



УКРАЇНА

(19) UA (11) 85176 (13) C2  
(51) МПК (2006)  
C30B 33/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

### (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ КРЕМНІЮ З НЕОБХІДНИМ ВМІСТОМ ВУГЛЕЦЮ

1

(21) а200508561

(22) 07.09.2005

(24) 12.01.2009

(46) 12.01.2009, Бюл.№ 1, 2009 р.

(72) ГРИНЬ ГРИГОРІЙ ВАСИЛЬОВИЧ, UA, УШАН-  
КІН ЮРІЙ ВОЛОДИМИРОВИЧ, UA(73) ТОВАРИСТВО З ОБМЕЖЕНОЮ ВІДПОВІДА-  
ЛЬНІСТЮ "ПРОЛОГ СЕМІКОР", UA(56) ГОСТ 19685 – 81, Кремний монокристалличе-  
ский в слитках

UA 26951 C2, 29.12.1999

UA 49103 C2, 16.09.2002

EP 0137209 A2, 17.04.1985

EP 0191111 A1, 20.08.1986

EP 0472130 A2, 04.03.1992

(57) Спосіб одержання монокристалів кремнію з  
необхідним вмістом вуглецю, що включає визна-  
чення концентрації атомів вуглецю на нижньому  
торці кристала, відрізання від його нижнього торця  
частини з підвищеним вмістом вуглецю, повторне

2

визначення концентрації атомів вуглецю на ниж-  
ньому торці зливка, який **відрізняється** тим, що  
довжину частини монокристала з підвищеним вмі-  
стом вуглецю розраховують за формулою:

$$L = \frac{3,4(m - g_{\text{доп}} \cdot M)}{\pi D^2 \rho},$$

де

L - довжина частини монокристала з підвищеним  
вмістом вуглецю, см;

m - маса монокристала, г;

$g_{\text{доп}}$  - масова частка розплаву, що закристалізу-  
валась у монокристал з необхідним вмістом вуг-  
лецю;

M - маса розплаву, г;

D - діаметр монокристала, см;

$\rho$  - густина кремнію, що дорівнює 2,33 г/см<sup>3</sup>.

Винахід відноситься до області одержання  
монокристалів напівпровідникових матеріалів з  
допустимим вмістом домішок і може бути викорис-  
таний для одержання монокристалів кремнію з  
допустимим вмістом вуглецю.

В промислових умовах при витягуванні зливків  
кремнію із розплаву на затравку методом Чох-  
ральського монокристали забруднюються різного  
роду домішками, концентрація яких змінюється по  
довжині зливка у відповідності з рівнянням (див.  
"Технология полупроводниковых материалов",  
Нашельский А.Я., Учебное пособие для повыше-  
ния квалификации ИТР, М., Металлургия, 1987,  
стр.336):

$$C = C_0(1 - g)^{k-1},$$

де

C - концентрація атомів домішки у  
монокристалі кремнію, см<sup>3</sup>;

$C_0$  - початкова концентрація атомів домішки у  
розплаві, см<sup>3</sup>;

g - масова частка розплаву, що  
закристалізувалась у монокристал;

k - ефективний коефіцієнт розподілення  
домішки між кристалом, що витягується з розпла-  
ву, та самим розплавом.

При цьому, враховуючи що коефіцієнт  
розподілення для вуглецю значно менший за оди-  
ницю, а саме складає (6-7)·10<sup>-2</sup> (див. там же), мож-  
на зробити висновки, що концентрація вуглецю  
буде збільшуватись у напрямку від верхнього тор-  
ця монокристала до нижнього. Цей факт повністю  
підтверджується також на практиці в умовах про-  
мислового виробництва і тому вміст вуглецю у  
монокристалах кремнію контролюють лише на  
нижньому торці зливків.

Оскільки присутній у зливках кремнію вуглець  
впливає на працездатність і технічні характери-  
стики інтегральних схем, сонячних батарей та інших  
приладів на основі кремнію, існує необхідність  
отримання монокристалів кремнію з допустимим  
вмістом вуглецю.

Відомий спосіб отримання монокристалів  
кремнію, що включає визначення бездефектної  
зони монокристала шляхом визначення параметра  
виращеного кристала з порушеними гранями рос-  
ту, у якому вимірюють довжину циліндричної час-

(13) C2

(11) 85176

(19) UA

тини вирощеного кристала від її початку до площини зникнення або переривання грані росту, а довжину бездефектної зони розраховують за наведеною формулою (див. патент України №26951, С 30 В 33/00, бюл. №8 від 29.12.99р.).

Цей спосіб простий, швидкий, надійний і точний, дозволяє отримувати бездефектні монокристали кремнію. Однак він придатний лише для отримання без дислокаційних монокристалів кремнію або монокристалів з малою щільністю дислокацій і не може бути використаним для отримання монокристалів з допустимим вмістом вуглецю.

Найбільш близьким до запропонованого, обраним нами за прототип, є спосіб отримання монокристалів кремнію, що включає визначення концентрації атомів вуглецю на нижньому торці кристала, відрізання від його нижнього торця частини кремнію, в якій концентрація вуглецю перевищує допустиму, повторне визначення концентрації атомів вуглецю на нижньому торці зливка (ГОСТ 19685 - 81, Кремний монокристаличеський в слитках. Технические условия).

Даний спосіб дозволяє отримувати монокристали кремнію з допустимим вмістом вуглецю, але він є трудомістким і потребує додаткових витрат матеріалів, оскільки при реалізації цього способу на практиці відрізання частини зливка та подальші визначення концентрації атомів вуглецю треба виконувати декілька разів, доки визначена на нижньому торці зливка концентрація атомів вуглецю не стане рівною чи меншою за допустиму.

Крім того, недоліком цього способу є можливі значні втрати придатного продукту, тому що довжина частини зливка, що відрізається, вибирається довільно і може бути істотно більшою за необхідну.

Задачею винаходу є створення такого способу отримання монокристалів кремнію з допустимим вмістом вуглецю, у якому за рахунок визначення довжини частини зливка з підвищеним вмістом вуглецю забезпечується підвищення % виходу годної продукції, зменшення витрат часу та матеріалів на виготовлення монокристалів.

Поставлена задача вирішується запропонованим способом отримання монокристалів кремнію з допустимим вмістом вуглецю, що включає визначення концентрації атомів вуглецю на нижньому торці кристала, відрізання від його нижнього торця частини з підвищеним вмістом вуглецю, повторне визначення концентрації атомів вуглецю на нижньому торці зливка, у якому довжину частини монокристала з підвищеним вмістом вуглецю розраховують за формулою (1):

$$L = \frac{3,4(m - g_{\text{доп}} \cdot M)}{\pi D^2 \rho}$$

де

$L$  - довжина частини монокристала з підвищеним вмістом вуглецю, см;

$m$  - маса монокристала, г;

$g_{\text{доп}}$  - масова частка розплаву, що закристалізувалась у монокристал з допустимим вмістом вуглецю;

$M$  - маса розплаву, г;

$D$  - діаметр монокристала, см;

$\rho$  - густина кремнію, що дорівнює  $2,33 \text{ г/см}^3$ .

Спосіб здійснюється таким чином.

Від вирощеного монокристала кремнію з обох його кінців за допомогою алмазних кругів відрізають конусоподібні частини, отримують таким чином зливки циліндричної форми і вимірюють його діаметр  $D$  та масу  $m$ . На нижньому торці зливка фотометричним методом визначають концентрацію атомів вуглецю. Якщо визначена концентрація атомів вуглецю перевищує допустиму, розраховують довжину частини зливка з підвищеним вмістом вуглецю у такий спосіб.

З початку визначають масову частку  $g_1$  розплаву, що фактично закристалізувався у монокристал масою  $m$ , за формулою:  $g_1 = m/M$ . Потім з наведеного на рисунку 1 графіку визначають величину відношення визначеної концентрації атомів вуглецю на нижньому торці зливка  $C_1$  до початкової концентрації атомів вуглецю у розплаві  $C_0$  для масової частки розплаву  $g_1$ . За визначеною таким чином величиною  $C_1/C_0$  знаходять початкову концентрацію атомів вуглецю у розплаві  $C_0$ . Далі визначають величину відношення допустимої концентрації атомів вуглецю  $C_{\text{доп}}$  до початкової концентрації атомів вуглецю у розплаві  $C_0$ . Потім з наведеного графіку за величиною  $C_{\text{доп}}/C_0$  знаходять масову частку розплаву  $g_{\text{доп}}$  що закристалізувався у монокристал з допустимим вмістом вуглецю, і розраховують довжину частини монокристала з підвищеним вмістом вуглецю  $L$  за формулою (1). Від нижнього торця зливка лінійкою відкладають розраховану величину  $L$ , роблять мітку і потім ріжуть монокристал алмазним кругом по зробленій мітці. Після відрізання частини зливка виконують повторне визначення концентрації атомів вуглецю на нижньому торці кристала  $C_2$ .

Приклад 1. У кварцовий тигель завантажили 45 кг кремнієвої сировини, розплавляли її і витягнули з розплаву на затравку монокристал кремнію. Зливки охолодили, відокремили від затравки і вивантажили з печі. З обох кінців зливка за допомогою алмазних кругів відрізали конусоподібні частини і отримали таким чином зливки циліндричної форми діаметром  $D = 158 \text{ мм}$  і масою  $m = 37,8 \text{ кг}$ .

На нижньому торці зливка фотометричним методом визначили концентрацію атомів вуглецю  $C_1 = 6,2 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$  при допустимій концентрації  $C_{\text{доп}} = 4,5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$ .

Розраховували масову частку розплаву  $g_1$ , що фактично закристалізувався у монокристал масою 37,8 кг, за наведеною вище формулою:  $g_1 = 37,8 : 45 = 0,84$ . Далі по наведеному графіку за розрахованою величиною  $g_1 = 0,84$  знайшли величину  $C_1/C_0 = 5,6$ , звідки визначили початкову концентрацію атомів вуглецю у розплаві  $C_0 = 6,2 \cdot 10^{16} : 5,6 = 1,11 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$  і розраховували величину відношення допустимої концентрації атомів вуглецю до початкової концентрації вуглецю у розплаві  $C_{\text{доп}}/C_0 = 4,5 \cdot 10^{16} : 1,1 \cdot 10^{16} = 4,09$ . З наведеного графіку за розрахованою величиною  $C_{\text{доп}}/C_0$  визначили масову частку розплаву  $g_{\text{доп}} = 0,78$ , що

закристалізувався у монокристал з допустимим вмістом вуглецю, і потім розраховували величину  $L$  за наведеною вище формулою (1), підставив числові значення:

$$L = \frac{3,4(37800 - 0,78 \cdot 45000)}{3,14 \cdot (15,8)^2 \cdot 2,33} = 5(\text{см})$$

Розраховану величину  $L=5$  см (50 мм) відклали від нижнього торця зливка, зробили мітку і по ній алмазним кругом відрізали частину моно-

кристала. Після цього виконали повторне визначення концентрації атомів вуглецю  $C_2$  на нижньому торці, яка стала рівною  $4,47 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-3}$  і меншою за допустиму.

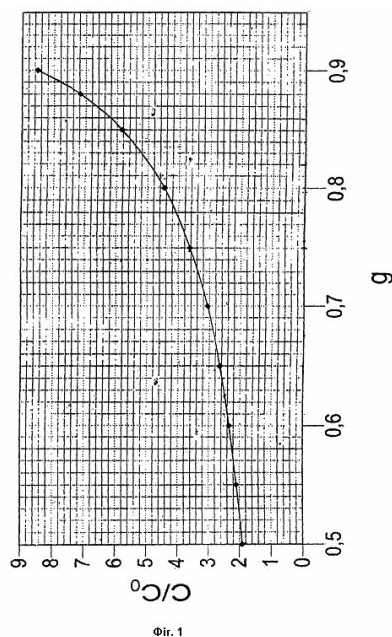
Приклад 2. У таблиці наведені результати обробки 9 вирощених зливків кремнію, на нижньому торці яких після відрізання конусоподібних частин концентрація атомів вуглецю перевищувала допустиме значення.

Таблиця

Номер зливка	D, см	m, г	M, кг	$C_{\text{доп}}$ , см	$C_1$ , см <sup>-3</sup>	L, мм	$C_2$ , см <sup>-3</sup>	Точність
1-372	157,0	38,60	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$9,0 \cdot 10^{16}$	125	$4,8 \cdot 10^{16}$	93,3
1-356	159,5	34,02	39	$4,5 \cdot 10^{16}$	$6,3 \cdot 10^{16}$	40	$4,0 \cdot 10^{16}$	90
1-364	157,5	40,04	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$5,9 \cdot 10^{16}$	35	$4,8 \cdot 10^{16}$	93,3
1-367	156,5	39,84	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$7,4 \cdot 10^{16}$	75	$4,4 \cdot 10^{16}$	97,8
2-517	158,0	32,60	39	$4,5 \cdot 10^{16}$	$6,7 \cdot 10^{16}$	60	$4,6 \cdot 10^{16}$	97,8
2-532	157,0	38,60	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$6,9 \cdot 10^{16}$	70	$4,5 \cdot 10^{16}$	100
2-546	159,0	38,81	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$6,1 \cdot 10^{16}$	40	$4,9 \cdot 10^{16}$	91,1
3-441	158,5	39,80	45	$4,5 \cdot 10^{16}$	$9,7 \cdot 10^{16}$	120	$4,1 \cdot 10^{16}$	91,1
3-444	159,5	28,99	35	$4,5 \cdot 10^{16}$	$6,5 \cdot 10^{16}$	55	$4,6 \cdot 10^{16}$	97,8

Як можна побачити з експериментальних даних, запропонований спосіб дозволяє отримувати монокристали кремнію з допустимим вмістом вуг-

лецю з точністю не нижче за 90%, що знаходиться в межах встановленої похибки вимірювань для даного методу визначення концентрації вуглецю.



Фиг. 1