



УКРАЇНА

(19) UA (11) 8247 (13) C1

(51) C 30 B 15/20, 13/20

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ БЕЗДИСЛОКАЦІЙНИХ МОНОКРИСТАЛІВ КРЕМНІЮ МЕТОДОМ БЕЗТИГЕЛЬНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ

1

(21) 93005025

(22) 22.01.93

(46) 29.03.96. Бюл. № 1

(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1538552, 24.08.87, кл. C 30 B 13/00, 29/06.(71) Червоний Іван Федорович, Фалькевич
Едуард Семенович, Дудченко Володимир
Васильович, Сілаков Григорій Іванович(72) Червоний Іван Федорович, Фалькевич
Едуард Семенович, Дудченко Володимир
Васильович, Сілаков Григорій Іванович(73) Червоний Іван Федорович (UA), Фальке-
вич Едуард Семенович (UA), Дудченко Воло-
димир Васильович (UA), Сілаков Григорій
Іванович (UA)(57) Способ получения бездислокационных
монокристаллов кремния методом бестигель-
ной зонной плавки, включающий выра-
щивание на затравке тонкой "шейки",
разрачивание конической части монокри-
сталла до заданного диаметра и последую-
щее выращивание цилиндрической части
монокристалла диаметром D, при использо-

2

вании индуктора с внутренним диаметром d, меньшим величины D, отличающийся тем, что разрачивание конической части монокристалла до диаметра, равного 0,7 – 0,8 внутреннего диаметра индуктора производят с уменьшением скорости перемещения зоны расплава по соотношению $V = 9 - 0,26 \times D$, затем на участке разрачивания до диаметра, равного 1,0 – 1,1 внутреннего диаметра индуктора, скорость перемещения зоны расплава поддерживают постоянной, и последующее разрачивание монокристалла до заданного диаметра производят при равномерном увеличении скорости перемещения зоны расплава до достижения заданной ее величины, определяемой из соотношения

$$V > 12,24 \times D^{-0,32} \times \exp[D \times 10^{-3}]$$

где V – скорость перемещения зоны расплава, мм/мин;

D – диаметр выращиваемого монокристалла, мм;

d – внутренний диаметр индуктора, мм.

Изобретение относится к металлургии полупроводниковых материалов и может быть использовано при выращивании бездислокационных монокристаллов кремния методом индукционной бестигельной зонной плавки.

Известен способ получения бездислокационных монокристаллов кремния методом бестигельной зонной плавки (1). Этот способ включает выращивание на затравке тонкой "шейки", разрачивание конической части монокристалла до заданного диаметра и последующее выращивание цилиндрической

части монокристалла диаметром D, при использовании индуктора с внутренним диаметром d, меньшим величины D.

Известный способ имеет низкую воспроизводимость процесса выращивания бездислокационных монокристаллов и низкий выход годного продукта. Это обусловлено тем, что процесс выращивания начальной, конической части монокристалла по известному способу создает (из-за отрицательного воздействия электромагнитного поля индуктора) неоднородное тепловое поле в кристаллизующейся части монокристалла и не

(19) UA (11)

8247

(13) C1

позволяет оптимизировать получение бездислокационного монокристалла кремния.

В основу предлагаемого изобретения поставлена задача усовершенствование способа получения бездислокационных монокристаллов кремния методом бестигельной зонной плавки, в котором новой совокупностью операций (новые режимы) по разрачиванию конической части бездислокационного монокристалла кремния позволило бы обеспечить высокую воспроизводимость процесса выращивания бездислокационных монокристаллов кремния заданного диаметра максимальной длины (веса) за счет исключения отрицательного воздействия электромагнитного поля индуктора на близко расположенную поверхность кристаллизации выращиваемого бездислокационного монокристалла.

Достигается это тем, что в способе получения бездислокационных монокристаллов кремния методом бестигельной зонной плавки, включающем выращивание на затравке тонкой "шейки", разрачивание конической части монокристалла до заданного диаметра и последующее выращивание цилиндрической части монокристалла диаметром D , при использовании индуктора с внутренним диаметром d , меньшим величины D , разрачивание конической части монокристалла до диаметра, равного $0,7 - 0,8$ внутреннего диаметра индуктора производят с уменьшением скорости перемещения зоны расплава по соотношению $V = 9 - 0,26 \cdot D$, затем на участке разрачивания до диаметра, равного $1,0 - 1,1$ внутреннего диаметра индуктора, скорость перемещения зоны расплава поддерживают постоянной, и последующее разрачивание монокристалла до заданного диаметра производят при равномерном увеличении скорости перемещения зоны расплава до достижения заданной ее величины, определяемой из соотношения:

$$V > 12,24 \cdot D^{-0,32} \cdot \exp[D \cdot 10^{-3}],$$

где: V — скорость перемещения зоны расплава, мм/мин;

D — диаметр выращиваемого монокристалла, мм;

d — внутренний диаметр индуктора, мм.

Технический результат предлагаемого воспроизводимого выращивания бездислокационных монокристаллов кремния диаметром до 150 мм выражается в повышении воспроизводимости процесса выращивания, выхода в готовую продукцию и производительности процесса, а

также обеспечении получения бездислокационных монокристаллов без свирл — дефектов

Участок разрачивания конической части бездислокационного монокристалла до заданного диаметра является определяющим в процессе выращивания всего монокристалла. На этом участке формируются тепловые условия роста монокристалла, путем воздействия электромагнитного поля индуктора создается зона расплава заданной конфигурации, а также достигается необходимое соотношение скоростей перемещения исходного и выращиваемого кристаллов для получения конечной, заданной величины диаметра монокристалла. Особенно это важно, когда диаметр конической части монокристалла достигает и начинает превышать внутренний диаметр индуктора. Это связано со сложным процессом перераспределения и взаимодействия расплава, из которого происходит кристаллизация, и электромагнитного поля, излучаемого индуктором. Практикой было установлено, что при малом расстоянии между расплавом и индуктором (примерно 1–3 мм), из-за сильного электромагнитного давления расплав начинает деформироваться, вплоть до оплавления уже закристаллизовавшейся части монокристалла. Это приводит к нарушению бездислокационной структуры монокристалла и прекращению процесса выращивания.

На первом этапе разрачивания конической части монокристалла, когда диаметр монокристалла достигает величины 5 – 10 мм, расплав находится на достаточном удалении от индуктора и не деформируется электромагнитным полем индуктора (примерно на расстоянии 10 – 15 мм). Следует при этом отметить, что при выращивании монокристаллов диаметром большим, чем внутренний диаметр индуктора, величина внутреннего диаметра индуктора, находится в пределах от 30 до 36 мм. На этом этапе преобладающую роль играют условия теплообмена разрачиваемой конической части монокристалла.

На первом этапе, по мере увеличения диаметра разрачиваемой конической части монокристалла, тепло кристаллизации, выделяющееся на фронте кристаллизации, отводится через твердую фазу (монокристалл). При этом тепла кристаллизации выделяется больше, чем отводится при поддержании постоянной скорости перемещения зоны расплава, что создает условие выравнивания температуры в зоне расплава, снижению градиента температуры на фронте кристаллизации и резкому ухудшению воспроизво-

вание на затравке тонкой "шейки". Выращивание тонкой шейки производят при скорости перемещения зоны расплава 10 мм/мин. Диаметр тонкой "шейки" составлял 2,5 мм, длина – 70 мм. После выращивания тонкой "шейки" производят разращивание конической части монокристалла. Разращивание конической части монокристалла выполняют в три этапа.

На первом этапе: от величины диаметра выращенной тонкой "шейки", равной 2,5 мм до величины диаметра разращиваемой конической части монокристалла, равной 27,2 мм ($0,8d = 0,8 \cdot 34 = 27,2$ мм) скорость перемещения зоны расплава уменьшают от 10 мм/мин до 1,9 мм/мин ($V = 9 - 0,26 \cdot D = 9 - 0,26 \cdot 27,2 = 1,9$ мм/мин).

На втором этапе: от величины диаметра разращиваемой конической части монокристалла, равной 27,2 мм до величины диаметра разращиваемой конической части монокристалла, равной 37,4 мм ($0,8d = 1,1d = 27,2 - 37,4$) скорость перемещения зоны расплава поддерживают постоянной и равной 1,9 мм/мин.

На третьем этапе: от величины диаметра разращиваемой конической части монокристалла, равной 37,4 мм ($1,1d = 1,1 \cdot 34 = 37,4$ мм) величины диаметра цилиндрической части выращиваемого монокристалла, равной 100 мм скорость перемещения зоны расплава равномерно увеличивают от 1,9 мм/мин до 3,1 мм/мин

$$(V > 12,24 \cdot D^{-0,32} \cdot \exp[D \cdot 10^{-3}]);$$

$$V = 12,24 \cdot 100^{-0,32} \cdot \exp[100 \cdot 10^{-3}] = 3,098 \text{ мм/мин}.$$

После достижения заданной величины диаметра монокристалла и соответствующей ей по соотношению (формуле) скорости перемещения зоны расплава производят выращивание цилиндрической части монокристалла.

Аналогичным образом режим разращивания конической части монокристалла с переменной скоростью перемещения устанавливали и для всех остальных опытов.

В опыте № 11 в четвертой колонке выражение "1.1 (резко)" обозначает, что увеличение скорости производят неравномерно, но сразу установив ее заданную величину, которую определяют по соотношению

$$V > 12,24 \cdot D^{-0,32} \cdot \exp[D \cdot 10^{-3}]$$

В опыте № 12 выращивание бездислокационных монокристаллов производят в соответствии с прототипом, т.е. без изменения режима разращивания конусной части монокристалла.

Выход годного продукта Q определяли: $Q = P_m/P_n \cdot 100\%$.

где: P_m – вес бездислокационной части монокристалла, г;

P_n – вес исходного поликристаллического стержня, г.

Величина выхода годного продукта, выраженная в %, приведена в пятой колонке таблицы.

Как видно из приведенных в таблице данных, наилучшие результаты выращивания бездислокационных монокристаллов кремния достигаются при реализации заявляемых режимов способа.

№ опыта	Участок уменш. $V_{рх}$ до вел-ны D/d равной	Участок $V_{рх} = \text{const}$ при D/d равном	Начало увелич. $V_{рх}$ при D/d равном	Выход годного, %	Примечания
1	0,5	–	0,5	0	Вырастить монокристалл не удалось из-за возникновения непроплавов на плавящемся стержне. Возник эффект непроплавления зоны расплава
2	0,7	0,9	0,9	73	
3	0,7	1,1	1,1	96	Процесс выращивания прошел без замечаний
4	0,7	1,0	1,0	94	Процесс выращивания прошел без замечаний
5	0,8	0,9	0,9	80	Возник эффект непроплавления зоны расплава

Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6
6	0,8	—	0,8	30	Высота зоны расплава превышала критическую. Аварийный процесс
7	0,8	1,0	1,0	94	Процесс выращивания прошел без замечаний
8	0,8	1,1	1,1	96	Процесс выращивания прошел без замечаний
9	1,0	1,1	1,1	75	Зона расплава деформировалась. Рост бездислокационного монокристалла неустойчив
10	1,0	—	1,0	0	Возникало непроплавление исходного кристалла из-за малой высоты зоны расплава ^{AI} _{IV}
11	0,8	1,1	1,1 (резко)	67	Высота зоны расплава превышает критическую. Рост монокристалла прекращался
12	—	—	—	52	Процесс выращивания прекращался из-за возникновения непроплавов на исходном стержне
13	0,5	—	1,0	0	Вырастить монокристалл не удалось из-за возникновения непроплавов на плавящем стержне
14	0,7	0,9	0,9	73	Возникал эффект непроплавления зоны расплава
15	0,7	1,1	1,1	96	Процесс выращивания прошел без замечаний
16	0,7	1,0	1,0	94	Процесс выращивания прошел без замечаний
17	0,8	0,9	0,9	80	Возникал эффект непроплавления зоны расплава
18	0,8	—	0,8	30	Высота зоны расплава превышала критическую. Аварийный процесс

димости выращивания бездислокационных монокристаллов кремния. Поэтому необходимо на первом этапе скорость перемещения зоны расплава уменьшать — это приводит к уменьшению количества кристаллизующегося расплава, к увеличению градиента температуры в выращиваемой части монокристалла и, как следствие, к увеличению теплоотвода. Это благоприятно сказывается на температурных условиях на фронте кристаллизации и обеспечивает воспроизводимость выращивания бездислокационных монокристаллов.

На втором этапе, на участке, когда диаметр разрабатываемой конической части монокристалла становится равным 0,7 — 0,8 величины внутреннего диаметра индуктора, начинают стабилизироваться условия теплоотвода и взаимодействия электромагнитного поля индуктора. На этом участке скорость перемещения зоны расплава, достигнутую в результате ее уменьшения на первом этапе, необходимо поддерживать постоянной. Происходит "самостабилизация" условий тепло-массообмена и взаимодействия расплава и электромагнитного поля индуктора. По достижению разрабатываемой конической части монокристалла диаметра, равного 1,0 — 1,1 внутреннего диаметра индуктора, этот участок заканчивается и требуется дальнейшее управление процессом разрабатывания монокристалла.

Если продолжить процесс выращивания при уменьшенной на первом участке скорости выращивания, то, из-за увеличенной величины теплоотвода, достигнутой на первом участке, расстояние между зоной расплава и индуктором уменьшится и зона расплава будет деформироваться. Это приводит к нарушению бездислокационной структуры выращиваемого монокристалла.

Следующим, третьим этапом, является разрабатывание конической части монокристалла после достижения им диаметра, равного 1,0 — 1,1 внутреннего диаметра индуктора. На этом участке, за счет увеличившегося теплоотвода через объем выращенного монокристалла, расплав приближается к индуктору и начинает усиливаться воздействие на него электромагнитного поля индуктора. Для устранения этого эффекта скорость перемещения зоны расплава необходимо увеличивать. Как показала практика выращивания монокристаллов, увеличение скорости перемещения зоны расплава целесообразно производить равномерно (линейно) до достижения величины, которая необходима для обеспечения заданного качества структурного совершенства бездислокационного монокристалла.

При этом постепенно увеличивается количество тепла кристаллизации, уменьшается градиент температуры и увеличивается расстояние между расплавом и индуктором. Проведенные эксперименты позволили установить эмпирический алгоритм изменения режима выращивания начальной, конической части бездислокационного монокристалла и выразить его формулой, которая связывает технологические параметры процесса и обеспечивает воспроизводимый процесс выращивания бездислокационных монокристаллов кремния.

Если скорость выращивания сразу увеличить до заданной формулой величины, то, за счет резкого увеличения тепла кристаллизации происходит резкое уменьшение градиента температуры в расплаве и, как следствие, нарушение бездислокационной структуры выращиваемого монокристалла.

Испытание предлагаемого способа проводили выращиванием опытной партии бездислокационных монокристаллов кремния методом бестигельной зонной плавки с использованием установок "Кристалл — 108". В каждом опыте с заданным режимом выращивания по три монокристалла. Выращивание бездислокационных монокристаллов кремния производили в среде аргона с использованием одновиткового, тарельчатого типа индукторов с внутренним диаметром 32 мм и внешним диаметром 100 мм при выращивании монокристаллов диаметром 50 мм, и с внутренним диаметром 34 мм и внешним диаметром 150 мм при выращивании монокристаллов диаметром 100 мм.

Примеры конкретного выполнения способа.

После затравления, т.е. создания общей зоны расплава между затравкой и исходным стержнем, производят выращивание на затравке тонкой "шейки". Выращивание тонкой шейки производят при скорости перемещения зоны расплава 10 мм/мин (в практике выращивания бездислокационных монокристаллов кремния используют, обычно, диапазон скоростей перемещения зоны расплава от 7 мм/мин до 15 мм/мин). Диаметр тонкой "шейки" составлял 2 — 2,5 мм, длина — 50 — 70 мм. После выращивания тонкой "шейки" производят разрабатывание конической части монокристалла до заданного диаметра.

В таблицу внесены данные, полученные в результате проведенных испытаний.

Опыты № 1 — 11 проводят при выращивании бездислокационных монокристаллов кремния диаметром 50 мм.

Опыт № 12 проводят при выращивании бездислокационных монокристаллов кремния диаметром 50 мм и 100 мм.

Опыты № 13 – 23 проводят при выращивании бездислокационных монокристаллов кремния диаметром 100 мм.

При этом режим разращивания конической части монокристалла устанавливают следующим образом, в соответствии с формулой изобретения.

На первом участке, участке уменьшения скорости перемещения зоны расплава (в таблице обозначено $V_{рх}$), уменьшение скорости устанавливают по соотношению $V = 9 - 0,26 \cdot D$ до величины диаметра разращиваемого монокристалла D/d , которая приведена во второй колонке таблицы. При выращивании монокристаллов диаметром 50 мм, например опыт № 1, после выращивания тонкой "шейки" скорость перемещения зоны расплава уменьшают от 10 мм/мин в начале разращивания конической части монокристалла до 4,8 мм/мин при достижении диаметра разращиваемой части монокристалла 16 мм ($D/d = 16/32 = 0,5$; $V = 9 - 0,26 \cdot 16 = 4,84$). В опыте № 3 скорость уменьшают от 10 мм/мин до 3,2 мм/мин при достижении диаметра разращиваемой части монокристалла 22 мм ($D/d = 22/32 = 0,7$; $V = 9 - 0,26 \cdot 22 = 3,2$). Во всех остальных опытах, кроме опыта № 12, уменьшение скорости перемещения зоны расплава производят аналогичным путем, с учетом приведенных в формуле изобретения соотношений.

После этого на втором участке – участке поддержания скорости перемещения зоны расплава ($V_{рх}$) постоянной, устанавливают скорость, достигнутую после ее уменьшения на первом участке. Поддержание постоянной скорости перемещения зоны расплава производят до величины диаметра разращиваемого монокристалла D/d , которая приведена в третьей колонке таблицы. Если в опыте не предусматривалось выполнения участка разращивания при постоянной скорости перемещения зоны расплава, то в соответствующей строке третьей колонки таблицы стоит знак "-".

Например, для опыта № 3 скорость перемещения зоны расплава 3,2 мм/мин поддерживают от величины диаметра разращиваемой части монокристалла, равной 22 мм, до величины диаметра, равной 35 мм ($D/d = 35/32 = 1,1$). В опыте № 1 участок разращивания с постоянной скоростью перемещения зоны расплава не предусматривался, как и отмечено в таблице. В опыте № 1 после участка уменьшения скорости сразу

должен начинаться третий участок – участок увеличения скорости перемещения зоны расплава.

На следующем, третьем участке – участке разращивания монокристалла до заданного диаметра, скорость перемещения зоны расплава ($V_{рх}$) равномерно (по специальной программе) увеличивают до достижения заданной ее величины, которую определяют по соотношению

$$V > 12,24 \cdot D^{-0,32} \cdot \exp[D \cdot 10^{-3}]$$

Увеличение скорости начинают производить после выполнения операций на втором участке, при величине диаметра разращиваемого монокристалла D/d , которая приведена в четвертой колонке таблицы. Если в опыте не предусматривалось выполнение участка разращивания с увеличением скорости перемещения зоны расплава, то, как и в третьей колонке, в соответствующей строке четвертой колонки таблицы стоит знак "-".

Так, в опыте № 3 участок увеличения скорости начинают при диаметре выращиваемой части монокристалла, равном 35 мм ($D/d = 35/32 = 1,1$). Заданную (которая должна быть при выращивании цилиндрической части монокристалла) скорость перемещения, равную 3,8 мм/мин, и определенную по соотношению

$$(V > 12,24 \cdot D^{-0,32} \cdot \exp[D \cdot 10^{-3}];$$

$$V = 12,24 \cdot 50^{-0,32} \cdot \exp[50 \cdot 10^{-3}] = 3,68),$$

достигают при достижении диаметра монокристалла, равного 50 мм, т.е. заданной технологическим режимом величины диаметра монокристалла.

В опыте № 1 увеличение скорости перемещения зоны расплава оказалось неприемлемым, т.к. достигнутая на первом этапе скорость, равная 4,8 мм/мин была достаточно большой по величине. Поскольку участок разращивания с постоянной скоростью был исключен, то зона расплава имела высоту больше критической и осуществить процесс выращивания бездислокационного монокристалла не удалось.

Для опыта № 20, например, неразрывная последовательность операций режима разращивания конической части монокристалла состоит в следующем.

В соответствии с задачей опыта № 20, необходимо было вырастить бездислокационный монокристалл кремния диаметром 100 мм. Для этой цели применяют одновитковый, тарельчатого типа индуктор с внутренним диаметром 34 мм.

После затравления, т.е. создания общей зоны расплава между затравкой и исходным стержнем, начинают производить выращи-

Продолжение таблицы

1	2	3	4	5	6
19	0,8	1,0	1,0	94	Процесс выращивания прошел без замечаний
20	0,8	1,1	1,1	96	Процесс выращивания прошел без замечаний
21	1,0	1,1	1,1	75	Зона расплава деформировалась. Рост бездислокационного монокристалла неустойчив
22	1,0	-	1,0	0	Возникало непроплавление исходного кристалла из-за малой высоты зоны расплава
23	0,8	1,1	1,1 (резко)	67	Высота зоны расплава превышает критическую. Рост монокристалла прекращался

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор Л. Ливринц

Замовлення 4528

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

[REDACTED]

[REDACTED]

.

.

.

.

.

|

[REDACTED]