

УДК 519.876.5:548.52

**РОЗРОБКА МЕТОДУ ВІРТУАЛІЗАЦІЇ КОНТРОЛЮ ТЕМПЕРАТУРИ
В ПІДКРИСТАЛЬНІЙ ОБЛАСТІ ЗЛИТКУ КРЕМНІЮ****І. Г. Оксанич, Н. В. Рилова, О. С. Притчин**Кременчуцький національний університет імені Михайла Остроградського
вул. Першотравнева, 20, м. Кременчук, 39600, Україна. E-mail: alpritchin@ukr.net

На підприємствах, що виготовляють монокристалічний кремній, проміжною або готовою продукцією є злитки або пластини. Під час вирощування злитка градієнти температури у злитку і розплаві постійно змінюються внаслідок зміни теплових умов, пов'язаних зі зменшенням об'єму розплаву в тиглі й збільшенням маси й поверхні зростаючого злитка. Розподіл домішки по радіусу й довжині злитка є важливим технологічним параметром виробництва злитків монокристалічного кремнію. Впровадження домішки в злиток відбувається під впливом таких технологічних параметрів вирощування як: швидкість обертання тигля, швидкість обертання злитка, швидкість вирощування злитка, температура розплаву в підкристалічній області, яка визначається температурою нагрівача. На відміну від інших параметрів контроль температури розплаву в підкристалічній області виконується тільки непрямим способом через температуру нагрівача або температуру поверхні розплаву, що не відповідає вимогам по точності необхідній для моніторингу процесу розподілу домішки.

Ключові слова: кремній, розподіл лігатури, температура розплаву, підкристалічна область, контроль.

**РАЗРАБОТКА МЕТОДА ВИРТУАЛИЗАЦИИ КОНТРОЛЯ ТЕМПЕРАТУРЫ
В ПОДКРИСТАЛЬНОЙ ОБЛАСТИ СЛИТКА КРЕМНИЯ****И. Г. Оксанич, Н. В. Рилова, А. С. Притчин**Кременчугский национальный университет имени Михаила Остроградского
ул. Первомайская, 20, г. Кременчуг, 39600, Украина. E-mail: alpritchin@ukr.net

На предприятиях, изготавливающих монокристаллический кремний, промежуточной или готовой продукцией являются слитки или пластины. Во время выращивания слитка градиенты температуры в слитке и расплаве постоянно меняются вследствие изменения тепловых условий, связанных с уменьшением объема расплава в тигле и увеличением массы и поверхности растущего слитка. Распределение примеси по радиусу и длине слитка является важным технологическим параметром производства слитков монокристаллического кремния. Внедрение примеси в слиток происходит под влиянием таких технологических параметров выращивания как: скорость вращения тигля, скорость вращения слитка, скорость выращивания слитка, температура расплава в подкристаллической области, которая определяется температурой нагревателя. В отличие от других параметров контроль температуры расплава в подкристаллической области выполняется только косвенным образом через температуру нагревателя или температуру поверхности расплава, что не отвечает требованиям по точности необходимой для мониторинга процесса распределения примеси.

Ключевые слова: кремний, распределение лигатуры, температура расплава, подкристаллическая область, контроль.

АКТУАЛЬНІСТЬ РОБОТИ. На підприємствах, що виготовляють монокристалічний кремній, проміжною або готовою продукцією є злитки або пластини. Існує велика номенклатура марок як злитків так і пластин. Марка характеризується видом легуючої домішки, величиною питомого опору і припустимим його розподілом, щільністю дислокацій, діаметром, товщиною й іншими параметрами.

Під час вирощування злитка градієнти температури у злитку і розплаві постійно змінюються внаслідок зміни теплових умов, пов'язаних зі зменшенням об'єму розплаву в тиглі й збільшенням маси й поверхні зростаючого злитка. Зміна осьових та радіальних градієнтів у розплаві призводить до зміни фронту кристалізації, підкристалічного об'єму, і як наслідок до нерівномірності впровадження домішок у радіальному напрямку, а зі зростанням злитку формується осьова нерівномірність розподілу домішок.

Розподіл домішки по радіусу й довжині злитка є важливим технологічним параметром виробництва злитків монокристалічного кремнію. Впровадження домішки в злиток відбувається на етапі кристалізації, в підкристалічній області, куди домішка потрапляє в результаті конвенції домішки в розплаві.

Впровадження домішки в злиток відбувається під впливом таких технологічних параметрів вирощування як: швидкість обертання тигля, швидкість обертання злитка, швидкість вирощування злитка, температура розплаву в підкристалічній області, яка визначається температурою нагрівача.

Якщо моніторинг перших трьох параметрів до сих пор організовується традиційними методами, то контроль температури розплаву в підкристалічній області виконується тільки непрямим способом через температуру нагрівача або температуру поверхні розплаву, що не відповідає вимогам по точності необхідній для моніторингу процесу розподілу домішки.

Метою роботи є покращення контролю температури розплаву в підкристалічній області для управління впливом цього технологічного параметру на впровадження домішки в злиток кремнію.

МАТЕРІАЛ І РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕНЬ. На сьогоднішній день єдиним способом розв'язку цього завдання є використання методів і математичних моделей на базі яких з'являється можливість створення віртуальних датчиків температури розплаву в підкристалічній області. На основі таких датчиків можна виконати моніторинг температурного поля в

різних точках підкристалльної області й оцінити радіальний розподіл домішки.

Віртуальні датчики температури можуть бути побудовані на основі моделей теплових полів які вирішуються методом кінцевих різниць і допоміжних моделей, у якості яких виступають нейронні мережі й нечіткі клітинні автомати, які дозволяють поліпшити адекватність розрахунків елементів температурного поля в підкристалльній області.

У процесі вирощування параметри вирощування злитка постійно змінюються в результаті зміни рівня розплаву, зміни концентрації домішки, регулювання діаметра, яке вимагає постійної зміни температури нагрівача й швидкості вирощування. У такий спосіб можна бачити, що розроблювана модель повинна враховувати кілька факторів, тобто бути багатфакторною.

Для побудови такої моделі зручно використовувати регресійний аналіз [1]. Використання даного аналізу передбачає розв'язок наступних завдань:

- визначити фактори які впливають на температуру в підкристалльній області;
- визначити план експериментів і провести необхідні дослідження;
- переконатися в відтворюваності отриманих результатів;
- знайти коефіцієнти регресійного рівняння;
- перевірити адекватність отриманої моделі.

Розглянемо фактори, які впливають на температуру в підкристалльній області. Ранжуючи ці фактори за ступенем впливу на температуру їх можна розставити в такий спосіб:

1. Температура нагрівача, який управляється напруженою й може надавати потужність до 75 кВт, створюючи при цьому температуру до 1800 °С;
2. Швидкість вирощування злитка, яка змінюється до 2 мм/хв;
3. Частота обертання тигля, яка змінюється до 20 об/хв;
4. Частота обертання злитка, яка змінюється до 30 об/хв;
5. Рівень розплаву;
6. Тепловіддача поверхні розплаву, яка визначається коефіцієнтом теплопровідності розплаву й вільною площею розплаву;
7. Тепловіддача злитка, яка визначається коефіцієнтом теплопровідності кремнію й довжиною вирощеної частини;
8. Конвенція в розплаві.

У процесі вирощування злитків кремнію температура задається таким чином, щоб створити умови кристалізації з розплаву. При цьому регулюючи температурне поле, управляють процесом кристалізації, який забезпечує ріст злитка заданого діаметра, ступінь монокристалічності й рівень залишкових напруг. Враховуючи, що нагрівач формує температурне поле в розплаві, приймемо температуру нагрівача як основний фактор, на який не впливають інші фактори.

Як показано в роботах [2, 3], конвективний теплообмін з поверхні дзеркала розплаву можна записати в наступному вигляді:

$$q = \sigma \varepsilon_i T_i^4 + p_i \Phi_i + \alpha (T_i - T_{амм}), \quad (1)$$

де σ – постійна Больцмана; ε_i – коефіцієнт випромінювання з одиничної i -ї поверхні дзеркала розплаву; T_i – температура одиничної i -ї поверхні дзеркала розплаву; p_i – відбивна здатність; Φ_i – зовнішній тепловідток на одиничну поверхню від поверхонь нагрівача й злитка; α – коефіцієнт конвективної тепловіддачі; $T_{амм}$ – температура атмосфери над розплавом.

Оцінимо вплив складових конвективного теплообміну. Розплав полікристалічного кремнію, у який, перед початком процесу, вносяться добавки, перебуває в тиглі. Стінки тигля є передатним елементом між нагрівачем і розплавом. Враховуючи, що температура нагрівача по вертикальній осі розташовується нерівномірно (нижче значення в низу нагрівача й вище вгорі), температура по осі тигля також нерівномірна, гарячіше вгорі тигля, і холодніше внизу тигля. У міру вирощування злитка розплав переходить у злиток, і відповідно рівень розплаву знижується. Для підтримки ідентичних теплових умов у зоні кристалізації тигель піднімається із заданою швидкістю, що компенсує зміни рівня, що призводить до виміру конвективного теплообміну, і як наслідок впливає на температуру в підкристалльній області. Таким чином, можна зробити висновок, що рівень розплаву є значимим чинником.

Обертання злитка й тигля призводить до інтенсивного перемішування розплаву. З врахуванням того, що злиток і тигель обертаються в протилежні сторони, інтенсивність перемішування розплаву збільшується. Це призводить до перерозподілу теплових полів усередині розплаву, зміни товщини підкристалльної області й перерозподілу концентрації домішки. Ці параметри безсумнівно є значимими параметрами, які впливають на теплові умови.

При вирощуванні злитка він піднімається зі знайденою швидкістю, значення якої визначається необхідним діаметром. При витягуванні злитка змінюється теплопередача зі зміною довжини злитка. Це у свою чергу також призводить до зміни конвективного теплообміну, і зміни температури підкристалльної області. Можна розглядати даний параметр як значимий.

Таким чином, можна скласти перелік факторів, що впливають, у наступному виді:

1. Температура нагрівача.
2. Частота обертання тигля.
3. Частота обертання злитка.
4. Швидкість підйому злитка.
5. Рівень розплаву в тиглі.

Кожний з наведених вище факторів має певні границі зміни значень. Факторам були привласнені найменування X1, X2, X3, X4 та X5 відповідно.

Для визначення параметрів розроблюваної моделі нами були проведені ряд експериментів, відповідно до попередньо складеного плану.

Експерименти проводилися на ростовій установці «Редмет-30» з врахуванням особливостей технології вирощування злитків електронного кремнію легованого фосфором діаметром до 100 мм:

- різкі коливання температури нагрівача (X1) призводять до порушення монокристалічності злитка, виходу діаметра злитка за заданий діапазон, і як наслідок до браку злитка. Після проведення експерименту злиток доводилося «сплавляти» і вирощувати знову. Це призвело до обмеження кількості експериментів;

- зміна частоти обертання тигля (X2) і злитка (X3) проводиться по заздалегідь заданій програмі, яка будується на основі монограм таким чином, щоб мінімізувати вплив фонових домішок, таких як кисень і вуглець. Втручання в ці параметри також повинно бути мінімальним;

- швидкість підйому злитка (X4) залежить від температури нагрівача й визначає діаметр вирощуваного злитка. Враховуючи тимчасову реакцію між зміною температури й зміною діаметра, зміну швидкості вирощування необхідно проводити із затримкою;

- зміна рівня розплаву (X6) визначається швидкістю вирощування злитка.

Для визначення параметрів математичної моделі було проведено сім процесів вирощування злитків діаметром 100 мм марки КЭФ. Встановлені в роботі фактори (X1–X4) температури розплаву й підкристалічної області, що визначають, у процесі проведення експериментів чергувалися випадковим чином, при цьому рівень розплаву (X5) постійно зменшувався. Кількість вимірів у всіх точках плану склала 3, при цьому число дослідів рівнялося 105,

що на наш погляд є достатнім для багатofакторного аналізу.

При проведенні експериментів постало питання виміру температури розплаву в підкристалічній області. Для розв'язку цього завдання ми використовували набір термопар типу ТВР, що забезпечують похибку виміру порядку $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Термопари були поміщені у кварцеву оболонку, розміщені у розплаві, і рівномірно розподілені по діаметру тигля. Переміщення термопар здійснювалося одночасно з підйомом тигля таким чином, щоб відстань між термопарами й зростаючим злитком залишалася незмінною. Термопари розміщалися в тиглі за схемою представленою на рис. 2.17.

Як показано в роботі [4] необхідною умовою застосування методу найменших квадратів для розрахунків оцінок коефіцієнтів моделі є однорідність оцінок дисперсії відтворюваності середнього значення функції відгуку у всіх точках плану. У роботі для оцінки відтворюваності проводилася статистична обробка отриманих даних. При цьому перевірка відтворюваності виконувалася у вигляді перевірки гіпотези про однорідність дисперсій:

$$S_1^2, S_2^2, S_3^2, S_4^2, \dots, S_N^2, \quad (2)$$

які знаходилися за результатами N дослідів.

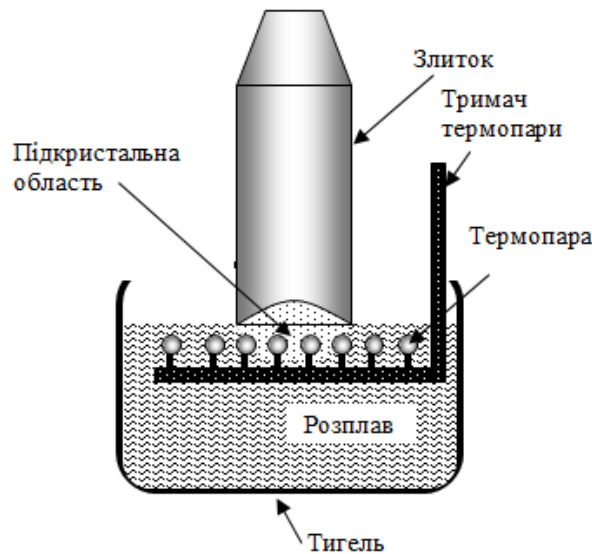


Рисунок 1 – Схема розміщення термопар у тиглі при проведенні експерименту

Величина вибіркової дисперсії відгуку S_N^2 для N -го дослідів обчислювалася відповідно до [5] за наступним виразом:

$$S_i^2 = \frac{\sum_{q=1}^m (y_{iq} - \bar{y}_i)^2}{m-1} \quad (i = 1, 2, \dots, N), \quad (3)$$

де y_{iq} – відгуки i -го дослідів при q -му його повторі; m – кількість повторень дослідів; \bar{y}_i – середнє значення відгуку в i -му досліді.

Перевірка гіпотези про однорідність багатьох дисперсій виконувалася з використанням критерію Кохрена, який використовують при порівнянні трьох і більше вибірок однакового об'єму N :

$$G = \frac{S_{\max}^2}{\sum_{i=1}^N S_i^2}, \quad (4)$$

де S_{\max}^2 – найбільша знайдена вибіркова дисперсія.

Враховуючи, що число ступенів свободи для кожного виміру в нашому випадку дорівнювалося 2, а кількість дослідів склало 35, то розрахункова оцінка за числом Кохрена склала $G_{\text{нат}}=0,081913$, що менше табличного значення G -критерію рівного:

$$G_{0,01;2;35}^{\text{табл}} = 0,2152. \quad (5)$$

Модель процесу визначення температури будувалася на основі лінійного полінома виду:

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_4X_4 + a_5X_5, \quad (6)$$

де X_i – число незалежних змінних.

Попередній розрахунок моделі показав, що використання п'ять незалежних змінних при оцінці стандартної помилки дає відхилення залишків 7,17823, що відповідає похибці віртуального датчика порядку 7^0 С. Така похибка не є задовільною для

розв'язку завдання віртуального моніторингу розподілу домішок у злитку кременію.

Подальші дослідження моделі показали, що фактор X_4 (обертання злитка) маючи граничний рівень значимості більше 0,1 не є статистично значимим на довірчому рівні 90 %, і цей фактор можна не враховувати.

Таким чином, остаточну структуру математичної моделі можна представити в наступному вигляді:

$$Y = 613,82 + 0,174913X_1 + 0,0351941X_2 + 51,8327X_3 - (-)0,067917X_5. \quad (7)$$

Оцінимо якість отриманої регресійної моделі розглянувши значимість отриманих коефіцієнтів регресійного рівняння. Параметри якості коефіцієнтів моделі наведені в табл. 1.

Таблиця 1 – Оцінки значимості коефіцієнтів моделі

Параметр	Стандартна оцінка	Помилка	t – статистика	P-Value
Константа	613,82	1,83851	106,735	0,0000
X_1	0,174913	0,000149943	119,716	0,0000
X_2	0,0351941	0,00217349	7,93926	0,0000
X_3	48,3914	3,35882	5,99374	0,0000
X_5	-0,067917	0,00329676	-1,89128	0,0019

Аналіз результатів наведених у табл. 1. показує, що порівняння отриманих результатів по t – статистиці при рівні значимості P-Value такому що не перевищує 0,05 показує статистичну значимість усіх коефіцієнтів.

Матриця оцінок коефіцієнтів парної кореляції між параметрами моделі зведена в табл. 2. Аналіз таблиці не виявив значимої кореляції з абсолютними значеннями більш 0,5.

Таблиця 2 – Взаємна кореляція значимих факторів моделі

	X_1	X_2	X_3	X_5
X_1	1,0000000	0,004527666	-0,160444051	-0,111235347
X_2	0,010240847	1,0000000	0,03021715	0,019444052
X_3	-0,078568544	-0,029685544	1,0000000	-0,138172494
X_5	-0,050767049	0,08738618	-0,162882633	1,0000000

В результаті виконаного регресійного аналізу отримані наступні результати:

– R^2 -статистика становить 99,713 %, що означає що зміна відгуку забезпечується зміною чотирьох обраних параметрів $X_1 - X_3$;

– скоректована величина R^2 -статистики склала 99,715 %;

- стандартна помилка залишків становить 2,17639;

- середнє значення залишків – 1,79689;

Показник критерію Дарбіна–Уотсона (DW-критерій), який був застосований для тестування автокореляції першого порядку й знаходження ко-

реляції між порядком даних склав 0,936419 (при $P=0,0000$), що дозволяє говорити про наявність «серіальної» кореляції. На наш погляд це пояснюється одним порядком зміни рівня розплаву (X_5).

Якість отриманої моделі перевірялася з використанням критерію Фішера (F-Статистика) у вигляді відношення вибіркової дисперсії з врахуванням однаковості дисперсій випадкових величин.

Отримані результати наведені в табл. 3. Аналізуючи результати можна стверджувати, що отримана модель має достатній рівень адекватності.

Таблиця 3 – Результати тесту критерію Фішера

Джерело	Сумарна квадратична помилка	Число ступенів свободи	Середня кв. помилка на один ступінь свободи	F-відношення	P-Value
Модель	119829,0	4	29957,25	5009,82	0,0000
Залишки	179,391	30	5,9797		
Загальна	120008,39	34			

Адекватність запропонованої моделі була проведена порівнюючи значення температури розплаву в підкристалній області отриманої за допомогою віртуальних датчиків, і значень отриманих з термопар установлених як показано на рис. 1. Значення факторів, що впливають, задавалося в довільних точках поверхні відгуку.

Аналіз отриманих результатів показує, що розбіжність між розрахунковими й експериментальними

даними не перевищує $\pm 8^\circ\text{C}$, що є цілком достатнім для віртуального сенсора й для розв'язку завдання визначення впровадження домішки в злиток.

Графік відхилення розрахункових значень від експериментальних, для температури підкристалльної області наведений на рис. 2.

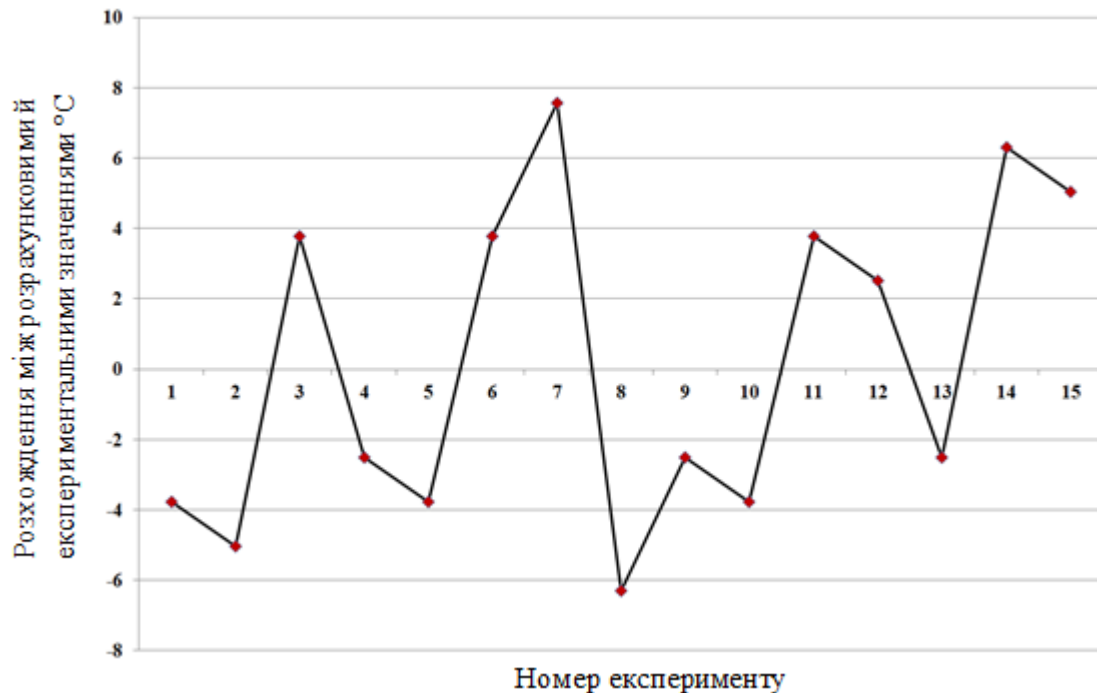


Рисунок 2 – Відхилення розрахункових значень від експериментальних для температури підкристалльної області, $^\circ\text{C}$

Таким чином, можна зробити висновок, що запропонований метод віртуалізації контролю температури розплаву в підкристалній області дозволяє одержати інформацію про температуру в зоні впровадження домішки в злиток, і як наслідок дає можливість розрахувати концентрацію домішки в злитку в процесі вирощування.

ВИСНОВКИ. Розроблений метод віртуального контролю температури в підкристалній області, заснований на регресійній моделі, який дозволяє за допомогою віртуальних сенсорів розрахунковим шляхом визначати варіації температурного поля в підкристалній області. Метод дозволяє організувати віртуальний моніторинг впровадження домішки в злиток кремнію в процесі росту й забезпечити дані для прогнозування осьового профілю розподілу домішки в злитку кремнію. Визначені коефіцієнти регресійної моделі. Розбіжність між експериментальними й розрахунковими значеннями температури в підкристалній області не перевищує $\pm 8^\circ\text{C}$.

ЛІТЕРАТУРА

1. Фёрстер Э., Рёнд Б. Методы корреляционного и регрессионного анализа. – М.: «Финансы и статистика», 1981. – 302 с.
2. Математическое моделирование. Получение монокристаллов и полупроводниковых структур / А.А. Самарский, Ю.П. Попов, О.С. Мажорова. – М.: Наука, 1986. – 359 с.
3. Жмакин А.И. Моделирование роста монокристаллов: теплообмен [Электронный ресурс] // ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН – Режим доступа к ресурсу: https://www.google.com.ua/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&cad=rja&uact=8&ved=0ahUKEwjJ0o3hwM7PAhUCS5oKHT18D3sQFggiMAE&url=http%3A%2F%2Farxiv.org%2Fpdf%2F1511.07161&usq=AFQjCNFf3xIv2KUfGbjM9ODEHtasYQ0UJw&sig2=hhBxvW_aS33iry18DKTh_w&bvm=bv.135258522,d.bGs.
4. Ходасевич Г.Б. Обработка экспериментальных данных на ЭВМ. Часть 2. Обработка многомерных данных. СПб.: СПбГУТ, 2002. – 54 с.
5. Планирование эксперимента в исследовании технологических процессов / К. Хартман, Э. Лецкий, В. Шефер. – М.: Мир, 1977. – 552 с.

**DEVELOPMENT OF A METHOD OF VIRTUALIZATION OF TEMPERATURE CONTROL
IN THE AREA UNDER CRYSTAL**

I. Oksanich, N. Rylova, O. Prytchyn

Kremenchuk Mykhailo Ostrohradskyi National University

vul. Pershotravneva, 20, Kremenchuk, 39600, Ukraine. E-mail: alpritchin@ukr.net

Purpose. Factories which manufacture single crystalline silicon have ingots or plates as intermediate or end product. Gradients of temperature in the ingot and melt are volatile within ingot growth because of dynamic heat conditions. Those conditions depend on decrease of melt volume in a crucible and increase of weight and surface of a growing ingot. **Methodology.** Dopant distribution over the radius and length of ingot is an important technological parameter of producing single crystalline silicon ingots. **Results.** Dopant introduction into the ingot is affected by such technological parameters of growth as a crucible rotation rate, an ingot rotation rate, an ingot growth rate, a temperature of melt in the area under a crystal. The last parameter is determined by the temperature of a heater. **Originality.** The melt temperature in the area under a crystal is controlled indirectly through the temperature of a heater or a temperature of a melt surface. **Practical value.** This method does not meet the requirements in accuracy needed for the dopant distribution monitoring. References 5, figures 2.

Key words: silicon, dopant distribution, melt temperature, area under crystal, control.

REFERENCES

1. Fyorster, E. (1981), "Methods of correlation and regression analysis", *Finances and statistics*, 302 p.
2. Samarskiy, A.A. (1986), "Mathematical modeling. Preparation of single crystals and semiconductor structures", 359 p.
3. Zhmakin, A.I., "Simulation of single-crystal growth: heat mass transfer", [*Electronic resource*] *Access to resource*: https://www.google.com.ua/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&cad=rja&uact=8&ved=0ahUKEwjJ0o3hwM7PAhUCS5oKHTI8D3sQFggiMAE&url=http%3A%2F%2Ffarxiv.org%2Fpdf%2F1511.07161&usg=AFQjCNFf3xIv2KUfGbjM9ODEHtasYQ0UJw&sig2=hhBxvW_aS33iry18DKTh_w&bv=bv.135258522,d.bGs.
4. Khodasevich, G.B. (2002), "Processing of the experimental data on the computer. Part 2. Processing of multidimensional data".
5. Hartman, K. (1977), "Design of experiments in the research of technological processes", 552 p.

Стаття надійшла 18.11.2016.