневолновом ИК-диапазоне.

Таблица 3 – Параметры пластин антимонида индия, изготовленных по разработанному в диссертации технологическому маршруту.

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

Основные результаты диссертации были получены в том числе в рамках НИОКР Минпромторга России (шифр «Эгеон») и позволили разработать технические условия ТУ 24.45.30-117-00198396-2024 на продукцию – полированные пластины InSb монокристаллического диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм и 100 мм, согласованные с заказчиками – производителями приборов оптоэлектроники и фотоники.

### Основные результаты и выводы:

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  $100 \text{ см}^{-2}$ , 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  $120 \text{ г/см}^2$  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 «О<sub>1</sub>» на комплексную технологию от выращивания монокристаллов до получения товарных полированных пластин антимонида индия диаметрами 50,8 мм, 76,2 мм, 100 мм.

#### **Список работ, опубликованных автором по теме диссертации:**

1) 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*; V.6, №4, 2020; p. 147-153.

2) 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*; V.7, №2, 2021; p. 73-78.

3) Гагис Г.С., Кучинский В.И., Козлов Р.Ю., Казанцев Д.Ю., Бер Б.Я., Токарев М.В., Власов А.С., Васильев В.И. «Процессы твердофазного замещения фосфором в InAs и InSb», *Письма в журнал технической физики* Т49, №20, 2023, с. 20-22.

4) Abramova E. N., Kozlov R. Yu., Syrov Yu. V., Khokholov A. I., Parkhomenko Yu. N. «Modern scientific and practical approaches to the production of substrates from semiconductor compounds A3B5. Review», *Condensed Matter and Interphases*. 2024. V26(1). Pp. 3–24.

5) 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. Т. 15. № 6. С. 1689-1695.

6) 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 K», *Optics and Spectroscopy*. 2024. Т. 132. № 4. С. 325-332.

7) 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.

8) 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. Т. 10. № 3. С. 167-175.

9) 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  $T = 295$  К, Прикладная физика. 2025. № 2. С. 31-38.

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

11) Пархоменко Ю.Н., Белов А.Г., Молодцова Е.В., Козлов Р.Ю., Кормилицина С.С., Журавлев Е.О. К вопросу о корректном определении концентрации электронов в N-GaSb по данным электрофизических измерений, Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2023. Т. 26. № 1. С. 36-45.

12) 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 100мм и изготовление полированных пластин на их основе, Приборы. 2024. № 12 (294). С. 32-38.

13) 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.

14) Козлов Р.Ю., Абрамова Е.Н., Павлов П.В., Павлова О.С., Нестюркин М.С., Нефедкина С.С. Полировальная композиция для химико-механического полирования пластин монокристаллического антимонида индия, Патент на изобретение RU 2834696 C1, 12.02.2025. Заявка № 2024106566 от 13.03.2024.

#### **Тезисы конференций:**

1) Жарикова Е.В., Молодцова Е.В., Козлов Р.Ю., Завражин Д.А., Титоров В.В., Кормилицина С.С., Князев С.Н. Исследование влияния условий выращивания на структуру крупно-габаритных монокристаллов антимонида индия, полученных методом Чохральского // 5-й междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии» г. Москва, 30 октября – 01 ноября 2019 года.

2) Козлов Р.Ю., Молодцова Е.В., Кормилицина С.С., Зареченская А.А., Завражин Д.А.

Современное состояние и перспектива развития низкотемпературных полупроводниковых соединений группы АПВV // Юбилейный сборник АО «Гиредмет» 1931-2021. Москва, 2021. С. 104-114.

3) Кормилицина С.С., Молодцова Е.В., Князев С.Н., Козлов Р.Ю., Завражин Д.А., Жарикова Е.В. Сыров Ю.В. Исследование влияния вида обработки на прочность монокристаллических пластин нелегированного антимонида индия // Юбилейный сборник АО «Гиредмет» 1931-2021. Москва, 2021. С. 115-125.

4) Козлов Р.Ю., Молодцова Е.В., Кормилицина С.С. Выращивание монокристаллов антимонида индия диаметром 100мм модифицированным методом Чохральского. // Современные материалы и передовые производственные технологии (СМПТТ-2021) г.Санкт-Петербург, 21–23 сентября 2021 г.

5) Козлов Р.Ю., Молодцова Е.В., Кормилицина С.С. Выращивание монокристаллов антимонида индия диаметром 100мм модифицированным методом Чохральского. // 7-я Научная конференция «Электронная компонентная база и микроэлектронные модули» г. Алушта 3–9 октября 2021 г.

6) Пархоменко Ю.Н., Козлов Р.Ю., Молодцова Е.В., Кормилицина С.С. Современное состояние и перспективы развития низкотемпературных полупроводниковых соединений группы АЗВ5- антимонидов индия и галлия. // 8-я Научная конференция «Электронная компонентная база и микроэлектронные модули» - г. Сочи, Роза Хутор, 2–8 октября 2022 г.

7) Кормилицина С.С., Молодцова, Комаровский Н.Ю., Козлов Р.Ю., Журавлев Е.О. Особенности роста монокристаллов антимонида индия в кристаллографических направлениях [100], [211], [111] // Редкие металлы и материалы на их основе: технологии, свойства и применение ("РЕДМЕТ-2022") г. Москва, 23–25 ноября 2022 года.

8) Комаровский Н.Ю., Князев С.Н., Козлов Р.Ю., Молодцова Е.В., Кормилицина С.С. Ющук В.В. Оценка возможностей цифровой обработки изображений в рамках аттестации качества полупроводниковых материалов группы АПВV. // Редкие металлы и материалы на их основе: технологии, свойства и применение ("РЕДМЕТ-2022") г. Москва, 23–25 ноября 2022 г.

9) Трофимов А.А., Козлов Р.Ю., Кривобок В.С., 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., Ерошенко В.В., Атрашков А.С., Ковин Я.А. Разработка технологии получения полированных пластин InSb. // Перспективные материалы и технологии (ПМТ-2024). Сборник докладов Международной научно-технической конференции ИПТИП РТУ МИРЭА. г. Москва, 2024. С. 112-116.

10) Трофимов А.А., Козлов Р.Ю., Кривобок В.С., 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., Ерошенко В.В., Атрашков А.С., Ковин Я.А. Подготовка подложек InSb для МЛЭ. // Мокеровские чтения. 15-я Международная научно-практическая конференция по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ-электроники: сборник трудов. Москва, 2024. С. 123-126.

11) Козлов Р.Ю., Трофимов А.А., Молодцова Е.В., Павлов П.В., Павлова О.С., Нестюркин М.С., Щеников Н.В. Выращивание монокристаллов InSb диаметром 100мм и изготовление

полированных пластин на их основе. // Мокеровские чтения. 15-я Международная научно-практическая конференция по физике и технологии наногетероструктурной СВЧ-электроники: сборник трудов. Москва, 2024. С. 139-140.

12) Трофимов А.А., Козлов Р.Ю., Кривобок В.С., 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. Базовая технология полирования пластин InSb для эпитаксиального роста фоточувствительных материалов методом МЛЭ. // Материалы XXVII Международной научно-технической конференции по фотоэлектронике и приборам ночного видения. Материалы конференции. Москва, 2024. С. 197-200.

13) Козлов Р.Ю., Трофимов А.А., Молодцова Е.В., Павлов П.В., Павлова О.С., Нестюркин М.С., Щеников Н.В. Разработка промышленно-ориентированной технологии изготовления полированных пластин InSb диаметром до 100мм. // Материалы XXVII Международной научно-технической конференции по фотоэлектронике и приборам ночного видения. Материалы конференции. Москва, 2024. С. 204-206.

14) Комаровский Н.Ю., Молодцова Е.В., Журавлев Е.О., Козлов Р.Ю., Князев С.Н. К вопросу о кональной неоднородности в монокристаллах InSb (Te), выращенных в различных кристаллографических направлениях. // Материалы XXVII Международной научно-технической конференции по фотоэлектронике и приборам ночного видения. Материалы конференции. Москва, 2024. С. 207-209.

15) Скрылева Е.А., Сенатулин Б.Р., Матвеев У.М., Абрамова Е.Н., Р.Ю. Козлов Р.Ю. Исследование химических преобразований на поверхности монокристаллических пластин InSb, индуцированных химико-механической полировкой и пассивацией. // Материалы XI Международной научной конференции «АКТУАЛЬНЫЕ ПРОБЛЕМЫ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА». Минск, 2025г. С.42.