МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ. ПОЛУПРОВОДНИКИ

MATERIALS SCIENCE AND TECHNOLOGY. SEMICONDUCTORS

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2019. Т. 22, № 3. С.158—167. DOI: 10.17073/1609-3577-2019-3-158-167

УДК 621.315.592

Возможность использования потока инертного газа для управления качественными характеристиками выращиваемых монокристаллов кремния

© 2019 г. Т. В. Критская^{1,§}, В. Н. Журавлёв², В. С. Бердников³

¹ Инженерный институт Запорожского национального университета, просп. Соборный, д. 226, Запорожье, 69006, Украина

² ГП «Ивченко-Прогресс», ул. Иванова, д. 2, Запорожье, 69068, Украина

³ Институт теплофизики им. С. С. Кутателадзе СО РАН, просп. академика Лаврентьева, д. 1, Новосибирск, 630090, Россия

Аннотация. Усовершенствован процесс выращивания монокристаллов кремния по методу Чохральского, который включает использование двух потоков аргона. Первый, основной поток (15-20 нл/мин) направлен сверху вниз, вдоль растущего монокристалла. Он захватывает продукты реакции расплава с кварцевым тиглем (в основном, SiO), отводит их из камеры через патрубок в нижней части камеры и обеспечивает получение бездислокационных монокристаллов из загрузок большой массы. Аналогичные процессы известны, они повсеместно используются в мировой практике с 1970-х гг. Второй, дополнительный поток (1,5-2 нл/мин) направлен под углом 45° к поверхности расплава в виде струй из сопел, расположенных по кольцу. Этот поток инициирует образование области турбулентного течения расплава, которая изолирует фронт кристаллизации от конвективных потоков, обогащенных кислородом, а также усиливает испарение углерода из расплава. Подтвержден факт, что испаряемый из расплава кислород (в виде SiO) является «транспортом» для нелетучего углерода. Проведение промышленных процессов показало, что в выращенных монокристаллах может быть значительно снижено содержание углерода, вплоть до значений, меньших, чем в исходном сырье. В выращенных с использованием двух потоков аргона монокристаллах зафиксированы также повышенная макро- и микрооднородность распределения кислорода, существенно большая длина кристалла с заданной, постоянной концентрацией кислорода. Достижение концентрации углерода, в 5—10 раз меньшей, чем в исходном сырье, возможно при малых количествах аргона на плавку (15-20 нл/мин по сравнению с используемыми в обычных процессах 50—80 нл/мин). Применение дополнительного потока аргона, имеющего интенсивность истечения в 10 раз меньшую, чем у основного потока, не искажает характер обтекания основным («осевым») потоком поверхности монокристалла, не нарушает рост бездислокационного монокристалла, не вызывает увеличения плотности микродефектов, что свидетельствует об отсутствии изменений температурных градиентов и термоударов, приводящих к возникновению термических напряжений в монокристалле.

Ключевые слова: метод Чохральского, расплав кремния, монокристалл, аргон, основной, дополнительный потоки, струи, однородность, кислород, углерод

Введение

Совершенство структуры монокристалла кремния (отсутствие границ зерен, дислокаций, скоплений вакансий, межузельных атомов и низкая плотность их распределения по объему), а также однородность распределения в нем легирующих элементов и фоновых примесей являются основными качественными характеристиками монокристалла,

определяющими его пригодность к использованию в микроэлектронике, силовой электронике и сол-

Критская Татьяна Владимировна¹ — доктор техн. наук, профессор, зав. каф. электронных систем, e-mail: krytskaja2017@ gmail.com; Журавлёв Владимир Николаевич² — доктор техн. наук, начальник сектора, e-mail: ws50@i.ua; Бердников Владимир Степанович³ — доктор физ.-мат. наук, главный научный сотрудник, e-mail: berdnikov@itp.nsk.ru

§ Автор для переписки

нечных элементах. Однородность распределения легирующих элементов обычно оценивается по величине отклонения удельного электрического сопротивления (УЭС) от заданных значений в пределах как долей микрометров, так и нескольких десятков сантиметров по длине и поперечному сечению монокристалла. Распределение фоновых примесей (кислород, углерод) обычно оценивают по изменению их концентраций с использованием метода ИК-поглощения. Количественное содержание кислорода и углерода в оптически активной форме обычно характеризуется по наиболее интенсивным полосам поглощения с волновыми числами 1106 и ~607 см-1 соответственно [ASTM F 1188, F 1391].

Ранее полупроводниковое приборостроение вполне удовлетворяли монокристаллы кремния, выращенные по методу Чохральского (СZ-Si), с плотностью дислокаций менее 10 см⁻², радиальной неоднородностью распределения легирующих элементов на уровне 7—15 % и содержанием кислорода $N_{\rm O}$ в пределах (5—9) · 10^{17} см⁻³. Однако с освоением субмикронных и переходом к наноразмерным технологиям изготовления интегральных схем (ИС) требования к качеству бездислокационных монокристаллов кремния выросли многократно. В частности, радиальный разброс УЭС не должен быть выше ±5 %, концентрация кислорода должна изменяться по длине монокристалла в пределах $(8 \pm 1) \cdot 10^{17} \, \mathrm{cm}^{-3}$ или $(7 \pm 0.5) \cdot 10^{17}$ см⁻³. Содержание углерода N_C по объему не должно превышать $(0,5-1,0) \cdot 10^{16}$ см⁻³, а металлических примесей (железа) — не более $1 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-3}$. Распределение и плотность точечных микродефектов во многом зависят от особенностей распределения и концентрации примесей, а также степени их взаимодействия в процессе выращивания и при последующей термообработке монокристалла. Размеры и плотность распределения микродефектов лимитируются в пределах 0,06—0,07 мкм и 0.12—0.13 см⁻² соответственно [1, 2].

Перечисленные требования диктуются требованиями технологии изготовления ИС: процессами геттерирования, высокоразрешающей фотолитографии, созданием целостного слоя подзатворного оксида с высокими диэлектрическими характеристиками и др. [2, 3—11].

На протяжении последних 50 лет, совершенствование технологии метода — Чохральского предусматривало поэтапное устранение осевой и радиальной неоднородности:

- различные варианты подпитки расплава твердой и жидкой фазами (методы «двойного», «плавающего» тигля [12—15]);
- периодические возмущения установившихся потоков в расплаве (кратковременные отключения вращения тигля [16—18];
- искусственная деформация капиллярного столба под расплавом [5, 19]);

– управление конвективными потоками в расплаве при программируемом изменении скорости вращения кристалла и тигля [20—25].

В последнее время выращивание монокристаллов большого диаметра (более 200 мм) осуществляют при наложении магнитного поля, что подавляет свободную конвекцию и меняет механизм массопереноса в расплаве. Концентрация кислорода при этом может изменяться в широком диапазоне заданных значений от $(4-5) \cdot 10^{17}$ до $(9-18) \cdot 10^{17}$ см⁻³ [26—30].

Все перечисленные выше методы имели своей целью снижение неоднородности распределения легирующих элементов, а более поздние — еще и улучшение осевого распределения кислорода в монокристалле [31—34]. Однако одновременное получение повышенных осевой и радиальной однородности легирующих элементов и кислорода вызывало затруднения, и промышленная реализация некоторых из этих методов не была осуществлена. Также проведение процессов выращивания в соответствии с перечисленными методами не позволяло влиять на распределение и концентрацию углерода в монокристалле. Уменьшение концентрации углерода достигалось увеличением объема инертного газа, омывающего растущий кристалл, и интенсификацией его откачки из камеры выращивания.

Цель работы — установление возможности организации конвективных потоков в расплаве кремния для обеспечения однородности распределения в объеме монокристалла легирующего элемента (кислорода), а также пониженного содержания углерода.

Экспериментальная часть

При проведении настоящих исследований нами было принято во внимание, что давление и динамика потока инертного газа в ростовой камере могут в значительной степени влиять на распределение и концентрацию кислорода в монокристалле [35, 36]. В частности, осуществление процесса выращивания в области малых давлений в камере (0,13—0,76 КПа) и при расходе аргона >15 нл/мин [1] позволяет получить равномерное распределение и концентрацию N_{O} , приближающуюся к значениям для монокристаллов, выращенных в глубоком вакууме. Равномерное распределение кислорода по длине монокристалла обусловлено тем, что радиальное распределение толщин динамического и диффузионного пограничных слоев над поверхностью практически не меняется в течение всего процесса выращивания, т.е. процесс протекает при постоянной скорости испарения SiO. Однако в этом случае возможности регулирования $N_{\rm O}$, в плане достижения оптимального для изготовления ИС значения $8 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, ограничены и сопряжены с большими материальными затратами (высокий расход аргона на плавку, модернизация системы откачки газа и др.).

Анализ режимов течения расплава в окрестности трехфазной линии «фронт кристаллизации — расплав — газовая фаза» показал неоднородность его скорости, возможность «проскальзывания» вдоль кристалла и, как следствие, обеднение кристалла примесью у его боковой поверхности [37, 38]. Обогащенный кислородом у поверхности тигля расплав кремния попадает в подкристальную область, предварительно пройдя под поверхностью расплава между стенкой тигля и растущим кристаллом. Кислород (в виде SiO), являясь летучей примесью, подойдя к поверхности расплава, интенсивно испаряется. Максимальное испарение происходит у стенки тигля. По мере приближения к подкристальной области испарение уменьшается. Режим течения расплава, формируемый под влиянием естественной конвекции и вращения тигля, обеспечивает снижение $N_{\rm O}$ в кристалле, однако, приводит к большому радиальному разбросу $N_{\rm O}$.

Углерод в расплаве кремния является слаболетучей примесью [38, 39], а лимитирующая стадия процесса испарения — поверхностная кинетика:

$$\alpha = \gamma G \left(\frac{kT}{2\pi m} \right)^{1/2},\tag{1}$$

где α — кинетический коэффициент испарения; γ — коэффициент аккомодации (вероятность того, что молекула, попадающая на поверхность, не отразится обратно); G — коэффициент распределения между газовой и жидкой фазами; m — масса молекулы.

Поскольку углерод испаряется из расплава преимущественно в виде CO, его летучесть зависит от концентрации и условий испарения сильно летучей примеси кислорода:

$$\alpha' = \left(\frac{4Df}{\pi L}\right)^{1/2},\tag{2}$$

где α' — диффузионно-конвективный коэффициент испарения; D — коэффициент диффузии примеси в расплаве; f — скорость конвективного потока, поднимающегося из объема расплава и движущегося вдоль его поверхности; L — линейный размер поверхности расплава. (Формулы (1) и (2) приведены для обозначения значимых факторов, влияющих на кинетику процесса испарения (диффузионно-конвективный коэффициент испарения, коэффициент диффузии углерода в расплаве, скорость конвективного потока при испарении в вакуум, размер поверхности расплава, с которой происходит испарение и др.), управляя которыми можно влиять на интенсивность испарения углерода).

В равновесном паре над расплавом преобладают молекулы монооксидов кремния и углерода (SiO, CO). Однако практически парциальное давление CO

значительно меньше, чем SiO, так как концентрация углерода в расплаве кремния полупроводниковой чистоты всегда меньше его концентрации в насыщенном растворе (~ $3\cdot 10^{18}~{\rm cm}^{-3}$). Приповерхностная концентрация сильнолетучей примеси кислорода существенно меньше, чем в объеме расплава кремния. Парциальное давление СО пропорционально низкой поверхностной концентрации кислорода, чем, по существу, и обусловлено слабое испарение углерода. Таким образом, используя поток инертного газа в сочетании со специально инициируемыми конвективными потоками в расплаве, можно добиться высокой радиальной и осевой однородности распределения примесей (кислорода, легирующих элементов, углерода) и интенсифицировать испарение углерода из расплава.

Процесс выращивания монокристаллов кремния проводили на промышленных ростовых установках «Редмет—30». Задача получения монокристаллов кремния с улучшенными свойствами была решена с использованием дополнительной обдувки поверхности расплава специально направленным потоком аргона [40]. Использовались стандартные тепловые узлы под тигли диаметром 330 мм для установок выращивания.

В качестве примера реализации процесса выращивания рассмотрим получение монокристалла кремния диаметром 100 мм из тигля диаметром 330 мм, масса загрузки — 22 кг.

Использовался графитовый нагреватель сопротивления в виде правильной прямой призмы высотой 360 мм, УЭС нагревателя составляло 0,028— 0,03 Ом · см. Электрическая мощность, потребляемая нагревателем, в начале выращивания — 48 кВА, в конце — 52 кВА. Подвод аргона осуществлялся в верхнюю часть ростовой камеры, откачка — через патрубок, расположенный в донной части камеры. Давление в камере в течение процесса выращивания поддерживалось на уровне 10 мм рт. ст. (1,33 кПа). Поток аргона направлялся сверху вниз, соосно с растущим кристаллом, расход газа 15—20 нл/ мин. После установки тигля с кусковой загрузкой кремния внутри нагревателя на удерживающую подставку из графита камера печи вакуумировалась, подавался аргон и осуществлялся процесс плавления загрузки. После полного расплавления кремния перед началом затравливания к поверхности расплава подводилось специальное устройство, включающее сопла из термостойкого материала для подачи дополнительного потока аргона в виде струй. Отверстия в соплах имели диаметр 0,8 мм, расход аргона составлял 1,5—2,0 нл/мин. К поверхности расплава струи аргона подавались под углом 45°, а в среднюю часть свободной поверхности — между растущим кристаллом и тиглем, по «кольцу». Расстояние от отверстия в теле сопла до поверхности расплава в течение всего процесса выращивания составляло 10—15 мм. Кристалл и тигель вращались навстречу друг другу со скоростью $\omega_{\rm kp}=12\div15$ об/мин и $\omega_{\rm T}=3\div5$ об/мин соответственно.

Использование дополнительного потока, имеющего интенсивность истечения в 10 раз меньшую, чем у основного потока, не искажает характер обтекания основным («осевым») потоком поверхности монокристалла, не нарушает «бездислокационного роста», не вызывает увеличения плотности микродефектов, что свидетельствует об отсутствии изменений температурных градиентов и термоударов, приводящих к возникновению термических напряжений в монокристалле.

На рис. 1 представлена схема устройства для осуществления выращивания в потоке аргона для разработанного процесса.

Подача струй аргона осуществлялась из одного или нескольких сопел (до семи), расположенных по окружности на равных расстояниях друг от друга. Рост бездислокационных кристаллов протекал устойчиво. Заданный диаметр поддерживался автоматически при обеспечении постоянного уровня расплава в тигле по отношению к верхней кромке нагревателя. Процесс завершался выращиванием

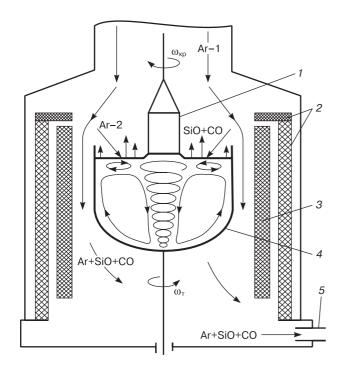


Рис. 1. Схема процесса выращивания в потоке инертного газа:

1 — растущий монокристалл; 2 — теплозащитные экраны; 3 — нагреватель сопротивления; 4 — тигель с расплавом кремния; 5 — патрубок отвода газов из ростовой камеры; 4 — поток аргона, омывающий растущий кристалл (4 — 4 —

Fig. 1. Schematic of single crystal growth in inert gas flow:

(1) growing single crystal, (2) heat screens, (3) resistive heater, (4) crucible with silicon melt, (5) growth chamber gas removal port, Ar–1 argon gas flow circumventing the growing crystal (15—20 nl/min), Ar–2 argon gas flow in the form of jets (1.5—2.0 nl/min)

обратного конуса. Остаток расплава в тигле составлял ~7—10 % от массы загрузки.

Результаты и их обсуждение

Выращенные монокристаллы имели высокую однородность распределения примесей как по длине, так и по перечному сечению. Изменяя количество сопел, добивались различных номинальных значений $N_{\rm O}$, а также характера ее осевого распределения.

В таблице представлены типичные значения концентраций кислорода ($N_{\rm O}$), углерода ($N_{\rm C}$) и УЭС монокристаллов диаметром 100 мм, легированных бором (марка 1A2я O_2 КДБ-10/2,5-102,5), масса загрузки — 22 кг. Монокристаллы выращены по трем различным вариантам технологии:

- вариант 1 (В1): традиционный метод выращивания в потоке инертного газа, $\omega_{\rm kp}=15$ об/мин, $\omega_{\rm T}=5$ об/мин, скорость выращивания 0.8—1.2 мм/мин, изменяющаяся по линейной программе;
- вариант 2 (B2): метод выращивания с программируемым изменением $\omega_{\scriptscriptstyle T}$ в соответствии с работами [20, 41];
- вариант 3 (В3): разработанный метод, использующий обдувку поверхности расплава аргоном из четырех сопел [40, 42].

При определении концентрации кислорода использовался градуировочный коэффициент $2.45 \cdot 10^{17} \ \text{cm}^{-2}.$

Приведенные в таблице данные измерений $N_{\rm O}$, $N_{\rm C}$ и УЭС соответствуют трем сечениям по длине монокристаллов с указанием удаления (в мм) от места выхода монокристалла на постоянный диаметр. Измерения $N_{\rm O}$ и $N_{\rm C}$ проводились по поперечным сечениям образцов, не подвернутых технологическим термообработкам (для удаления термодоноров), а измерения УЭС — после термообработки (650 °C, 30 мин). В результате выращивания по разработанному методу наблюдается повышение однородности распределения УЭС как по длине, так и по поперечному сечению монокристалла.

Значения $N_{\rm O}$ и $N_{\rm C}$ в таблице приведены для центральной и периферийной областей сечения, а значения УЭС усреднены по данным измерений в шести точках сечения. Для лучшей демонстрации характера распределения $N_{\rm C}$ по длине и поперечному сечению монокристалла во всех трех вариантах использовалось кремниевое сырье с $N_{\rm C} = (0.9 \div 1.2) \cdot 10^{17} \; {\rm cm}^{-3}.$

Как следует из данных таблицы, используя обдувку поверхности расплава струями аргона, можно в несколько раз снизить $N_{\rm C}$, вплоть до значений, меньших, чем в исходном сырье.

Разработанный метод позволяет получить существенно более однородное распределение кислорода по поперечному сечению и длине монокристалла по сравнению с двумя другими вариантами

Периферия

Область кристалла	$N_{ m O} \cdot 10^{-18},{ m cm}^{-3}$			$N_{ m C}\cdot 10^{-16}$, см $^{-3}$			УЭС, Ом · см		
	B1	B2	В3	B1	B2	B3	B1	B2	В3
Верх (20 мм): Центр Периферия	1,1 0,93	0,95 0,9	0,92 0,9	4,0 3,6	3,8 4,0	0,7 0,8	12,2 11,5	12,0 11,7	11,6 11,4
Середина (300—320 мм): Центр Периферия	0,82 0,72	0,81 0,78	0,81 0,78	5,0 5,1	5,1 4,6	1,2 1,1	10,2 9,8	9,8 9,4	10,5 10,3
Низ (700—800 мм): Центр	0,63	0,66	0,71	12,0	13,0	1,7	7,3	7,5	8,6

11,0

0,68

Типичные значения параметров монокристаллов, выращенных по трем вариантам технологии [Typical parameters of single crystals grown using three process variants]

выращивания. В частности, для метода программируемого изменения $\omega_{\rm T}[20,41]$ характерно увеличение радиальной неоднородности распределения $N_{\rm O}$ в нижней части монокристалла.

0,56

Использование разработанного метода позволяет на 35—40 % увеличить длину монокристалла с нормированной $N_{\rm O}$ в пределах (8 \pm 1) \cdot 10^{17} см⁻³ и радиальным разбросом $N_{\rm O}$ \leq 5 %.

В процессе исследований было установлено, что наилучшее распределение $N_{
m O}$ наблюдается при обдувке из 4—7 сопел, а наибольшее снижение $N_{\rm C}$ — при обдувке из 6—7 сопел. Чтобы ограничить поступление углерода из атмосферы ростовой камеры достаточно одного сопла, при этом $N_{\rm C}$ в монокристалле примерно соответствует $N_{\rm C}$ в сырье. Для получения значения $N_{\rm C}$, гарантированно меньшего, чем в загрузке, предпочтительнее обдувка из 7 сопел. При выращивании монокристаллов для применения в микроэлектронике не допускается использование сырья с $N_{\rm C} > (0.8 \div 1.0) \cdot 10^{17} {\rm cm}^{-3}$. Поэтому, проводя очистку сырья с меньшей $N_{\rm C}$, реально получить в монокристалле более низкие значения $N_{\rm C}$, чем приведенные в таблице (вариант 3). Вариант наиболее интенсивной очистки от углерода в большей степени может себя оправдать для процессов, использующих более дешевое углеродсодержащее сырье, например при выращивании слитков мультикристаллического кремния для фотоэлектрических преобразователей.

Для проведения аналогичного процесса при легировании фосфором необходима корректировка количества вносимой лигатуры, так как эта примесь гораздо более летуча и имеет существенно меньший $K_{\rm эфф}$, чем бор. Во избежание интенсивного испарения фосфора целесообразно уменьшить количество сопел до 2—3 или снизить расход потока аргона из сопел до ~1,2 нл/мин. Поскольку в случае легирования фосфором углерод интенсивнее оттесняется в жидкую фазу, чем при легировании бором [40], принятие таких мер оказывается достаточным для снижения $N_{\rm C}$ в монокристаллах, легированных фосфором.

На рис. 2—4 представлены распределения $N_{\rm O}$ по длине и поперечному сечению, а также характер распределения $N_{\rm C}$ по длине монокристаллов, выращенных по традиционному и разработанному методам (варианты 1 и 3 соответственно).

6,9

Реализация разработанного процесса выращивания приводит к улучшению однородности микрораспределения бора, что показали измерения УЭС с шагом 0,01 мм. Микронеоднородность распределения кислорода также ниже (рис. 5). Измерения проводились на ИК-спектрометре Фурье IFS-113V фирмы Bruker (Германия) с шагом 1 мм. Диаметр сканирующего пучка составлял 0,5 мм. Установлено, что микронеоднородность распределения кислорода по верхнему сечению составляет ± 20 % (традиционный метод) и ± 6 % (разработанный метод), а по нижнему сечению — ± 15 и ± 5 % соответственно.

Управление потоками естественной и принудительной конвекции в расплаве кремния может в достаточной мере повлиять на характер распределения легирующих и фоновых примесей в

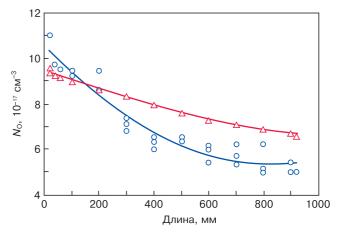


Рис. 2. Распределение концентрации кислорода по длине монокристаллов, выращенных традиционным (\bigcirc) и разработанным (\triangle) методами. Марка кремния 1A2яO₂ КДБ 10/2,5–102,5. Масса загрузки 22 кг. Измерения проводили по центру сечения

Fig. 2. Oxygen concentration distribution along crystal length for (\bigcirc) conventional and (\triangle) designed growth methods. Silicon Grade 1A2yaO₂ KDB–10/2.5–102.5, charge weight: 22 kg, measured at the center of section

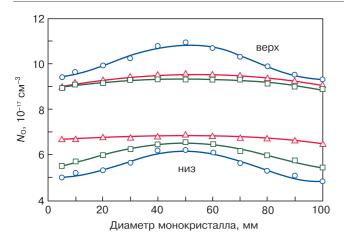


Рис. 3. Распределение кислорода по верхним и нижним поперечным сечениям монокристаллов, выращенных традиционным (○), разработанным (△) методами, а также при программируемом изменении Ф_т (□). Марка кремния 1А2яО₂ КДБ10/2,5. Масса загрузки 22 кг. Удаление сечений от места выхода на постоянный диаметр: 20 мм (верх) и 800 мм (низ)

Fig. 3. Oxygen distribution in top and bottom cross–sections of single crystals grown with (\bigcirc) conventional and (\triangle) designed methods and (\square) with programmable ω_c variation. Silicon Grade 1A2yaO₂ KDB–10/2.5, charge weight: 22 kg, section distances from constant crystal diameter establishment point: 20 mm (top) and 800 mm (bottom)

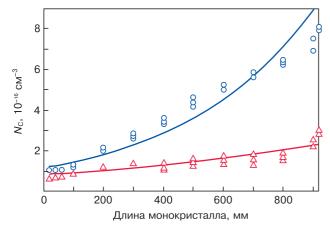


Рис. 4. Распределение концентрации углерода по длине монокристаллов, выращенных традиционным (\bigcirc) и разработанным (\triangle) методами. Марка кремния $1A29O_2$ КДБ-10/2,5-102,5. Масса загрузки 22 кг. Измерения проводили по центру сечения. Концентрация углерода в исходном сырье (5-7) \cdot 10^{16} см $^{-3}$

Fig. 4. Carbon concentration distribution along crystal length for (○) conventional and (△) designed growth methods. Silicon Grade 1A2yaO₂ KDB−10/2.5−102.5, charge weight: 22 kg, measured at center of section, carbon concentration in charge: (5–7) · 10¹⁶ cm⁻³

монокристалле. Создание конвективных потоков, обусловленных действием изменяющихся по мере роста кристалла скорости выращивания, потоков тепловой конвекции, скорости вращения кристалла и тигля позволяет улучшить его однородность, но не всегда обеспечивает требуемый уровень концентрации и макро— и микрооднородности распределения легирующих элементов, кислорода и углерода. Использование дополнительной обдувки поверхности расплава струями аргона является достаточно эф-

фективной мерой улучшения качественных параметров монокристалла.

Тем не менее, проблема управления концентрацией кислорода, поступающего в расплав вследствие взаимодействия расплава кремния с материалом кварцевого тигля, не может быть решена без использования внешних энергетических воздействий. Выращивание в магнитном поле на существующем промышленном оборудовании [43] показало, что концентрация кислорода имеет тенденцию к снижению в пределах 1,5—2,0 раз. Однако существующие в настоящее время технологии выращивания монокристаллов в магнитном поле не обеспечивают его концентрацию менее $4 \cdot 10^{17}$ см $^{-3}$, и дальнейшее снижение $N_{\rm O}$ без понимания реально протекающих процессов при кристаллизации и оптимизации управляющих внешних энергетических воздействий представляется проблематичным. Необходим учет межпримесного взаимодействия (обусловленного деформационными, электростатическими, химическими процессами [44]), фазовых превращений в области существования твердых и жидких растворов, электромагнитных и гравитационных эффектов, сопровождающих процесс кристаллизации, противодействия формирующейся структуры кристалла принудительным воздействиям, нарушающим процесс свободной кристаллизации (принцип Ле Шателье—Брауна) [45]. Известными проявлениями такого противодействия являются следующие:

– превалирование вклада кристаллографической ориентации при встраивании атомов кремния на фронте кристаллизации над процессами нормально-тангенциального роста [1];

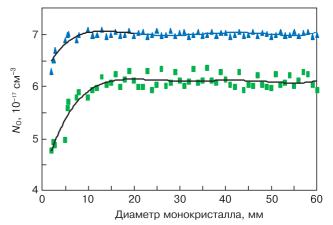


Рис. 5. Микрораспределение кислорода по поперечному сечению монокристаллов кремния, выращенных по разработанному (▲) методу и методу с программируемым изменением ω₁ (■). Марка кремния 1А2яО₂ КДБ 10/2,5–102,5. Удаление сечений от места выхода на постоянный диаметр составляет 700 мм. Масса загрузки 22 кг

Fig. 5. Oxygen microdistribution in cross–sections of silicon single crystals grown (\blacktriangle) using designed method and (\blacksquare) with programmable ω_c variation. Silicon Grade 1A2yaO $_2$ KDB–10/2.5–102.5, section distances from constant crystal diameter establishment point: 700 mm, charge weight: 22 kg

- сброс внутренних упругих напряжений, возникающих при росте кристалла, за счет формирования областей с меньшей плотностью упаковки атомов [44];
- устойчивый механизм полигонизации при нарушении скоростного режима выращивания сильнолегированных монокристаллов [47, 48] и др.

Действие управляющих внешних энергетических воздействий должно быть согласованным с процессами самоорганизации системы (равновесная кристаллизация, фазовые переходы, изменение электронной структуры близлежащих атомов, изменение положения уровня Ферми при введении примеси), чтобы получить кристалл с заданными свойствами [49]. В частности, недавно обнаруженный эффект возникновения магнитного поля при вращении молекул, содержащих атомы кислорода и углерода [50], позволяет надеяться, что при встраивании атомов этих элементов в кристалл под действием внешнего магнитного поля их концентрации могут изменяться, и этим процессом можно будет управлять.

Заключение

Разработан метод выращивания с использованием дополнительной обдувки поверхности расплава струями аргона. Выращенные монокристалы имеют протяженность участка с $N_{\rm O}=(8\pm1)\times 10^{17}~{\rm cm}^{-3}$ и радиальным разбросом $N_{\rm O}\le 5$ % на 35—40 % большую, чем полученные по традиционному методу Чохральского или при программированном изменении скорости вращения тигля.

Установлено, что использование дополнительной обдувки позволяет уменьшить $N_{\rm C}$ в монокристаллах вплоть до значений, меньших, чем в исходном сырье.

Показано, что выращенные по разработанному методу монокристаллы имеют более высокую (в пределах 5-6%) микрооднородность распределения легирующих элементов и кислорода.

Дальнейшее решение проблемы выращивания высокооднородных монокристаллов с гарантируемыми свойствами потребует согласованности внешних энергетических воздействий с энергиями атомов кристаллизуемого вещества и учета вклада процесса самоорганизации системы.

Библиографический список

- 1. Критская Т. В. Современные тенденции получения кремния для устройств электроники: монография. Запорожье: Изд–во ЗГИА, 2013. 353 с.
- 2. Тасит Мурки. Закон Мура против наномеров. URL: http://subscribe.ru/archive/comp.news.ixbt/201111/02111527.html
- 3. Mozer A. P. Silicon wafer technology. Status and overlook at the millennium and a decade beyond // Solid State Phenomena. 1999. V. 69–70. P. 1—12. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.69-70.1
- 4. Фистуль В. И. Физика и материаловедение полупроводников с глубокими уровнями. М.: Металлургия, 1992. 240 с.

- 5. Barraclough K. G. Oxygen in Czochralski silicon for ULSI // J. Cryst. Growth. 1990. V. 99, Iss. 1—4, Pt 2. P. 654—664. DOI: 10.1016/S0022-0248(08)80002-4
- 6. Monkowski J. R. Gettering processes for defect control // Solid State Technology. 1981. V. 24, N 7. P. 44—51.
- 7. Петлицкий А. Н., Пономарь В. Н., Тарасик М. И., Янченко А. М. Формирование воспроизводимого геттера в кремнии // Изв. вузов. Цветная металлургия. 1987. \mathbb{N} 5. С. 50—54.
- 8. Петлицкий А. Н. Особенности геттерирования примесей в кислородсодержащем кремнии: автореф. дисс. к. ф.–м. н. Минск, 2004.21 с.
- 9. Voronkov V. V., Falster R. Grown–in microdefects, residual vacancies and oxygen precipitation bands in Czochralski silicon // J. Cryst. Growth. 1999. V. 204, Iss. 4. P. 464—474. DOI: 10.1016/S0022-0248(99)00202-X
- 10. Ravi K. V. Materials quality and materials cost. Are they on a collision course? // Solid State Phenovena. 1999. V. 69–70. P. 103—110. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.69-70.103
- 11. Puzanov N. I., Eidenzon A. M. Selective interaction of twin boundaries with vacancies and self–interstitials in dislocation–free Si tetracrystals // J. Cryst. Growth. 1997. V. 178, Iss. 4. P. 459—467. DOI: 10.1016/S0022-0248(97)00005-5
- 12. Дашевский М. Я. Особенности технологии выращивания совершенных и однороднолегированных монокристаллов кремния // Научн. шк. моск. гос. ин-та стали и Сплавов: 75 лет: Становление и развитие. М.: Изд-во МИСиС, 1997. С. 462—468.
- Технология полупроводникового кремния / Под ред.
 С. Фалькевича. М.: Металлургия, 1992. 408 с.
- 14. Мевиус В. И., Пульнер Э. О. Исследование течения расплава кремния в плавающем тигле // Цветные металлы. 1985. № 9. С. 56-58.
- 15. Таиров Ю. М., Цветков В. Ф. Технология полупроводниковых и диэлектрических материалов. М.: Высшая школа, 1990. 424 с.
- 16. Пат. 4040895 (США). Control oxygen in silicon crystals / W. J. Patrick, W. A. Westdorp, 1977.
- 17. Верезуб Н. А., Леднев А. К., Мяльдун А. З., Полежаев В. И., Простомолотов А. И. Физическое моделирование конвективных процессов при выращивании кристаллов методом Чохральского // Кристаллография. 1999. Т. 44, № 6. С. 1125—1131
- 18. Верезуб Н. А., Жариков Е. В., Мяльдун А. З., Простомолов А. И. Анализ воздействия низкочастотных вибраций на температурные пульсации в расплаве при выращивании кристаллов методом Чохральского // Кристаллография. 1996. Т. 41, № 2. С. 354—361.
- 19. Любалин М. Д. Влияние параметров процесса получения полупроводниковых кристаллов методом Чохральского на температуру расплава и газа вблизи фронта кристаллизации // Цветные металлы. 1987. № 3. С. 66—68.
- 20. Пат. 2077615 (РФ). Способ выращивания монокристаллов кремния / З. А. Сальник, Ю. А. Микляев, 1997.
- 21. Software for optimization and process development of crystal growth from melt and solution. URL: www.str-soft.com
- 22. Мюллер Г. Выращивание кристаллов из расплава. Конвекция и неоднородности. М.: Мир, 1991. 149 с.
- 23. Бердников В. С., Винокуров В. А., Винокуров В. В., Гапонов В. А. Влияние режимов конвективного теплообмена в системе тигель расплав кристалл на форму фронта кристаллизации в методе Чохральского // Тепловые процессы в технике. 2011. Т. 3, № 4. С. 177—186.
- 24. Ши Д. Численные методы в задачах теплообмена. М.: Мир, 1988. 544 с.
- 25. Kobeleva S. P., Anfimov I. M., Berdnikov V. S, Kritskaya T. V. Possible causes of electrical resistivity distribution inhomogeneity in Czochralski grown single crystal silicon // Modern Electronic Materials. 2019. V. 5, Iss. 1. P. 27—32. DOI: 10.3897/j. moem.5.1.46315
- 26. Gelfgat Yu. M. Rotating magnetic fields as a means to control the hydrodynamics and heat/mass transfer in the processes of bulk single crystal growth // J. Cryst. Growth. 1999. V. 198–199. Pt 1. P. 165—165. DOI: 10.1016/S0022-0248(98)01192-0
- 27. Пат. 6156119 (США). Silicon single crystals and method for producing the same / H. Ryoji, J. Kouichi, O. Tomohiko, 1998.
- 28. Пат. 6113688 США. Process for producing single crystal / K. Souroku, J. Makoto. 2000.
- 29. Ткачева Т. М., Горин С. О., Лаптев А. В. и др. Примесная неоднородность и структура бесдислокационных монокристаллов

кремния, выращенных методом Чохральского в магнитном поле // Свойства легированных полупроводниковых материалов: Сб. научн. тр. М.: Наука, 1990. С. 127—131.

- 30. Handbook of semiconductor silicon technology / Ed. by W. C. O'Mara, R. B. Herring, L. P. Hunt. Park Ridge (New Jersey): NOYES Publications, 1990. 795 p.
- 31. Туровский Б. М. Влияние вращения тигля с расплавом на содержание кислорода в кристаллах кремния, выращенных по методу Чохральского // Научные труды Гиредмета. Т. 25. М.: Металлургия, 1969. С. 113—116.
- 32. Evstratov I. Yu., Kalaev V. V., Nabokov V. N., Zhmakin A. I., Makarov Yu. N., Abramov A. G., Ivanov N. G., Rudinsky E. A., Smirnov E. M., Lowry S. A., Dornberger E., Virbulis J., Tomzig E., Ammon W. V. Global model of Czochralski silicon growth to predict oxygen content and thermal fluctuations at the melt-crystal interface // Microelectronic Engineering. 2001. V. 56, Iss. 1–2. P. 139—142. DOI: 10.1016/S0167-9317(00)00516-5
- $33.\,$ Kalaev V. V. Combined effect of DC magnetic fields and free surface stresses on the melt flow and crystallization front formation during 400 mm diameter Si Cz crystal growth // J. Cryst. Growth. 2007. V. 303, Iss. 1. P. 203—210. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2006.11.345
- 34. Chen J.-C., Guo P.-C., Chang C.-H., Teng Y.-Y., Hsu C., Wang H.-M., Liu C.-C. Numerical simulation of oxygen transport during the Czochralski silicon crystal growth with a cusp magnetic field // J. Cryst. Growth. 2014. V. 401. P. 888—894. DOI: 10.1016/j. jcrysgro.2013.10.040
- 35. Chartier C. P., Sibley C. B. Czochralski silicon crystal growth at reduced pressures // Solid State Technology. 1975. V. 8, N 2. P. 31—33.
- 36. Заявка 2548046 (ФРГ). Verfharen zur Herstellung einkristalliner Siliciumstäbe // Wacker–Chemitronic Ges. für Electronik–Grundstoffe mbit; aut. Stock H., Ellbrunner A. Anm. 27.10.75; Off. 28.04.77. МКИ: B01j 17/18
- 37. Xin Liu, Hirofumi Harada, Yoshiji Miyamura, Xue-feng Han, Satoshi Nakano, Shin-ichi Nishizawa, Koichi Kakimoto. Numerical analyses and experimental validations on transport and control of carbon in Czochralski silicon crystal growth // J. Cryst. Growth. 2018. V. 499. P. 8—12. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2018.07.020
- 38. Liu X., Nakano S., Kakimoto K. Development of carbon transport and modeling in Czochralski silicon crystal growth // Cryst. Res. Technol. 2017. V. 52, Iss. 1. P. 1600221(11 pp.). DOI: 10.1002/crat.201600221

- 39. Torbjörn Carlberg. A quantitative model for carbon incorporation in Czochralski silicon melts // J. Electrochem. Soc. 1983. V. 130, N 1. P. 168—171. DOI: 10.1149/1.2119648
- 40. Критская Т. В. Свойства монокристаллов кремния, выращенных по методу Чохральского, при управлении потоками поверхностного тепло-массопереноса // Теория и практика металлургии. 2005. № 4—5. С. 79—83.
- 41. Пат. 2076909 (РФ). Способ выращивания монокристаллов кремния / З. А. Сальник, Ю. А. Микляев. 1997.
- 42. А. с. 327429 СССР. Способ получения монокристаллов кремния / В. Е. Бевз, Н. Н. Данилейко, А. И. Голубов, Т. В. Критская, Б. Л. Шкляр, Э. С. Фалькевич. 1990.
- $43.\ PVA$ TePla AG Germany. Crystal Growing Systems: Contigo Concept GmbH & Co. URL: www. pvatepla.com
- 44. Фистуль В. И. Взаимодействие примесей в полупроводниках. М.: Наука, 1999. 318 с.
- 45. Васильев А. В., Баранов А. И. Дефектно-примесные реакции в полупроводниках. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2001. 256 с.
- 46. Фрицлер К. Б. Формирование огранки и кристаллической структуры кремния, выращенного методом бестигельной зонной плавки. Дисс. канд. физ.—мат. наук. Новосибирск, 2012. 149 с
- 47. Критская Т. В., Головко О. П. Деформационное дефектообразование в процессе роста монокристаллов кремния по методу Чохральского // Металлургия. Труды запорожской государственной инженерной академии. Запорожье: ЗГИА, 2003. Вып. 7. С. 64—66.
- 48. Головко О. П., Критская Т. В., Куцев М. В. Образование поликристаллической области в сильнолегированных монокристаллах кремния // Изв. вузов. Материалы электронной техники. 2001. № 4. С. 38—40.
- 49. Критская Т. В., Журавлев В. Н. Гипотеза протекания процесса выращивания монокристаллов с аналитически прогнозируемыми электрофизическими параметрами // Тезисы докладов международной конференции «Кремний–2016». Новосибирск, 2016. С. 91.
- 50. Земля. Хроники жизни: Вращение молекулы впервые сняли на видео. URL: http://earth-chronicles.ru/news/2019-07-30-130983

Статья поступила в редакцию 30 октября 2019 г.

 $\label{eq:linear_control_control_control} Izvestiya\ vuzov.\ Materialy\ elektronnoi\ tekhniki = Materials\ of\ Electronics\ Engineering.\ 2019,\ vol.\ 22,\ no.\ 3,\ pp.\ 158-167.$ DOI: 10.17073/1609-3577-2019-3-158-167

Opportunity to use inert gas flow for control of qualitative characteristics of the grown silicon single crystals

T. V. Kritskaya^{1,§}, V. N. Zhuravlev², V. S. Berdnikov³

¹ Engineering Institute of Zaporizhzhya National University, 226 Soborny Ave., Zaporizhzhia 69006, Ukraine

² Zaporozhye Machine-Building Design Bureau Progress State Enterprise named after Academician A.G. Ivchenko, ² Ivanova Str., Zaporizhzhia 69068, Ukraine

³ Kutateladze Institute of Thermophysics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 1 Academician Lavrentieva Ave., Novosibirsk 630090, Russia

Abstract. The process of growing silicon single crystals by the Czochralski method has been improved, which involves the use of two argon streams. 1st, the main flow, 15—20 nl/min, is directed from top to bottom along the growing single crystal. It captures the reaction products of the melt with a quartz crucible (mainly SiO), removes them from the chamber through a nozzle in the lower part of the chamber and provide dislocation—free single crystals from large loads. Similar processes are known and widely used in world practice since the 1970s. 2nd, additional flow, 1.5—2 nl/min, is directed at an angle

Information about authors:

Tatyana V. Kritskaya^{1,§}: Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of Department (krytskaja2017@gmail.com); Vladimir N. Zhuravlev²: Dr. Sci. (Eng.), Chief of Sector (ws50@i.ua); Vladimir S. Berdnikov³: Dr. Sci. (Phys.–Math.), Header of Laboratory (berdnikov@itp.nsc.ru)

of 45° to the surface of the melt in the form of jets from nozzles arranged in a ring. This flow initiates the formation of a region of turbulent melt flow, which isolates the crystallization front from convective flows enriched with oxygen, and also enhances the evaporation of carbon from the melt. It is confirmed that the oxygen evaporated from the melt (in the form of SiO) is a «transport» for non–volatile carbon. Carrying out industrial processes showed that the carbon content in the grown single crystals can be significantly reduced, up to values smaller than in the feedstock. In single crystals grown using two argon streams, an increased macro– and micro–uniformity of the oxygen distribution, a significantly larger crystal length with a given, constant oxygen concentration, were also recorded. Achieving a carbon concentration of 5 to 10 times less than in the feedstock is possible with small amounts of argon for melting (15—20 nl/min compared to 50—80 nl/min used in conventional processes. The use of an additional argon flow, which has an outflow intensity 10 times lower than that of the main flow, does not distort the nature of the flow around the single crystal surface ("axial"), does not disrupt the growth of a dislocation–free single crystal, does not increase the density of microdefects, which indicates the absence of changes in temperature gradients and thermal shock leading to thermal stresses in a single crystal.

Keywords: Czochralski method, silicon melt, single crystal, argon, main, additional flows, jets, uniformity, oxygen, carbon

References

- 1. Kritskaya T. V. Sovremennye tendentsii polucheniya kremniya dlya ustroistv elektroniki [Current trends in the production of silicon for electronic devices]. Zaporozhye: Izd-vo ZGIA, 2013, 353 p. (In Russ.)
- 2. Tasit Murki. Zakon Mura protiv nanomerov [Moore's law against nanomeres]. (In Russ.). URL: http://subscribe.ru/archive/comp.news.ixbt/201111/02111527.html
- 3. Mozer A. P. Silicon wafer technology. Status and overlook at the millennium and a decade beyond. *Solid State Phenomena*, 1999, vol. 69–70, pp. 1—12. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.69-70.1
- 4. Fistul V. I. *Fizika i materialovedenie poluprovodnikov s glubokimi urovnyami* [Physics and materials science of semiconductors with deep levels]. Moscow: Metallurgiya, 1992, 240 p. (In Russ.)
- 5. Barraclough K. G. Oxygen in Czochralski silicon for ULSI. J. Cryst. Growth, 1990, vol. 99, no. 1–4, pt 2, pp. 654—664. DOI: 10.1016/S0022-0248(08)80002-4
- 6. Monkowski J. R. Gettering processes for defect control. Solid $State\ Technology,\ 1981,\ vol.\ 24,\ no.\ 7,\ pp.\ 44-51.$
- 7. Petlitsky A. N., Ponomar V. N., Tarasik M. I., Yanchenko A. M. Formation of a reproducible getter in silicon. *Izv. vuzov. Tsvetnaya metallurgiya.* 1987, no. 5, pp. 50—54. (In Russ.)
- 8. Petlitsky A. N. Osobennosti getterirovaniya primesei v kislorodsoderzhashchem kremnii [Features of the gettering of impurities in oxygen-containing silicon]. Summary Diss. Cand. Sci. (Phys.-Math.). Minsk, 2004, 21 p. (In Russ.)
- 9. Voronkov V. V., Falster R. Grown-in microdefects, residual vacancies and oxygen precipitation bands in Czochralski silicon. J. Cryst. Growth, 1999, vol. 204, no. 4, pp. 464—474. DOI: 10.1016/S0022-0248(99)00202-X
- 10. Ravi K. V. Materials quality and materials cost. Are they on a collision course? *Solid State Phenovena*, 1999, vol. 69–70, pp. 103—110. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.69-70.103
- 11. Puzanov N. I., Eidenzon A. M. Selective interaction of twin boundaries with vacancies and self–interstitials in dislocation–free Si tetracrystals. *J. Cryst. Growth*, 1997, vol. 178, no. 4, pp. 459—467. DOI: 10.1016/S0022-0248(97)00005-5
- 12. Dashevskii M. Ya. Osobennosti tekhnologii vyrashchivaniya sovershennykh i odnorodnolegirovannykh monokristallov kremniya [Features of the technology of growing perfect and uniformly doped silicon single crystals]. *Nauchn. shk. mosk. gos. in-ta stali i Splavov: 75 let: Stanovlenie i razvitie.* Moscow: Izd-vo MISiS, 1997, pp. 462—468. (In Russ.)
- 13. Tekhnologiya poluprovodnikovogo kremniya [Technology of semiconductor silicon]. Ed. E. S. Falkevich. Moscow: Metallurgiya, 1992, 408 p. (In Russ.)
- 14. Mevius V. I., Pulner E. O. Investigation of the flow of silicon melt in a floating crucible. *Tsvetnye metally*, 1985, no. 9, pp. 56—58. (In Russ)
- 15. Tairov Yu. M., Tsvetkov V. F. Tekhnologiya poluprovodnikovykh i dielektricheskikh materialov [Technology of semiconductor and dielectric materials]. Moscow: Vysshaya shkola, 1990, 424 p. (In Russ.)
- 16. Patent 4040895 (USA). Control oxygen in silicon crystals. W. J. Patrick, W. A. Westdorp, 1977.
- 17. Verezub N. A., Lednev A. K., Myaldun A. Z., Polezhaev V. I., Prostomolotov A. I. Physical modeling of convective processes during crystal growth by the Czochralski method. *Kristallografiya*, 1999, vol. 44, no. 6, pp. 1125—1131. (In Russ.)

- 18. Verezub N. A., Zharikov E. V., Myaldun A. Z., Prostomolov A. I. Analysis of the effect of low–frequency vibrations on temperature pulsations in a melt during crystal growth by the Czochralski method. *Kristallografiya*, 1996, vol. 41, no. 2, pp. 354—361. (In Russ.)
- 19. Lyubalin M. D. Effect of parameters of the process of obtaining semiconductor crystals by the Czochralski method on the temperature of the melt and gas near the crystallization front. Ts-vetnye metally, 1987, no. 3, pp. 66—68. (In Russ.)
- 20. Patent 2077615 (RF). Sposob vyrashchivaniya monokristallov kremniya [A method of growing silicon single crystals]. Z. A. Salnik, Yu. A. Miklyaev, 1997.
- 21. Software for optimization and process development of crystal growth from melt and solution. URL: www.str-soft.com
- 22. Müller G. Crystal growth from the melt. Convection and heterogeneity. Berlin; Heidelberg: Springer–Verlag, 1988, 138 p.
- 23. Berdnikov V. S., Vinokurov V. A., Vinokurov V. V., Gaponov V. A. The influence of convective heat transfer regimes in a crucible-melt-crystal system on a shape of the solidification front in Czochralski method. *Teplovye protsessy v tekhnike* = *Thermal Processes in Engineering*, 2011, vol. 3, no. 4, pp. 177—186. (In Russ.)
- 24. Shi D. Chislennye metody v zadachakh teploobmena [Numerical methods in heat transfer problems]. Moscow: Mir, 1988, $554\,\mathrm{p.}$ (In Russ.)
- 25. Kobeleva S. P., Anfimov I. M., Berdnikov V. S, Kritskaya T. V. Possible causes of electrical resistivity distribution inhomogeneity in Czochralski grown single crystal silicon. *Modern Electronic Materials*, 2019, vol. 5, no. 1, pp. 27—32. DOI: 10.3897/j. moem.5.1.46315
- 26. Gelfgat Yu. M. Rotating magnetic fields as a means to control the hydrodynamics and heat/mass transfer in the processes of bulk single crystal growth. *J. Cryst. Growth*, 1999, vol. 198–199, pt $\,$ 1, pp. 165—165. DOI: 10.1016/S0022-0248(98)01192-0
- 27. Patent 6156119 (USA). Silicon single crystals and method for producing the same. H. Ryoji, J. Kouichi, O. Tomohiko, 1998.
- 28. Patent 6113688 (USA). Process for producing single crystal. K. Souroku, J. Makoto, 2000.
- 29. Tkacheva T. M., Gorin S. O., Laptev A. V. et al. Impurity heterogeneity and structure of dislocation—free silicon single crystals grown by the Czochralski method in a magnetic field. Svoistva legirovannykh poluprovodnikovykh materialov [Properties of doped semiconductor materials]. Moscow: Nauka, 1990, pp. 127—131. (In Russ.)
- 30. Handbook of semiconductor silicon technology. Ed. by W. C. O'Mara, R. B. Herring, L. P. Hunt. Park Ridge (New Jersey): NOYES Publications, 1990, 795 p.
- 31. Turovskii B. M. The effect of rotation of a crucible with a melt on the oxygen content in silicon crystals grown by the Czochralski method. *Nauchnye trudy Giredmeta* [Scientific works of Giredmet]. Vol. 25. Moscow: Metallurgiya, 1969, pp. 113—116. (In Russ.)
- 32. Evstratov I. Yu., Kalaev V. V., Nabokov V. N., Zhmakin A. I., Makarov Yu. N., Abramov A. G., Ivanov N. G., Rudinsky E. A., Smirnov E. M., Lowry S. A., Dornberger E., Virbulis J., Tomzig E., Ammon W. V. Global model of Czochralski silicon growth to predict oxygen content and thermal fluctuations at the melt-crystal interface. *Microelectronic Engineering*, 2001, vol. 56, no. 1–2, pp. 139—142. DOI: 10.1016/S0167-9317(00)00516-5
- $33.\,$ Kalaev V. V. Combined effect of DC magnetic fields and free surface stresses on the melt flow and crystallization front formation

- during 400 mm diameter Si Cz crystal growth. *J. Cryst. Growth*, 2007, vol. 303, no. 1, pp. 203—210. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2006.11.345
- 34. Chen J.-C., Guo P.-C., Chang C.-H., Teng Y.-Y., Hsu C., Wang H.-M., Liu C.-C. Numerical simulation of oxygen transport during the Czochralski silicon crystal growth with a cusp magnetic field. *J. Cryst. Growth*, 2014, vol. 401, pp. 888—894. DOI: 10.1016/j. jcrysgro.2013.10.040
- 35. Chartier C. P., Sibley C. B. Czochralski silicon crystal growth at reduced pressures. *Solid State Technology*, 1975, vol. 8, no. 2, pp. 31—33.
- 36. Application 2548046 (Germany). Verfharen zur Herstellung einkristalliner Siliciumstäbe. Wacker-Chemitronic Ges. für Electronik-Grundstoffe mbit, H. Stock, A. Ellbrunner.
- 37. Xin Liu, Hirofumi Harada, Yoshiji Miyamura, Xue-feng Han, Satoshi Nakano, Shin-ichi Nishizawa, Koichi Kakimoto. Numerical analyses and experimental validations on transport and control of carbon in Czochralski silicon crystal growth. *J. Cryst. Growth*, 2018, vol. 499, pp. 8—12. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2018.07.020
- 38. Liu X., Nakano S., Kakimoto K. Development of carbon transport and modeling in Czochralski silicon crystal growth. *Cryst. Res. Technol.*, 2017, vol. 52, no. 1, p. 1600221(11 pp.). DOI: 10.1002/crat.201600221
- 39. Torbjörn Carlberg. A quantitative model for carbon incorporation in Czochralski silicon melts. *J. Electrochem. Soc.*, 1983, vol. 130, no. 1, pp. 168—171. DOI: 10.1149/1.2119648
- 40. Kritskaya T. V. Properties of silicon single crystals grown by the Czochralski method in controlling flows of surface heat and mass transfer. *Teoriya i praktika metallurgii*, 2005, no. 4–5, pp. 79—83. (In Russ.)
- 41. Patent 2076909 (RF). Sposob vyrashchivaniya monokristallov kremniya [A method of growing silicon single crystals]. Z. A. Salnik, Yu. A. Miklyaev, 1997.

- 42. Certificate of authorship 327429 (USSR). Sposob polucheniya monokristallov kremniya [A method of obtaining silicon single crystals] V. E. Bevz, N. N. Danileiko, A. I. Golubov, T. V. Kritskaya, B. L. Shklyar, E. S. Falkevich, 1990.
- $43.\,$ PVA TePla AG Germany. Crystal Growing Systems: Contigo Concept GmbH & Co. URL: www. pvatepla.com
- 44. Fistul V. I. *Vzaimodeistvie primesei v poluprovodnikakh* [Interaction of impurities in semiconductors]. Moscow: Nauka, 1999, 318 p. (In Russ.)
- 45. Vasiliev A. V., Baranov A. I. *Defektno-primesnye reaktsii v poluprovodnikakh* [Defective-impurity reactions in semiconductors]. Novosibirsk: Izd-vo SO RAN, 2001, 256 p. (In Russ.)
- 46. Fritzler K. B. Formirovanie ogranki i kristallicheskoi struktury kremniya, vyrashchennogo metodom bestigel'noi zonnoi plavki [The formation of the faceting and crystalline structure of silicon grown by the crucibleless zone melting method]. Diss. Cand. Sci. (Phys.–Math.). Novosibirsk, 2012, 149 p. (In Russ.)
- 47. Kritskaya T. V., Golovko O. P. Deformation defect formation during the growth of silicon single crystals by the Czochralski method. Metallurgy. *Proceedings of the Zaporizhzhya State Engineering Academy*. Zaporozhye: ZGIA, 2003, no. 7, pp. 64—66. (In Russ.)
- 48. Golovko O. P., Kritskaya T. V., Kutsev M. V. Formation of a polycrystalline region in heavily doped silicon single crystals. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*, 2001, no. 4, pp. 38—40. (In Russ.)
- 49. Kritskaya T. V., Zhuravlev V. N. Hypothesis of the process of growing single crystals with analytically predicted electrophysical parameters. Tezisy dokladov mezhdunarodnoi konferentsii «Kremnii–2016» = Abstracts of the International Conference «Silicon–2016». Novosibirsk, 2016, p. 91. (In Russ.)
- 50. Earth. Chronicles of Life: The rotation of the molecule was first filmed. (In Russ). URL: <code>http://earth-chronicles.ru/news/2019-07-30-130983</code>

Received October 30, 2019