

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ И МАТЕРИАЛОВ

SIMULATION OF PROCESSES AND MATERIALS

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2022. Т. 25, № 3. С. 202—213.
DOI: 10.17073/1609-3577-2022-3-202-213

УДК 621.315.5:548.59:669.7

Технология и термомеханика при выращивании трубчатых монокристаллов кремния

© 2022 г. Н. А. Вerezуб¹, Л. В. Кожитов², Т. Т. Кондратенко³,
А. И. Простомолотов¹✉, И. В. Силаев⁴

¹ *Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского Российской академии наук,
просп. Вернадского, д. 101, корп. 1, Москва, 119526, Российская Федерация*

² *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация*

³ *Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук,
Ленинский просп., д. 53, Москва, 119991, Российская Федерация*

⁴ *Северо-Осетинский государственный университет,
ул. Ватутина, д. 44–46, Владикавказ, Республика Северная Осетия – Алания, 362025,
Российская Федерация*

✉ Автор для переписки: aprosto@inbox.ru

Аннотация. Рассмотрена проблема выращивания высокоомных малодислокационных трубчатых монокристаллов кремния для непланарных технологий изготовления эпитаксиальных $p-n$ -переходов и производства силовых полупроводниковых приборов нового поколения. Обсуждены возможности выращивания объемных профилированных кристаллических изделий методом Степанова, применение которого основано на использовании формообразователей различных конструкций. В том числе, обсуждены недостатки применения формообразователей, связанные с загрязнением расплава инородными частицами и примесями. Основное внимание уделено применению оборудования, реализующего кристаллический рост из расплава без формообразователя по методу Чохральского. Дан предварительный анализ процессов термомеханики применительно к существующему и хорошо отлаженному процессу выращивания методом Чохральского поликристаллических сильно дислокационных кремниевых труб большого диаметра для эпитаксиальных реакторов. Отмечено, что для выращивания трубчатых малодислокационных монокристаллов кремния малого диаметра требуется существенная модернизация стандартного теплового узла, которая в данной работе реализована применительно к установке «РЕДМЕТ–10» для метода Чохральского. С помощью компьютерного моделирования проведен

© 2022 National University of Science and Technology MISiS.

This is an open access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (CC-BY 4.0), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

расчет процессов термомеханики в такой модернизированной установке. Выполнена характеристика параметров выращенных трубчатых монокристаллов кремния, дана оценка их пригодности для изготовления силовых полупроводниковых приборов по непланарной технологии.

Ключевые слова: кремниевые трубы, выращивание монокристаллов, термомеханика, компьютерное моделирование

Благодарности: Компьютерное моделирование выполнено по теме государственного задания ИПМех РАН (№ госрегистрации АААА–А20–120011690136–2).

Для цитирования: Вerezub Н.А., Кожитов Л.В., Кондратенко Т.Т., Простомолотов А.И., Силаев И.В. Технология и термомеханика при выращивании трубчатых монокристаллов кремния. *Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники*. 2022; 25(3): 202–213. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2022-3-202-213>

Technology and thermomechanics in growing tubular silicon single crystals

N. A. Verezub¹, L. V. Kozhitov², T. T. Kondratenko³,
A. I. Prostomolotov¹✉, I. V. Silaev⁴

¹ *Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences,
101–1 Vernadskii Ave., Moscow 119526, Russian Federation*

² *National University of Science and Technology MISiS,
4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation*

³ *Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences,
53 Leninskiy Ave., Moscow, 119991, Russian Federation*

⁴ *North Ossetian State University after K.L. Khetagurov,
44–46 Vatutina Str., Vladikavkaz, North Ossetia–Alania Republic 362025, Russian Federation*

✉ Corresponding author: aprosto@inbox.ru

Abstract. The problem of growing high–resistance low–dislocation tubular silicon single crystals for non–planar manufacturing technologies of epitaxial p – n junctions and the production of new–generation power semiconductor devices is considered. The possibilities of Stepanov method for growing volumetric profiled crystalline products, the application of which is based on the use of shapers of various designs, are discussed. In particular, the shortcomings of shapers associated with the melt contamination by foreign particles and impurities are discussed. Therefore, the main attention is paid to the use of equipment that implements crystal growth from a melt without a shaper by Czochralski method. The processes of thermal mechanics are preliminary analyzed in relation to the existing and well–established process of growing polycrystalline highly dislocation silicon pipes of large diameter by Czochralski method for epitaxial reactors.

It is noted that the growth of tubular low–dislocation small diameter silicon single crystals requires a significant modernization of the standard hot zone, which in this work is implemented for “REDMET–10” Czochralski furnace. By means of computer simulation, thermal mechanical processes are calculated for such a modernized Czochralski furnace. The parameters of grown tubular silicon single crystals are characterized, and their manufacturing suitability for power semiconductor devices using nonplanar technology is assessed.

Keywords: silicon, pipes, single crystal growth, thermal mechanics, computer simulation

Acknowledgments. Computer modeling was performed on the topic of the state task of Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics, RAS (state registration number AAAA-A20-120011690136-2).

For citation: Verezub N.A., Kozhitov L.V., Kondratenko T.T., Prostomolotov A.I., Silaev I.V. Technology and thermomechanics in growing tubular silicon single crystals. *Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoi tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2022; 25(3): 202—213. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2022-3-202-213>

Введение

Для выращивания кристаллических изделий сложной объемной формы используется явление капиллярного формообразования при кристаллизации расплава методом Степанова [1]. В зарубежной литературе метод Степанова носит название EFG (*Edge Film Growth*). В процессе кристаллизации необходимо управлять капиллярными явлениями, определяющими форму капиллярного столба расплава под вытягиваемым из него кристаллом. Конструкция формообразователя влияет на условия выращивания кристаллического изделия. Важным является как смачиваемость материала формообразователя расплавом, так и условия проведения процесса:

- температура в зоне кристаллизации;
- скорость вытягивания;
- уровень расплава в тигле по отношению к формообразователю;
- охлаждение растущего кристалла.

В методе Степанова размеры и форма вытягиваемого кристаллического изделия определяются геометрией формообразователя, давлением, под которым расплав подается в формообразователь, положением и формой поверхности кристаллизации, а также формой кристаллической затравки, поперечное сечение которой должно совпадать с сечением получаемого изделия. Таким образом, сущность управления процессом кристаллизации в этом методе в значительной мере заключается в управлении капиллярными явлениями вне зависимости от того, как проводится вытягивание: со свободной поверхности расплава или с использованием дополнительных приспособлений, облегчающих формообразование. Иногда этот метод рассматривают как развитие метода Чохральского [2].

Различные варианты метода Степанова для выращивания из расплава профильных кристаллических стержней, лент, трубок, а также схемы соответствующих устройств формообразования приведены в работе [3]. В работе [3] обращается внимание на то, что формообразующее устройство изолирует некоторый небольшой объем расплава, подлежащий кристаллизации, от остальной его части. Это позволяет с помощью небольшой регулировки нагревательной мощности (по сравнению с общей мощностью ростовой установки) управлять процессом кристаллизации.

Эффективность материала формообразователя зависит от параметров его смачиваемости расплавом. Например, угол смачивания жидким кремнием формообразователя из графита составляет 30° , а из кварцевого стекла он существенно выше — 87° . Поэтому высота подъема расплава в плоской капиллярной щели из графита значительно выше, чем в кварцевой щели [4]. Большая химическая активность расплавленного кремния и высокие требования к чистоте получаемых кристаллов накладывают ограничения на выбор материала формообразователя, который должен обладать или чрезвычайно малой растворимостью в жидком кремнии, или состоять из электрически неактивных в кремнии элементов (например углерода, кремния, азота, кислорода). Поскольку первое условие выполнить трудно из-за высокой растворимости большинства элементов в расплаве кремния, то обычно формообразователи изготавливают из графита, плавленного кварца, карбида кремния, нитрида кремния. Чаще всего используют высокоплотный мелкозернистый графит с плотностью 1,9 г/см³ и более. Преимущество кварца состоит в полном отсутствии химического взаимодействия с жидким кремнием [4]. Крепление формообразователя на держателе, который выполняет также функции экрана, позволяет отделять его от остатков расплава после окончания процесса, что делает возможным многократное использование формообразователя [5]. Диаметр кристалла и его изменение определяются формой мениска и положением фронта кристаллизации (ФК) [6]. Основными параметрами управления положением ФК являются скорость вытягивания кристалла, температура в мениске расплава и температурные градиенты в кристалле и расплаве [7]. На форму мениска влияет геометрия формообразователя и давление, под которым расплав подается в формообразующее отверстие [8]. Температурные градиенты в расплаве и кристалле зависят от взаимного расположения элементов графитовой оснастки тепловой зоны, атмосферы выращивания и скорости вращения затравочного кристалла [9]. Также на качество кристаллического изделия влияет движение ФК под действием случайных скачкообразных и периодических возмущений [10]. В сравнении с методом Чохральского область и величины возможных возмущений свободной поверхности расплава оказываются ограниченными,

что способствует контролируемому формообразованию [2].

Большое внимание уделяется исследованию устойчивости процесса кристаллизации при выращивании кремниевых труб методом Степанова. Показано, что устойчивость ростового процесса настолько велика, что удается выращивать одновременно несколько трубок из независимо размещенных в тигле формообразователей. В зарубежных работах теоретически рассчитано [11] и экспериментально проверено [12] влияние асимметрии теплового поля на высоту мениска расплава. Показано, что толщина стенки трубы уменьшается по мере увеличения скорости вытягивания, так как при высоких скоростях на ФК начинает преобладать скрытая теплота кристаллизации. Для выращивания кремниевых труб [5] применялась тепловая зона круглой формы с резистивным нагревом. Выращивание проводили в потоке аргона со скоростью до 6 см/мин. При получении кремниевых труб полунепрерывным способом растущий кристалл в ходе вытягивания выводится из ростовой камеры на воздух через специальное выпускное устройство, которое предотвращало попадание воздуха в камеру. В качестве выпускного устройства может быть использован бесконтактный водоохлаждаемый холодильник, что позволяет дополнительно увеличить производительность процесса. В настоящее время полунепрерывный способ применяется для получения кремниевых труб диаметром до 12 мм. При выращивании труб диаметром 6 мм толщина стенки изменялась по периметру в пределах 0,35—0,45 мм. Однако путем соответствующего подбора тепловых экранов можно добиться равномерного распределения температуры на рабочих кромках формообразователей. Несмотря на возможность выращивания кремниевых труб в устойчивом режиме асимметрия теплового поля, которая практически всегда имеется в реальных ростовых установках, создает трудность получения труб с одинаковой толщиной стенок по периметру.

Недостатком трубчатых изделий, которые выращиваются из расплава с применением формообразователя методом Степанова, является столбчатая поликристаллическая структура с высокой плотностью дислокаций (10^6 — 10^7 см⁻²), включение инородных частиц (SiC) и других загрязняющих примесей, проникающих из формообразователя и ухудшающих электрические свойства материала. Кроме того, применение формообразователя с узким питающим каналом не позволяет использовать важное управляющее воздействие вращения трубы и тигля. В целом, можно заключить, что существующие способы получения профилированных изделий из кремния выращиванием из расплава через формообразователь, находящийся в контакте с расплавом, не обеспечивают получение моно-

кристаллической структуры профилированного изделия.

Выращивание кремниевых труб большого диаметра методом Чохральского

Первые практические применения метода Чохральского для высокоскоростного выращивания кремниевых труб большого диаметра показаны в работе [13]. Недостатком таких ростовых процессов являются остаточные напряжения в трубе. При изготовлении на ее основе кремниевого реактора путем сварки или пайки отдельных составных частей последние испытывают локальные температурные воздействия в области места сварки, что приводит к появлению вторичных остаточных термических напряжений. Присутствие напряжений затрудняет механическую обработку труб, снижает их ресурс работы. В работе [14] исследовали поля температур и напряжений в таких кремниевых трубах, выращенных в тепловом узле установки «ЕКЗ-1600 ЭЛМА».

Математическая модель для определения распределения температур в выращиваемой трубе (внутренний диаметр $r_1 = 145$ мм, внешний — $r_2 = 155$ мм) соответствует геометрии реальной установки. Для сравнения полученных данных проведено моделирование распределения температур в трубе с иной геометрией ($r_1 = 75$ мм, $r_2 = 155$ мм). Градиенты температур вблизи ФК для двух вариантов кремниевых труб представлены в табл. 1.

Распределение температур в ростовом узле и выращиваемой кремниевой трубе показано на рис. 1. Следует отметить, что в данном ростовом узле взаимное расположение поверхности расплава и верхней кромки нагревателя отличается от принятого: поверхность расплава на 3,5 см выше верхней кромки нагревателя.

Эта особенность метода обеспечивает рост кристалла из «холодного» расплава, причем значительные изменения скорости роста (см. табл. 1) фактически не меняют значение температурного

Таблица 1

Осевые градиенты температуры [К/см] на ФК в кремниевых трубах при разных скоростях вытягивания V_p
Axial temperature gradients [K/cm] on FC in silicon tubes at different pulling rates V_p

V_p , мм/мин	Труба 1	Труба 2	
	gradT(r_2)	gradT(r_1)	gradT(r_2)
1,5	111	89	96
3,0	112	92	96
4,5	113	95	98

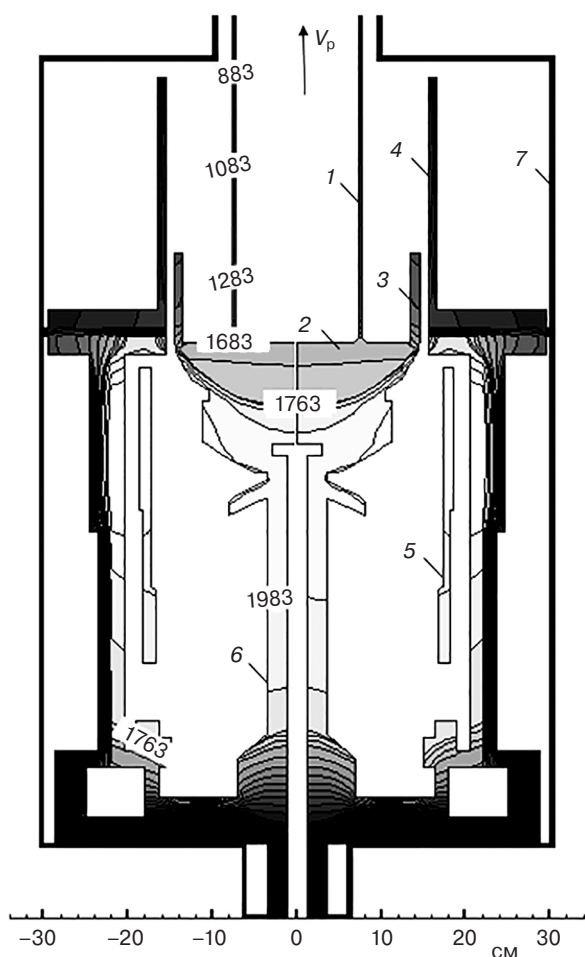


Рис. 1. Распределение температур [K] в установке «EKZ-1600ЭЛМА» для выращивания кремниевых труб большого диаметра:

1 — труба; 2 — расплав; 3 — тигель; 4 — тепловой экран; 5 — нагреватель; 6 — полый нижний шток; 7 — корпус.

Здесь и далее: V_p — скорость вытягивания трубы

Fig. 1. Temperature distribution [K] in the EKZ-1600ELMA installation for growing silicon pipes of large diameter: (1) pipe; (2) melt; (3) crucible; (4) heat shield; (5) heater; (6) hollow lower rod; (7) case.

Here and below: V_p is the pipe pulling speed

градиента и профиль распределения температур в трубе. Другая причина такого явления — малый объем единицы длины трубы и большая излучающая поверхность единицы ее объема по сравнению со сплошным кристаллом. Радиальные градиенты температур для трубы 1 близки к нулю по причине малой толщины стенок и достаточной теплопроводности кремния, а для трубы 2 составляют порядка 1 К/см, что несущественно. В работе [15] приведены известные максимальные значения термоупругих напряжений в монокристаллах кремния: в небольших по диаметру кристаллах они составляют единицы МПа; в кристаллах диаметром 200 мм — от 13,4 до 16,2 МПа. Для труб 1 и 2 максимальные значения достигаются вблизи ФК и составляют 23,1 и 30,9 МПа, соответственно. Затем, на расстоянии 1–2 см, значение напряжений существенно снижается и далее составляет не более 1 МПа. Мож-

но предположить, что термоупругие напряжения такой величины вблизи ФК, превышающие предел прочности кремния, способны вызывать образование трещин в выращиваемых трубах.

Модернизация оборудования и выращивание трубчатых монокристаллов кремния малого диаметра методом Чохральского

В последнее время актуальными стали разработки непланарных технологий на основе монокристаллических труб кремния малого диаметра, предназначенных для изготовления на их основе мощных силовых полупроводниковых приборов [16]. Для преодоления недостатков метода Степанова было предложено выращивать трубчатые монокристаллы кремния методом Чохральского. Выращивание труб малого диаметра (35 мм) сопряжено со значительными трудностями. В работе [17] использован специально модернизированный тепловой узел ростовой установки «РЕДМЕТ-10». В его стандартную конструкцию были внесены существенные изменения, при этом особенности ростового процесса следующие:

- использование полый цилиндрической монокристаллической затравки;
- перераспределение основного теплового потока к расплаву от дна тигля;
- вращение в одну сторону тигля и трубчатой затравки.

Была изготовлена дополнительная графитовая оснастка для теплового узла ростовой установки «РЕДМЕТ-10» (рис. 2), которая позволяет стабильно выращивать полый цилиндрический монокристалл на цилиндрическую затравку.

Устройство для выращивания полых цилиндрических монокристаллов кремния включает вакуумную камеру (на рис. 2 не показана), в которой размещен тепловой узел. Тепловой узел содержит цилиндрический резистивный нагреватель 1, в полости которого размещен полый цилиндрический держатель 2. В верхней части держателя 2 расположен кварцевый плавильный тигель 3 для кремниевого расплава, имеющий плоское дно. Под дном установлена графитовая диафрагма 4. В нижней части стенки держателя 2 выполнены прорези 5. Параллельно поверхности кремниевого расплава расположен нижний торец полый цилиндрической затравки 6 монокристалла кремния, верхний торец которой закреплен в подвесе 7 механизма вертикального перемещения и вращения (на рис. 2 не показан). Верхний торец затравки 6 закрыт теплоизоляционным материалом — графитовым войлоком.

Тигель 3 экранирован по боковой поверхности с помощью конусного экрана 8. Держатель 2 закреплен на платформе, установленной на цилиндрическом полом водоохлаждаемом штоке 9, соеди-

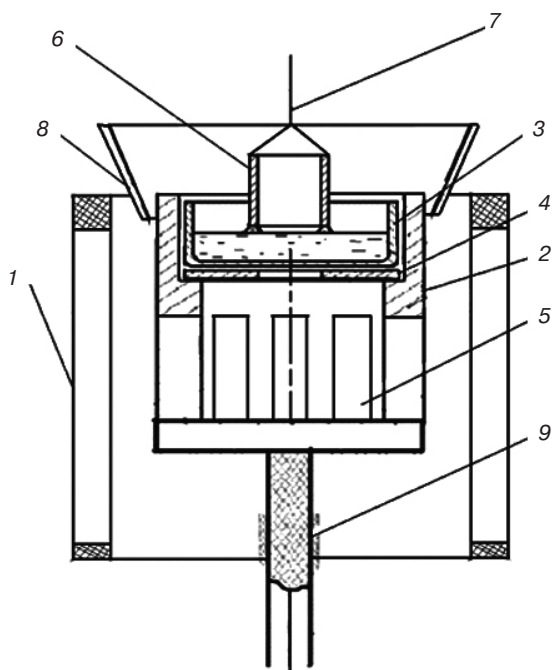


Рис. 2. Модернизированный тепловой узел «РЕДМЕТ-10» для выращивания трубчатых монокристаллов кремния малого диаметра:

1 — цилиндрический резистивный нагреватель; 2 — подставка-держатель; 3 — кварцевый тигель; 4 — графитовая подставка; 5 — окна в подставке; 6 — трубчатая затравка; 7 — подвес затравки; 8 — конусный тепловой экран; 9 — полый водоохлаждаемый шток

Fig. 2. Modernized thermal unit «REDMET-10» for growing tubular silicon monocrystals of small diameter:
(1) cylindrical resistive heater; (2) stand-holder; (3) quartz crucible; (4) graphite stand; (5) windows in the stand; (6) tubular seed; (7) seed suspension; (8) conical heat shield; (9) hollow water-cooled rod

ненном с механизмом вертикального перемещения и вращения (на рис. 2 не показан). Дно тигля 3 находится на расстоянии 50—80 мм от поверхности платформы.

Нагреватель 1, держатель 2, тигель 3, диафрагма 4, затравка 6, экран 8 и шток 9 установлены симметрично относительно общей центральной оси вращения [18]. Сохранен стандартный нагреватель диаметром 160 мм.

В измененной схеме [19] уменьшен диаметр опорной платформы с 200 до 60 мм. Изготовлен опорный стакан-подставка высотой 150 мм, зазор от дна тигля до поверхности платформы составляет от 80 до 100 мм. Величина зазора между дном тигля и поверхностью опорной платформы на штоке может изменяться с помощью сменных графитовых колец в пределах 25 мм. Такое расположение тигля внутри теплового узла предназначено для осуществления донного нагрева в тигле. Величина хода штока для перемещения тигля с расплавом относительно верхнего торца нагревателя составляла 110 мм. Боковой конусный экран предназначен для регулировки теплового потока, падающего с внешней стороны на затравку и на поверхность растущего кристалла. Затравки с внешним диаме-

тром 35 мм и толщиной стенки 3 мм вырезали механически из монокристаллического слитка кремния, выращенного методом Чохральского с плотностью дислокаций 10^2 см^{-2} . Слитки подвергали травлению для удаления механически нарушенного поверхностного слоя. Направление роста $\langle 111 \rangle$ совпадало с центральной продольной осью цилиндра.

Для изготовления приборов на основе неплавленного кремния требовалось выращивать профильный монокристалл наружным диаметром до 4 см с толщиной стенки 1—1,2 см [20]. Скорость вытягивания составляла порядка 0,5—0,8 мм/мин. Вращение затравки и тигля с частотой 6—8 об/мин в одну сторону в процессе роста монокристалла позволяет стабилизировать сечение полого монокристаллического профиля.

Загрузка — кремний марки КЭФ-0.02, расход аргона составлял 960 л/ч при давлении 1100—1600 Па. Процесс разращивания (затравления) кристалла осуществлялся путем перемещения ростовой сборки по вертикали.

Разработана методика измерения и проведены непосредственные измерения температуры в тигле с расплавом с помощью семи вольфрамо-рениевых термопар. Экспериментально определено оптимальное положение конусного экрана относительно тигля с расплавом, этому соответствовала мощность нагревателя в пределах 44—50 кВт и расположение тигля на уровне кромки нагревателя. Проведенные измерения указывают на возможность такого распределения температуры по зеркалу расплава, при котором расплав внутри трубы имеет температуру на несколько градусов выше, чем расплав между внешней стенкой затравки и стенкой плавильного тигля. Такое распределение температуры обеспечивает стабильное сохранение полости внутри растущего кристалла.

Для исследования влияния тепловых условий процесса выращивания на геометрические параметры и плотность дислокаций использованы два вида конусных тепловых экранов 8 (см. рис. 2) высотой 110 мм:

1. Графитовый экран со слоем теплоизолирующего материала (углеволок) толщиной 10 мм на внутренней стороне, при этом температура внутренней поверхности экрана изменялась от 1150 °C на нижнем основании конуса до 950 °C на верхнем основании («холодный» экран).

2. Графитовый экран толщиной 3 мм. Температура внутренней поверхности изменялась от 1350 °C на нижнем основании конуса до 1150 °C на верхнем основании («горячий» экран).

Для проведения исследований полученные монокристаллы были разрезаны на кольца согласно схемам, представленным на рис. 3.

Измерения геометрических размеров образца, полученного при «холодном» экране, показали,

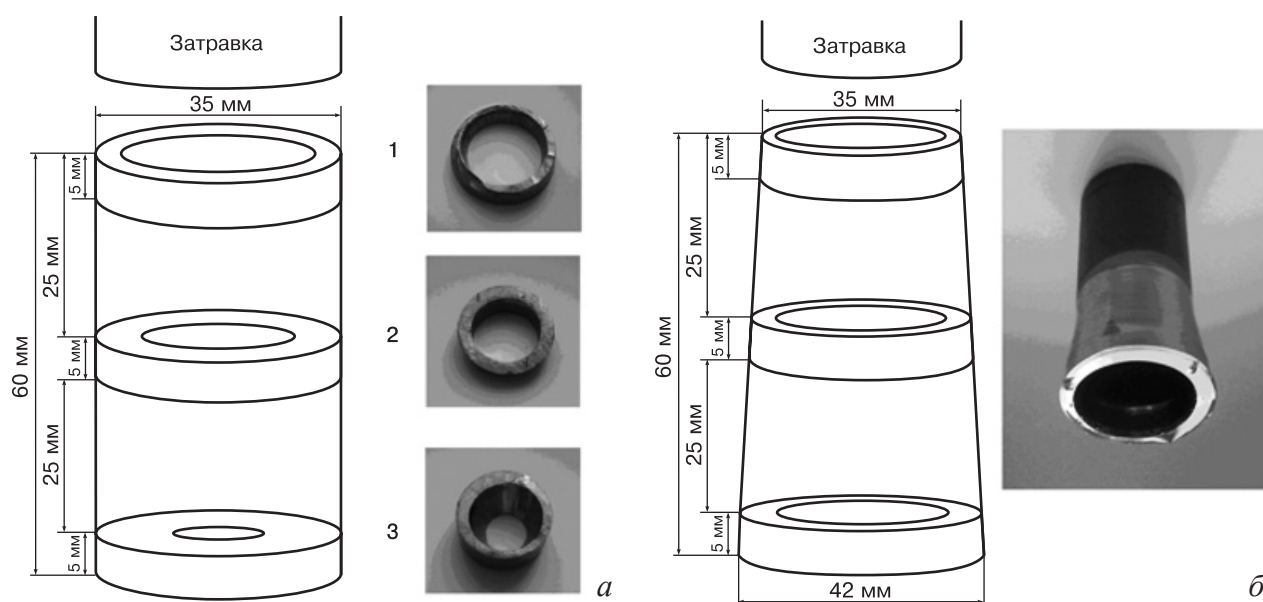


Рис. 3. Схема резки профильного монокристалла кремния, выращенного методом Чохральского в двух вариантах: а — «холодный»; б — «горячий» экран

Fig. 3. Scheme for cutting a profile silicon single crystal grown by the Czochralski method in two versions: (a) "cold" screen; (b) "hot" screen

что его наружный диаметр постоянный (35 мм), а внутренний уменьшается от 29 мм в начале процесса до 18 мм на длине 60 мм, при этом толщина стенки изменяется от 3 до 8,5 мм соответственно. При «горячем» экране внешний диаметр трубки увеличивается от 35 до 42 мм, а внутренний — от 29 до 36 мм. Толщина стенки сохраняется постоянной (3—3,5 мм).

В выращенных образцах профильных монокристаллов кремния выполнены исследования плотности дислокаций по длине и сечению на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-3» методом съемки «кривых качания» [21]. По результатам измерений (табл. 2) можно сделать вывод, что среднее значение их плотности в случае «холодного» экрана на 3—4 порядка выше, чем для «горячего» экрана.

Также проведены измерения удельного электросопротивления ($\rho_{\text{УЭС}}$) образцов четырех зондовым методом на установке «ВИК УС 07», сопряженной с компьютером. Из результатов измерений

следует, что значения $\rho_{\text{УЭС}}$ для «холодного» экрана существенно превышают эти значения в случае «горячего» экрана (см. табл. 2).

Таким образом, тепловые условия процесса выращивания определяют как геометрические, так и структурные параметры профильного монокристалла кремния. Эти условия можно изменять, применяя тепловой узел разработанной конструкции.

Выбранный способ нагрева тигля на установке «РЕДМЕТ-10» можно рассматривать как начальный шаг к последующей разработке специальных установок и тепловых узлов для вытягивания трубчатых монокристаллических изделий малого диаметра из расплава по методу Чохральского. По результатам ростовых экспериментов можно сказать, что метод Чохральского позволяет выращивать полые цилиндрические монокристаллы кремния в виде труб с плотностью дислокаций не выше 10^4 см^{-2} . Выращенные образцы трубчатых монокристаллов кремния марки КЭФ-0.02 име-

Таблица 2

Результаты исследования параметров образцов профильных монокристаллов кремния по методу Чохральского

Results of the study of the parameters of samples of profile silicon single crystals by the Czochralski method

№	Температура по экрану	Геометрическая форма	Плотность дислокаций, см^{-2}	$\rho_{\text{УЭС}}$, Ом · см
1	1150—950 °С, «холодный» экран	Наружный диаметр постоянный. Внутренний диаметр уменьшается. Толщина стенки увеличивается.	$3 \cdot 10^6 — 8 \cdot 10^7$	0,061—0,069
2	1350—1150 °С, «горячий» экран	Наружный диаметр увеличивается. Внутренний диаметр увеличивается. Толщина стенки постоянная.	$8 \cdot 10^2 — 10^4$	0,030—0,039

ют плотность дислокаций на уровне 10^3 – 10^4 см $^{-2}$ и пригодны для изготовления цилиндрических подложек большого диаметра для формирования непланарных эпитаксиальных p – n –переходов и производства силовых полупроводниковых приборов нового поколения.

Компьютерное моделирование процессов термомеханики при выращивании трубчатых монокристаллов малого диаметра методом Чохральского

Разработанный расчетный макет модифицированного теплового узла показан на рис. 4.

Для моделирования применяли математическую модель метода Чохральского [22] и программный комплекс *Crystmo/Net* [23].

Движение расплава описывается уравнениями Навье–Стокса для вязкой несжимаемой жидкости с теплофизическими свойствами, зависящими от

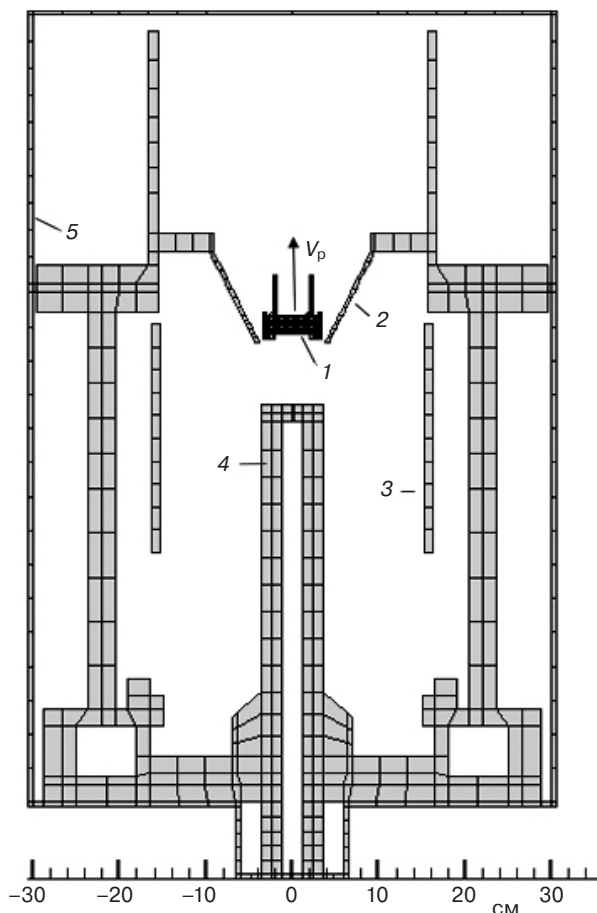


Рис. 4. Расчетная схема теплового узла для выращивания монокристаллических труб кремния методом Чохральского на установке «РЕДМЕТ–10»:

1 — ростовая сборка (трубка и расплав кремния, кварцевый тигель, подставка тигля); 2 — тепловой экран; 3 — нагреватель; 4 — полый нижний шток; 5 — корпус

Fig. 4. Calculation scheme of the thermal unit for growing single-crystal silicon pipes by the Czochralski method on the REDMET-10 installation: (1) growth assembly (tube and silicon melt, quartz crucible, crucible support); (2) heat shield; (3) heater; (4) hollow lower rod; (5) case

температуры (коэффициенты вязкости, теплопроводности, теплоемкости). Коэффициенты диффузии примесей считаются постоянными. Предполагается, что между кристаллом (твердой фракцией) и расплавом (жидкой фракцией) существует промежуточная фракция — область кристаллизации при значениях температуры T , больших температуры солидуса T_{sol} и меньших температуры ликвидуса T_{liq} , в которой задается линейное изменение доли жидкой фракции посредством коэффициента $\beta = (T - T_{sol}) / (T_{liq} - T_{sol})$.

Для расплава решаются уравнения Навье–Стокса и неразрывности:

$$\frac{\partial(\rho \mathbf{V})}{\partial t} + \nabla(\rho \mathbf{V} \mathbf{V}) = -\nabla p + \nabla(\mu \nabla \mathbf{V}) + \rho \mathbf{g},$$

$$\text{div}(\rho \mathbf{V}) = 0,$$

где $\mathbf{V}$ — вектор скорости; p — давление; $\mathbf{g}$ — вектор гравитации; μ — динамическая вязкость; ρ — плотность расплава. Граничные условия для скорости течения расплава соответствуют условию прилипания на твердых стенках тигля, ФК и скольжению вдоль открытой поверхности расплава.

Для расплава и кристалла уравнение теплопереноса записывается относительно энтальпии как

$$H = c_p T,$$

где c_p — теплоемкость, задаваемая постоянной величиной, а также с учетом зависимостей плотности и теплопроводности от температуры:

$$\frac{\partial(\rho H)}{\partial t} + \nabla(\rho \mathbf{V} H) = \nabla(\lambda \nabla T).$$

Для кристаллизующейся фазы уравнение теплопереноса записывается в следующем виде:

$$\frac{\partial(\rho H)}{\partial t} + V_p \frac{\partial(\rho H)}{\partial z} = \nabla(\lambda \nabla T) + Q,$$

где λ — теплопроводность; V_p — постоянная скорость вытягивания кристалла вдоль оси; Q — объемный источник $Q = \beta H_L$, учитывающий выделение скрытой теплоты кристаллизации H_L в области кристаллизации. В кристалле при $T < T_{sol}$ коэффициент $\beta = 0$.

Значения теплофизических параметров, задействованных в расчетах, представлены в табл. 3.

На внутренних открытых поверхностях выполняется условие теплового баланса в виде:

$$-(\lambda_k \nabla T_k) \cdot \mathbf{n} = \alpha_h (T_k - T_{gas}) + \epsilon_k \sigma_{S-B} (T_k^4 - T_{eff,k}^4).$$

здесь ϵ_k — коэффициент черноты поверхности; σ_{S-B} — постоянная Стефана–Больцмана; $T_{eff,k}$ — эффективная радиационная температура среды для этой поверхности [22].

Таблица 3

Теплофизические параметры для расчета радиационно–кондуктивного теплопереноса
Thermophysical parameters for calculating radiative–conductive heat transfer

Элемент теплового узла	Теплофизические параметры			
	ρ , г/см ³	c_p , Дж/(г · К)	ε^*	λ , Вт/(см · К)
Кристалл кремния	2,33	0,95	0,7	$-0,47 + 2,0 \cdot 10^{-4}T + 580/T$
Расплав кремния	2,53	1,00	0,3	1,00
Кварцевый тигель	2,20	1,24	0,8	0,04
Твердый графит	2,00	1,50	0,8	$0,7587 - 4,8751 \cdot 10^{-4}T +$ $+ 1,369 \cdot 10^{-7}T^{-2} - 1,6226 \cdot 10^{-11}T^{-3}$
Графитовое волокно	0,14	2,00	0,8	$9,0 \cdot 10^{-4} + 9,0 \cdot 10^{-7}T +$ $+ 4,5 \cdot 10^{-10}T^{-2} + 1,5 \cdot 10^{-13}T^{-3}$
Сталь	7,874	0,449	0,4	0,22

* ε — коэффициент черноты.

Предполагаются два механизма теплообмена на поверхности k , имеющей температуру T_k и принадлежащей материалу с теплопроводностью λ_k .

1. Конвективная теплопередача с коэффициентом поверхностного теплообмена α_h из внешней среды, имеющей температуру T_{gas} .

2. Радиационный теплообмен с «видимыми» окружающими поверхностями радиационной кюветы.

В рассматриваемом варианте тигель и кристалл вращаются в одну сторону с частотой 10 об/мин. Расчетные параметры (критерии подобия) следующие: $Re = 2120$, $Gr = 6,2 \cdot 10^6$, $Pr = 10^{-2}$. В расчетах варьировали вертикальное положение тигельной сборки 1 относительно неподвижных элементов теплового узла 2—5.

Результаты параметрических расчетов приведены на рис. 5 и 6: тепловые поля в ростовой сборке и структура течения расплава для двух характерных ее положений. Изотерма $T = 1683$ К соответствует ФК для кремния.

В самом нижнем положении ростовой сборки (рис. 5) боковые стенки тигля практически не закрыты экраном и значительно прогреваются за счет радиационного потока тепла от нагревателя.

В самом верхнем положении ростовой сборки (рис. 6) боковая стенка тигля с расплавом полностью закрыта от радиационного потока тепла от нагревателя.

При этом преобладает донный нагрев, что заметно по перегреву центра расплава. Вытягивание трубки заданного диаметра происходит устойчиво. Однако при этом, по сравнению с предыдущим вариантом, примерно на 20 % увеличивается мощность нагревателя.

Можно отметить характерную особенность процессов теплопереноса в тепловом узле «РЕДМЕТ–10», что особенно заметно для верхнего

положения ростовой сборки, когда нужный прогрев дна тигля достигается после надлежащего нагрева вершины нижнего штока 4 (см. рис 4). Процесс нагрева тигля происходит как бы в два этапа: на первом за счет тепловой радиации от нагревателя нагревается вершина нижнего штока 4 до значительной температуры, а на втором этапе тепловая радиация от штока снизу приводит к разогреву дна тигля.

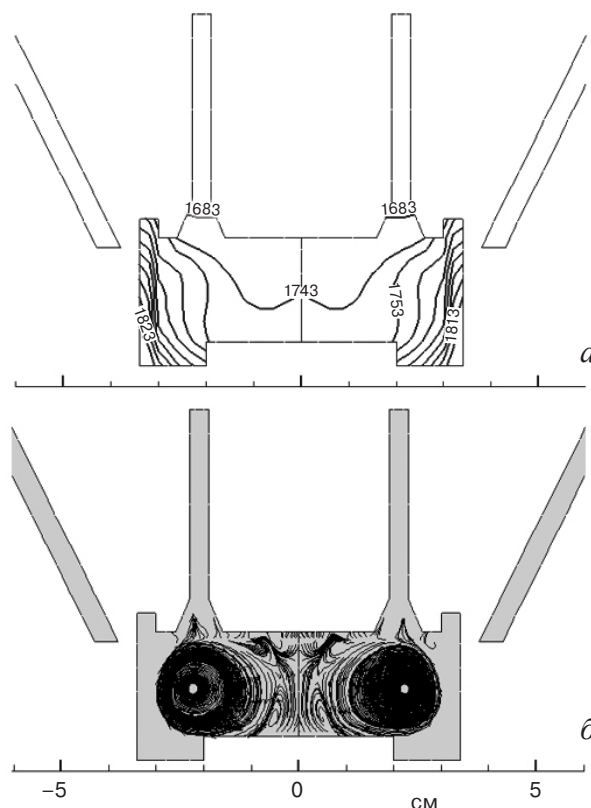


Рис. 5. Нижнее положение ростовой сборки:
 а — изотермы [K]; б — траектории течения расплава
 Fig. 5. Lower position of the growth assembly:
 (a) isotherms [K]; (б) melt flow trajectories

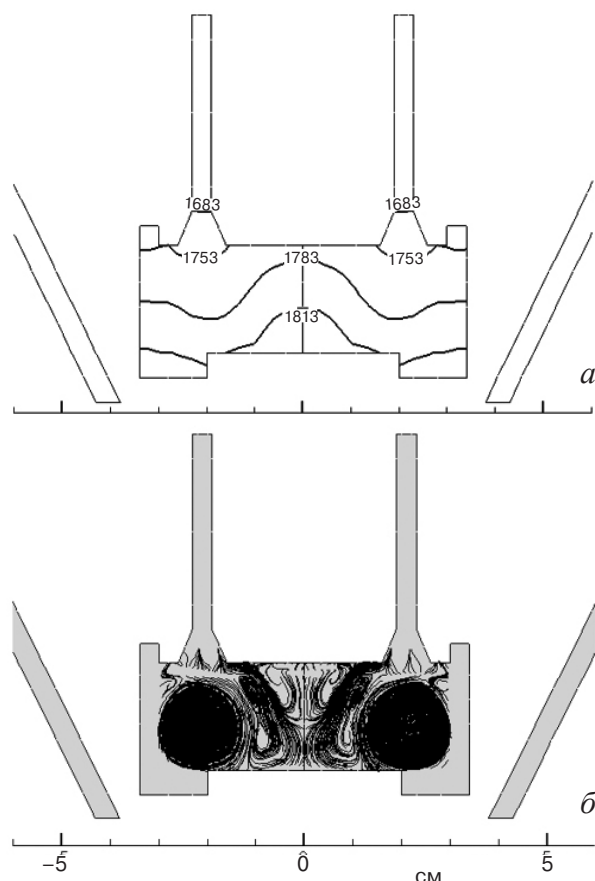


Рис. 6. Верхнее положение ростовой сборки:
а — изотермы [K]; б — траектории течения расплава

Fig. 6. Upper position of the growth assembly:
(a) isotherms [K]; (b) melt flow trajectories

Заключение

Актуальность проблемы выращивания трубчатых монокристаллов кремния инициировала проведение сравнительного анализа различных методов выращивания монокристаллов из расплава. Показано, что выращивание таких монокристаллов методом Степанова не является приемлемым из-за применения формообразователя, вносящего загрязнения в расплав. Метод Чохральского не имеет такого недостатка, но его успешные технологические приложения были известны только для выращивания поликристаллических труб кремния большого диаметра. Выбор метода Чохральского для выращивания монокристаллических труб малого диаметра потребовал существенной модернизации теплового узла стандартной ростовой установки «РЕДМЕТ-10». Его модернизация связана с оптимизацией размещения тигля с расплавом относительно стандартного нагревателя и бокового конического экрана, что потребовало проведения компьютерного моделирования термомеханических процессов и верификации расчетных данных с соответствующими температурными измерениями с помощью термопар. Выращенные трубки монокристаллического кремния малого диаметра имеют нужные размеры и обладают надлежащими электрофизическими свойствами для изготовления на их основе силовых полупроводниковых приборов по непланарной технологии.

Библиографический список

1. Степанов А.В. Новый способ получения изделий (листов, труб, прутков разного профиля) непосредственно из расплава. *Журнал технической физики*. 1959; 29(3): 381—393.
2. Степанов А.В., Цвинский С. Получение монокристаллов германия определенной формы. *Физика твердого тела*. 1965; 7: 194—199.
3. Антонов П.И. Форма и свойства кристаллов, выращиваемых из расплава по способу Степанова. В сб.: *Рост кристаллов*. Т. 13. М.: Наука; 1980: 171—179.
4. Носов Ю.Г., Никаноров С.И. Выращивание профилированных кристаллов при капиллярном формообразовании расплава. Обзор зарубеж. работ. Л.: ЛИЯФ; 1979. 42 с.
5. Абросимов Н.В., Брантов С.К., Татарченко В.А., Люкс Б. Выращивание профилированных кристаллов кремния по способу Степанова с использованием различных вариантов нагрева. *Известия. АН СССР. Серия физическая*. 1983; 47(2): 351—355.
6. Татарченко В.А., Бренер Е.А. Устойчивость процесса кристаллизации из расплава при капиллярном формообразовании. *Известия. АН СССР. Серия физическая*. 1976; 40(7): 1456—1467.
7. Сачков Г.В., Татарченко В.А., Левинзон Д.И. Управление процессом капиллярного формообразования монокристаллов, выращиваемых из расплава. *Известия. АН СССР. Серия физическая*. 1973; 37(11): 2288—2291.
8. Антонов П.И., Затуловский Л.М., Костыгов А.С. и др. Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова. Л.: Наука; 1981. 280 с.
9. Лутцев В.Б., Мильвидский М.Г., Иноземцев А.В., Сидоренко Н.В. Математическое моделирование процесса выращивания крупногабаритных монокристаллов германия способом Степанова. В сб.: *Рост кристаллов*. М.: Наука; 1983: 4—11.
10. Лейбович В.С. Динамика формообразования кристаллов по способу Степанова. *Известия. АН СССР. Серия физическая*. 1983; 47(2): 219—229.
11. Sachs E.M. Thermal sensitivity and stability of EFG silicon ribbon growth. *Journal of Crystal Growth*. 1980; 50(1): 102—113. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90235-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90235-3)
12. Eriss L., Stormont R.W., Surek T., Taylor A.S. The growth of silicon tubes by EFG process. *Journal of Crystal Growth*. 1980; 50(1): 200—211. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90244-4](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90244-4)
13. Alioshin A.A., Bletsan N.I., Bogatyriov S.F., Fedorenko V.N. Silicon furnace components for microelectronic applications fabricated from shaped silicon tubes. *Journal of Crystal Growth*. 1990; 104(1): 130—135. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(90\)90321-B](https://doi.org/10.1016/0022-0248(90)90321-B)
14. Alioshin A.A., Epimakhov I.D., Panfilov I.V., Prostomolotov A.I. Analysis of thermostress state in silicon tubes during its melt growing. *Proc. 4th Int. Conf. "Single Crystal"*

Growth and Heat&Mass Transfer / V.P. Ginkin, ed. In 4 vol. 24–28 September 2001. Obninsk, Russia. Obninsk; 2001. Vol. 3: 680—688.

15. Wijaranakula W. A real-time simulation of point defect reactions near the solid and melt interface of a 200 mm diameter Czochralski silicon crystal. *Journal of the Electrochemical Society*. 1993; 140(11): 3306—3316. <https://doi.org/10.1149/1.2221028>

16. Кожитов Л.В., Кондратенко Т.Т., Крапухин В.В., Кондратенко Т.Я. Приборы и технология на основе непланарного кремния. В кн.: *Новые материалы* / под ред Ю.С. Карабасова. М.: МИСиС; 2002: 15—184.

17. Кожитов Л.В. Перспективные технологии и оборудование для материаловедения, микро- и наноэлектроники. *Труды IV Росс.-япон. семинара* / под ред. Л.В. Кожитова, В.К. Карпасюка. МИСиС — ULVAC Inc.; Астрахань, АГУ. 20–23 мая 2006 г., Астрахань. М.: МИСиС; Астрахань: АГУ; 2006: 30—310.

18. Патент (РФ) № 2007112010/15, МПК C30B15/00. Кожитов Л.В., Кондратенко Т.Т., Крапухин В.В., Казимиров Н.И., Сорокин С.Л., Тарадей В.А., Блиев А.П., Силаев И.В. Способ выращивания полых цилиндрических монокристаллов Si на основе метода Чохральского и устрой-

ство для его осуществления. Заявл. 03.04.2007; опубл. 20.05.2009. <https://www.freepatent.ru/patents/2355831>

19. Блиев А.П., Силаев И.В., Кожитов Л.В., Кондратенко Т.Т. Получение профильных монокристаллов кремния трубчатой формы. *Фундаментальные исследования*. 2007; (12–3): 519—520.

20. Гаража Е.В. Тумаев Е.Н. Конвективный массоперенос в расплаве при выращивании кристаллов методом Чохральского. *Доклады IV конф. молодых учёных «Реология и физико-химическая механика гетерофазных систем»*. 20–24 июня 2015 г., Москва. М.: 107—108.

21. Боуэн Б.К., Таннер Д.К. Высокоразрешающая рентгеновская дифрактометрия и топография / пер. с англ. СПб.: Наука; 2002. 274 с.

22. Вerezub N.A., Prostomolotov A.I. Механика процессов выращивания и термообработки монокристаллического кремния. *Известия РАН. Механика твёрдого тела*. 2020; (5): 51—63. <https://doi.org/10.31857/S0572329920040157>

23. Prostomolotov A., Ilyasov H., Verezub N. Crystmo/Net remote access code for Czochralski crystal growth modeling. *Science and Technology*. 2013; 3(2A): 18—25.

References

1. Stepanov A.V. A new method for obtaining products (sheets, pipes, bars of various profiles) directly from the melt. *Zhurnal Tekhnicheskoi Fiziki*. 1959; 29(3): 381—393. (In Russ.)

2. Stepanov A.V., Tsvinsky S. Obtaining single crystals of germanium of a certain shape. *Fizika Tverdogo Tela*. 1965; 7: 194—199. (In Russ.)

3. Antonov P.I. The shape and properties of crystals grown from the melt by the Stepanov method. In: *Growth of crystals*. Vol. 13. Moscow: Nauka; 1980: 171—179. (In Russ.)

4. Nosov Yu.G., Nikanorov S.I. Cultivation of profiled crystals during capillary melt forming. Leningrad: LIYaF; 1979. 41 p. (In Russ.)

5. Abrosimov N.V., Brantov S.K., Tatarchenko V.A., Lux B. Cultivation of profiled silicon crystals according to the Stepanov method using various heating options. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 1983; 47(2): 351—355. (In Russ.)

6. Tatarchenko V.A., Brener E.A. Stability of the crystallization process from the melt during capillary shaping. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 1976; 40(7): 1456—1467. (In Russ.)

7. Sachkov G.V., Tatarchenko V.A., Levinzon D.I. Control of the process of capillary shaping of single crystals grown from melt. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 1973; 37(11): 2288—2291. (In Russ.)

8. Antonov P.I., Zatulovsky L.M., Kostygov A.S. et al. Obtaining profiled single crystals and products by the Stepanov method. Leningrad: Nauka; 1981. 280 p. (In Russ.)

9. Luttsev V.B., Milvidsky M.G., Inozemtsev A.V., Sidorenko N.V. Mathematical modeling of the process of growing large-sized single crystals of germanium by the Stepanov method. In: *Growth of crystals*. Moscow: Nauka; 1983: 4—11. (In Russ.)

10. Leibovich V.S. Dynamics of crystal formation according to the Stepanov method. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 1983; 47(2): 219—229. (In Russ.)

11. Sachs E.M. Thermal sensitivity and stability of EFG silicon ribbon growth. *Journal of Crystal Growth*. 1980; 50(1): 102—113. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90235-3](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90235-3)

12. Eriss L., Stormont R.W., Surek T., Taylor A.S. The growth of silicon tubes by EFG process. *Journal of Crystal Growth*. 1980; 50(1): 200—211. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(80\)90244-4](https://doi.org/10.1016/0022-0248(80)90244-4)

13. Alioshin A.A., Bletsan N.I., Bogatyriov S.F., Fedorenko V.N. Silicon furnace components for microelectronic applications fabricated from shaped silicon tubes. *Journal of Crystal Growth*. 1990; 104(1): 130—135. [https://doi.org/10.1016/0022-0248\(90\)90321-B](https://doi.org/10.1016/0022-0248(90)90321-B)

14. Ginkin V.P., Alioshin A.A., Epimakhov I.D., Panfilov I.V., Prostomolotov A.I. Analysis of thermostress state in silicon tubes during its melt growing. *Proc. 4th Int. Conf. "Single Crystal Growth and Heat&Mass Transfer"*. In 4 vol. September 24–28, 2001. Obninsk, Russia. Obninsk; 2001. Vol. 3: 680—688.

15. Wijaranakula W. A real-time simulation of point defect reactions near the solid and melt interface of a 200 mm diameter Czochralski silicon crystal. *Journal of the Electrochemical Society*. 1993; 140(11): 3306—3316. <https://doi.org/10.1149/1.2221028>

16. Karabasov Y.S., Kozhitov L.V., Kondratenko T.T., Krapukhin V.V., Kondratenko T.Ya. Devices and technology based on non-planar silicon. In: *New materials*. Moscow: MISiS; 2002: 15—184. (In Russ.)

17. Kozhitov L.V., Karpasyuk V.K., Kozhitov L.V. Promising technologies and equipment for materials science, micro- and nanoelectronics. *Proc. of the IV Inter. Russ.-Japan. Seminar. Moscow MISiS – ULVAC Inc.; Astrakhan, AGU*. May 20–23, 2006. Moscow MISiS; Astrakhan: AGU; 2006: 30—310. (In Russ.)

18. Patent (RU) No. 2007112010/15, IPC C30B15/00. Kozhitov L.V., Kondratenko T.T., Krapukhin V.V., Kazimirov N.I., Sorokin S.L., Taradey V.A., Bliev A.P., Silaev I.V. A method for growing hollow cylindrical Si single crystals based on the Chokhralsky method and a device for its im-

plementation. Appl. 03.04.2007; publ. 20.05.2009. (In Russ.). <https://www.freepatent.ru/patents/2355831>

19. Bliev A.P., Silaev I.V., Kozhitov L.V., Kondratenko T.T. Obtaining profile single crystals of tubular silicon. *Fundamental Research*. 2007; (12–3): 519–520. (In Russ.)

20. Garaza E.V. Tumaev E.N. Convective mass transfer in the melt during crystal growing by the Chokhralsky method. *Reports of the IV Conf. of young scient. "Rheology and physico-chemical mechanics of heterophase systems"*. June 20–24, 2015. Moscow: 107–108. (In Russ.)

21. Bowen D., Tanner B. High resolution x-ray diffractometry and topography. UK; USA: Taylor & Francis

Ltd; 1998. 263 p. (Russ. Transl.: Bouen B.K., Tanner D.K. Vysokorazreshayushchaya rentgenovskaya diffraktometriya i topografiya. St. Petersburg: Nauka; 2002. 274 p.)

22. Verezub N.A., Prostomolotov A.I. Mechanics of growing and heat treatment processes of monocrystalline silicon. *Mechanics of Solids*. 2020; 55(5): 643–653. (In Russ.). <https://doi.org/10.31857/S0572329920040157>

23. Prostomolotov A., Ilyasov H., Verezub N. CrystmoNet remote access code for Czochralski crystal growth modeling. *Science and Technology*. 2013; 3(2A): 18–25. <https://doi.org/10.5923/s.scit.201301.04>

Информация об авторах / Information about the authors

Верезуб Наталия Анатольевна — канд. физ.-мат. наук, старший научный сотрудник, доцент; Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского Российской академии наук, просп. Вернадского, д. 101, корп. 1, Москва, 119526, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7948-8050>; e-mail: verezub@ipmnet.ru

Nataliya A. Verezub — Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher; Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences, 101–1 Vernadskii Ave., Moscow 119526, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7948-8050>; e-mail: verezub@ipmnet.ru

Кожитов Лев Васильевич — доктор техн. наук, профессор; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Москва, 119049, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4973-1328>; e-mail: kozitov@misis.ru

Lev V. Kozhitov — Dr. Sci. (Eng.), Professor; National University of Science and Technology MISiS, 4–1 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4973-1328>; e-mail: kozitov@misis.ru

Кондратенко Тимофей Тимофеевич — канд. техн. наук, младший научный сотрудник; Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, Ленинский просп., д. 53, Москва, 119991, Российская Федерация; e-mail: vkrkt@yandex.ru

Timofey T. Kondratenko — Cand. Sci. (Eng.), Researcher; Lebedev Physical Institute of the Russian Academy of Sciences, 53 Leninskiy Ave., Moscow, 119991, Russian Federation; e-mail: vkrkt@yandex.ru

Простомолотов Анатолий Иванович — доктор техн. наук, ведущий научный сотрудник, доцент; Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского Российской академии наук, просп. Вернадского, д. 101, корп. 1, Москва, 119526, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0430-7881>; e-mail: aprosto@inbox.ru

Anatoly I. Prostomolotov — Dr. Sci. (Eng.), Leading Researcher; Ishlinsky Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences, 101–1 Vernadskii Ave., Moscow 119526, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0430-7881>; e-mail: aprosto@inbox.ru

Силаев Иван Вадимович — канд. техн. наук, доцент, зав. каф. физики и астрономии; Северо-Осетинский государственный университет, ул. Ватутина, д. 44–46, Владикавказ, Республика Северная Осетия – Алания, 362025, Российская Федерация; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2490-1578>; e-mail: bigjonick@yandex.ru

Ivan V. Silaev — Cand. Sci. (Eng.), Assistant Professor, Head of Physics and Astronomy Department; North Ossetian State University after K.L. Khetagurov, 44–46 Vatutina Str., Vladikavkaz, North Ossetia–Alania Republic, 362025, Russian Federation; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2490-1578>; e-mail: bigjonick@yandex.ru

Поступила в редакцию 07.07.2022; поступила после доработки 26.08.2022; принята к публикации 01.09.2022

Received 7 July 2022; Revised 26 August 2022; Accepted 1 September 2022