

И.Ф. Червоний⁽¹⁾, зав. кафедрой, д.т.н., профессор

Ю.В. Реков⁽²⁾, председатель правления

О.А. Кисарин⁽¹⁾, доцент, к.т.н.

В.З. Куцова⁽³⁾, зав. кафедрой, д.т.н., профессор

В.Н. Яркин⁽⁴⁾, техн. сотрудник, к.т.н.

Р.Н. Воляр⁽¹⁾, ст. преподаватель

ВЫРАЩИВАНИЕ ПРУТКОВ-ПОДЛОЖЕК ДЛЯ ОСАЖДЕНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ

⁽¹⁾ Запорожская государственная инженерная академия,

⁽²⁾ ОАО «Запорожский завод полупроводников»,

⁽³⁾ Национальная металлургическая академия Украины, г. Днепрпетровск,

⁽⁴⁾ фирма «Wachendorff Chemie GmbH» (Германия)

Розглянуто технологію групового вирощування прутків-підложок, що вживають під час виробництва полікристалічного кремнію водневим відновленням хлорсиланів. Виконано аналіз причин, які приводять до руйнування прутків-підложок. Здійснені експериментальні та теоретичні дослідження дозволили обґрунтувати доцільність й ефективність застосування мідних екранів при вирощуванні кремнієвих прутків-підложок з метою зниження їх механічної напруженості.

Рассмотрена технология группового выращивания прутков-подложек, применяемых для производства поликристаллического кремния водородным восстановлением хлорсиланов. Выполнен анализ причин, которые приводят к разрушению прутков-подложек. Проведенные экспериментальные и теоретические исследования позволили обосновать целесообразность и эффективность применения медных экранов при выращивании кремниевых прутков-подложек с целью снижения их механической напряженности.

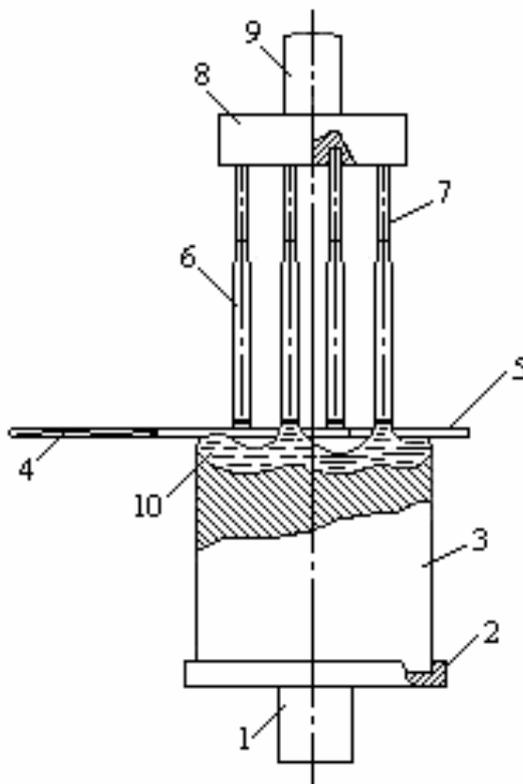
Введение. Технологии осаждения поликристаллического кремния с применением метода водородного восстановлением хлорсиланов и термического разложения силана основаны на применении исходных кремниевых стержней, так называемых прутков-подложек, которые выращиваются с пьедестала методом бестигельной зонной плавки. Прутки-подложки используют в качестве основ для осаждения на них кремния, монтируют в специальном реакторе* и разогревают прямым пропусканием через них электрического тока [1,2].

Для выращивания прутков-подложек применяют метод группового выращивания прутков диаметром 6...10 мм с пьедестала диаметром до 80 мм (рис. 1). С целью повышения производительности возможна организация одновременного выращивания до 10 прутков-подложек за один процесс. Для достижения высокой чистоты прутков процесс выращивания осуществляют в вакууме.

В процессе выращивания прутков-подложек на верхнем торце заготовки 3 с помощью индуктора 5 создается расплав 10. Созданный расплав выдерживают в течение некоторого времени при постоянной мощности индуктора с целью гомогенизации в нем и исходной заготовке заданного температурного поля. После

* В качестве специального реактора применяют «Сименс-реактор» – металлический реактор с кварцевым колпаком в качестве экрана, стержнями кремния и стенкой реактора или подобный по конструкции (отечественный) металлический реактор без кварцевого колпака.

выдержки расплава затравочные кристаллы 7, закрепленные в держателе 8 на нижнем торце верхнего штока 9, подводят к расплаву и погружают в него на глубину 0,5...1,0 мм. После погружения затравочные кристаллы выдерживают в течение определенного времени для разогрева и расплавления. Расплавление нижних торцов затравочных кристаллов осуществляют до момента достижения четкой и ровной границы раздела (фронта кристаллизации) между телом затравочных кристаллов и общей зоны расплава между ними и исходным кристаллом 3.



1 - нижний шток; 2 - держатель исходной заготовки; 3 - исходная заготовка кремния-пьедестал;
4 - токоподвод индуктора; 5 - индуктор для создания расплава; 6 - выращиваемые прутки-подложки; 7 - затравочные кристаллы; 8 - держатель затравочных кристаллов;
9 - верхний шток; 10 - зона расплава

Рисунок 1 – Схема группового выращивания прутков-подложек

После достижения устойчивого состояния фронта кристаллизации включают перемещение верхнего штока (следовательно, и затравочных кристаллов) вверх и начинают процесс выращивания прутков подложек заданного диаметра и длины. Из-за технических сложностей вращение затравочных кристаллов не производят. Исходную заготовку кремния (пьедестал) вращают с целью формирования симметричного электромагнитного поля плавильного индуктора 5 и достижения однородности прогрева пьедестала и зоны расплава.

Выращенные прутки-подложки характеризуются низкой прочностью при изгибе. На рис. 2 показана типичная картина разрушения кремниевого прутка в виде поперечного излома при его изгибе, ударе или при нагреве в качестве затравки в аппаратах водородного восстановления или термического разложения силана.

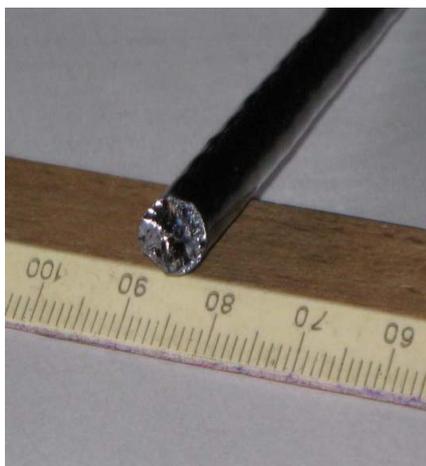


Рисунок 2 – Типичный вид разрушения кремниевого прутка из-за осевых термических напряжений растяжения

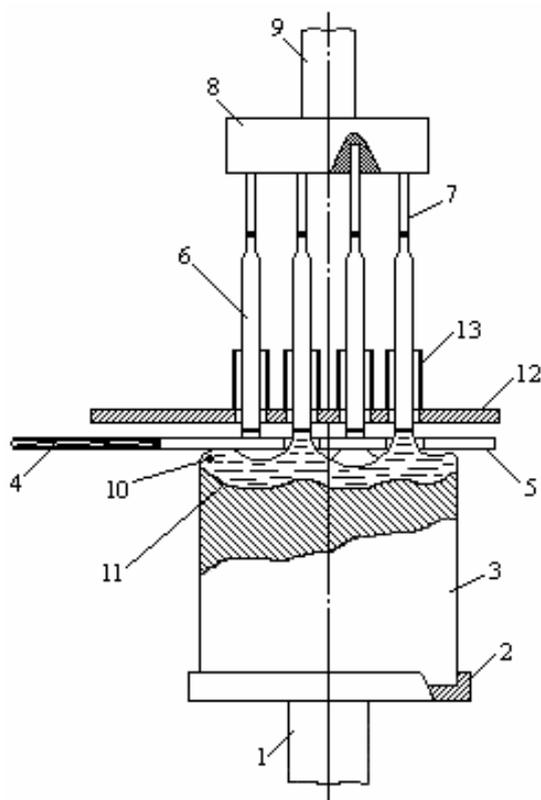
Целью настоящей работы являлось исследование и установление причин разрушения прутков-подложек и определение оптимальных технологических режимов выращивания для обеспечения повышенной механической прочности прутков-подложек.

Проведение исследований и обсуждение результатов. Выращивание прутков-подложек с применением плавильного индуктора в форме меандра приводит к искривлению фронта плавления 11 в исходной заготовке кремния, за счет интенсивного теплообмена через выращиваемые прутки-подложки (рис. 3). При этом возникает необходимость повышения мощности индуктора, что приводит к увеличению высоты столбика расплава под прутком-подложкой и нарушению устойчивости процесса выращивания. Скорость выращивания прутков-подложек также резко снижается. Для подавления описанного эффекта разработано и внедрено применение короткозамкнутого витка 12, расположенного над плавильным индуктором.

Короткозамкнутый виток 12 выполняет функцию экранирования электромагнитного поля над плавильным индуктором и обеспечивает стабилизацию положения фронта кристаллизации прутков-подложек. Такая конструкция тепловой системы (комплекс – плавильный индуктор и короткозамкнутый виток) позволяет повысить скорость выращивания прутков-подложек при увеличении мощности плавильного индуктора. Увеличение мощности плавильного индуктора, в свою очередь, обеспечивает стабилизацию расплава на торце пьедестала и уменьшение искривления фронта плавления 11.

Экранирование электромагнитного поля индуктора, обеспечивая повышение скорости выращивания прутков-подложек, создает также условия увеличения скорости охлаждения выращиваемых прутков-подложек, что приводит к повышению напряжений в прутках-подложках и созданию неоднородной их структуры. Неоднородная структура и напряженное состояние кремния приводят к резкому снижению механической прочности прутков-подложек и повышению доли брака при дальнейшем их использовании [3].

С целью исключения приведенных выше эффектов были опробованы специальные медные экраны 13 длиной 3 см для выращиваемых прутков-подложек.



11 - фронт плавления, 12 - короткозамкнутый виток, 13 - экран

Рисунок 3 – Схема выращивания с применением экранов
(нумерация выполнена продолжением рис. 1)

Экраны 13 располагаются на верхней плоскости короткозамкнутого витка 12 и обеспечивают уменьшение скорости охлаждения прутков-подложек. Важным при этом является удлинение температурной зоны в выращиваемых прутках-подложках от температуры кристаллизации (фронта кристаллизации) до 1170 К (нижней зоны пластичности). Применение экранов 13 не оказывает влияния на скорость выращивания прутков-подложек, но обеспечивает повышение их механической прочности за счет уменьшения величины напряжений и обеспечения более однородной структуры.

Рассмотрим более детально процесс охлаждения кремниевых прутков при перемещении затравок из расплавленной зоны вверх. При охлаждении некоторое время кремний находится в пластичном состоянии. Переход кремния в твердое хрупкое состояние (состояние хладноломкости) происходит при температуре 1140...1200 К. При дальнейшем охлаждении до комнатной температуры кремний остается в хрупком состоянии. Охлаждение прутков осуществляется отводом теплоты за счет теплопроводности кремния на водоохлаждаемый верхний шток, а также благодаря потоку теплового излучения с поверхности прутков на водоохлаждаемые стенки камеры выращивания. Первая составляющая теплообмена приводит к градиенту температуры вдоль оси прутка, который наблюдается визуальным контролем температуры в процессе выращивания. Вторая составляющая потенциально является источником дополнительных радиального, тангенциального и осевого градиентов температуры [4,5].

Оценивают значения температурных напряжений в охлаждаемом кремниевом прутке, используя результаты работ [4,5] и учитывая наличие осевого перепада температуры в прутке.

Осевые σ_z , радиальные σ_r и тангенциальные σ_t температурные напряжения в кремниевом стержне при стационарных во времени тепловых условиях могут быть определены по формулам:

$$\sigma_z = \frac{\beta \cdot E \cdot \left[2 \left(\frac{r}{r_0} \right)^2 - 1 \right]}{2(1-\mu)} \cdot \Delta T_r + \beta \cdot E \cdot \Delta T_z; \quad (1)$$

$$\sigma_r = \frac{\beta \cdot E \cdot \left[3 \left(\frac{r}{r_0} \right)^2 - 1 \right]}{4(1-\mu)} \cdot \Delta T_r, \quad (2)$$

$$\sigma_t = \frac{\beta \cdot E \cdot \left[\left(\frac{r}{r_0} \right)^2 - 1 \right]}{4(1-\mu)} \cdot \Delta T_r; \quad (3)$$

где r – текущее значение радиальной координаты прутка, отсчитываемое от оси к его периферии по радиусу; r_0 – радиус прутка; β – коэффициент температурного расширения кремния, $\beta = 3,82 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$; E – модуль упругости первого рода, $E = 1,05 \cdot 10^5 \text{ МПа}$; ΔT_r – перепад температуры между сердцевиной и поверхностью прутка, К; ΔT_z – осевой перепад температуры в прутке, К; μ – коэффициент Пуассона для кремния.

Принимают, что величины коэффициентов β , E и μ не зависят от температуры и являются постоянными в диапазоне температуры 1070...1688 К.

Для расчета напряжений необходимо знание значений радиального (ΔT_r) и осевого (ΔT_z) перепадов температуры.

Радиальный перепад температуры экспериментально определить очень сложно, поэтому его величину оценивают расчетным путем с использованием критерия Био.

Расчет критерия Био выполняют по формуле [6]

$$Bi \approx \frac{\varepsilon \cdot \sigma \cdot T^3 \cdot r_0}{\lambda \cdot 10^8}, \quad (4)$$

где ε – приведенный коэффициент черноты кремниевого прутка; σ – постоянная Стефана-Больцмана, $\text{Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К}^4)$; T – температура поверхности прутка, К; λ – коэффициент теплопроводности кремния, $\text{Вт}/(\text{м} \cdot \text{К})$.

Результаты расчетов числа Био при температуре 1070...1688 К приведены в табл.1.

Таблица 1 – Результаты расчета числа Био

Bi	0,0048	0,0063	0,008	0,009	0,0124	0,0137	0,019
$T, \text{ К}$	1070	1170	1270	1320	1470	1520	1688

Полученные значения критерия Био меньше граничного, равного 0,10 [6]. Это означает, что кремниевый пруток диаметром 6,0 мм в теплофизическом отношении является «тонким телом» и радиальным перепадом температуры ΔT_r в нем при вышеуказанной температуре можно пренебречь. Отсюда следует, что основной причиной температурных напряжений в охлаждаемом прутке является осевой перепад температуры ΔT_z .

Величину ΔT_z в настоящей работе определяли экспериментальным измерением при помощи стандартного оптического пирометра «Проминь» с погрешностью 15 К. Измерения выполняли при выращивании прутков по обычной технологии без экрана 13 и с использованием данного экрана.

Эксперименты показали, что при отсутствии экрана 13 температура поверхности по оси прутка изменяется от 1688 до 870...1070 К на расстоянии 2,5 см от короткозамкнутого витка 12. На таком расстоянии пруток уже начинает приобретать темно-вишневое свечение, характерное для диапазона температур 870...1070 К. Средняя величина градиента температуры составляет при этом 200...300 К/см.

При выращивании прутка с использованием экрана 13 за счет экранирования поток теплового излучения с поверхности прутка снижается в два раза [7] и происходит концентрация теплоты в пределах экранированной области. Температура прутка при этом повышается, а скорость его охлаждения заметно уменьшается за счет значительного снижения коэффициента теплопроводности кремния. Температура 870... 1070 К на поверхности прутка в этом случае достигается за пределами экрана 13 на расстоянии 2,5...3,0 см от его верхнего среза. В результате наблюдается снижение осевого градиента температуры в прутке до средней величины 100...150 К/см.

При охлаждении кремниевый пруток переходит из пластичного состояния в твердое хрупкое. Осевой перепад температуры в прутке, сохраняясь и после перехода кремния из пластичного состояния в хрупкое, является причиной остаточных термических растягивающих напряжений, которые приводят к появлению трещин и механическому разрушению.

Эксперименты позволили установить, что при выращивании без применения дополнительного экранирования осевой перепад температуры ΔT_z в температурном интервале пластичного состояния кремния 1140...1200 К составляет 200 К. При выращивании с применением экрана 13 величина данного перепада снижается примерно в два раза и составляет 100 К.

Принимая за условие трещинообразования в прутке гипотезу наибольших октаэдрических касательных напряжений в виде [4]

$$\sigma_{z,max} = [(\sigma_z - \sigma_t)^2 + (\sigma_t - \sigma_r)^2 + (\sigma_r - \sigma_z)^2] = \beta \cdot E \cdot \Delta T_{z,\delta on} \leq \sigma_{\delta on}, \quad (5)$$

где $\Delta T_{z,\delta on}$ – расчетное значение допустимого осевого перепада температуры, не приводящего к разрушению кремния; $\sigma_{\delta on}$ – предел прочности поликристаллического кремния на разрыв [8], $\sigma_{\delta on} \leq 70$ МПа, – получают $\Delta T_{z,\delta on} \leq \sigma_{\delta on} / \beta \cdot E = 174,5$ К.

Результаты расчетов показывают, что при тепловом экранировании достигается эффект снижения напряженности в выращиваемых кремниевых прутках от 70 до 40 МПа.

Заключение. Проведенные экспериментальные и теоретические исследования позволили обосновать целесообразность и эффективность применения медных

экранов при выращивании кремниевых прутков-подложек с целью снижения их механической напряженности, а, следовательно, и брака при производстве поликристаллического кремния методом водородного восстановления трихлорсилана и термического разложения силана.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Салли И. В.* Производство полупроводникового кремния / И. В. Салли, Э. С. Фалькевич. – М.: Металлургия, 1970. – 152 с.
2. *Нашельский А. Я.* Производство полупроводниковых материалов / А. Я. Нашельский. – М.: Металлургия, 1989. – 272 с.
3. Исследования трещинообразования в стержнях кремния / *Чащинов Ю. М., Фалькевич Э. С., Петрик А. Г.* [и др.] // Цветные металлы. – 1986. – № 4. – С. 65-67.
4. *Тонконог В. А.* О выборе оптимальных температурных параметров при получении поликристаллического кремниевых стержней большого диаметра / В. А. Тонконог, С. И. Гашенко, А. И. Рудич // Кремний и германий. – М.: Металлургия, 1970. – Вып. 2. – 21-27.
5. Трещинообразование в кремниевом стержне большого диаметра / *О. А. Кисарин, В. Н. Яркин, Ю. В. Реков, И. Ф. Червоный* // Металургія: наукові праці ЗДІА. – Запоріжжя: РВВ ЗДІА. – 2010. – Вип. 21. – С. 125-131.
6. *Беляев Н. М.* Методы нестационарной теплопроводности / Н. М. Беляев, А. А. Рядно. – М.: Высшая школа, 1978. – 326 с.
7. *Исаченко В. П.* Теплопередача / В. П. Исаченко, В. А. Осипова, А. С. Сукомел. – М.: Энергия, 1975. – 488 с.
8. *Реньян В. Р.* Технология полупроводникового кремния / В. Р. Реньян. – М.: Металлургия, 1969. – 336 с.

Стаття надійшла до редакції 30.06.2010 р.
Рецензент, проф. В.М. Михайлін