

Latvijas Universitāte



Matīss Plāte

**Polikristāla kušanas un termomehānisko
spriegumu trīsdimensionāla matemātiskā
modelēšana peldošās zonas silīcija kristālu
audzēšanas procesā**

Promocijas darba kopsavilkums

Doktora grāda iegūšanai fizikas nozarē
Apakšnozare: šķidrumu un gāzu mehānika

Rīga, 2021

Promocijas darbs izstrādāts Latvijas Universitātes Fizikas, matemātikas un optometrijas fakultātē, Fizikas nodaļas Vides un tehnoloģisko procesu matemātiskās modelēšanas laboratorijā laika posmā no 2013. gada līdz 2020. gadam.

Darbs sastāv no ievada, divām nodaļām, secinājumiem un literatūras saraksta.

Darba forma: publikāciju kopa fizikas nozarē, šķidrumu un gāzu mehānikas apakšnozarē.

Darba zinātniskais vadītājs: Dr. phys. Jānis Virbulis

Darba recenzenti:

1. Dr. phys. Ilmārs Grants, vadošais pētnieks Latvijas Universitātes Fizikas institūta Magnētiskās hidrodinamikas tehnoloģiju laboratorijā
2. Dr. phys. Dmitrijs Bočarovs, asociētais profesors Transporta un sakaru institūta inženierzinātņu fakultātē
3. Dr. phys. Gundars Ratnieks, procesu attīstītājs Siltronic AG Vācijā

Promocijas darba aizstāvēšana notiks 2021. gada 5. martā plkst. 15:00 Latvijas Universitātes Fizikas nozares promocijas padomes atklātā sēdē attālināti.

Ar promocijas darbu un tā kopsavilkumu var iepazīties Latvijas Universitātes Bibliotēkā Rīgā, Kalpaka bulvārī 4.

LU Fizikas zinātņu nozares promocijas

padomes

priekšsēdētājs

_____ /Dr. phys. Andris Jakovičs/

padomes

sekretāre

_____ /Annija Stūrmane/

© Latvijas Universitāte, 2021

© Matīss Plāte, 2021

Anotācija

Silīcija monokristālu audzēšanas procesā ar peldošās zonas metodi indukcijas spoles forma un materiālo īpašību anizotropija nosaka būtiskākās fizikālo lauku novirzes no aksiālās simetrijas. Promocijas darbā šie faktori tiek ņemti vērā, skaitliski modelējot silīcija fāžu robežas un termomehāniskos spriegumus kristālā trijās dimensijās, kas līdz šim literatūrā neparādās. Līdzšinējie trīsdimensionālie modeļi aplūkoja kausējuma plūsmu, elektromagnētiskā lauka ietekmi uz to, kā arī gāzes plūsmu kristālu audzēšanas iekārtā.

Atklātās kušanas frontes forma tiek atrasta, apvienojot matemātiskos modeļus elektromagnētiskajam laukam, nestacionārai siltuma pārnesei un šķidrums plūsmai izkusušajā silīcija slānīti. Izpētīta tādu procesa parametru kā vilkšanas un rotācijas ātruma ietekme uz frontes formu. Modelis validēts ar eksperimentālu mērījumu datiem tipiskam 4 collu procesam, kvantitatīvi nosakot asimetriju kušanas frontes ārmaļā, kur atrodas elektromagnētiskā lauka maksimums virs spraugas starp induktora strāvas pievadiem.

Procesa laikā kristālam nevienmērīgi izplešoties, neizbēgama ir termomehānisko spriegumu veidošanās, kas var radīt kristāla plīšanu, dislokācijas un izmainīt punktveida defektu sadalījumu. Izmantojot lineāras elastības likumu un no kristāla orientācijas atkarīgu elastības matricu, tiek aprēķināti spriegumi, salīdzinot izplatītākos $\langle 100 \rangle$ un $\langle 111 \rangle$ audzēšanas virzienus. Pirmkārt, parādīts, ka, ņemot vērā kristāla orientāciju trijās dimensijās, iegūst lielākus spriegumus nekā aksiāli simetriskā tuvinājumā. Otrkārt, termomehāniskie spriegumi vispārīgi ir lielāki $\langle 111 \rangle$ kristāla audzēšanas virziena gadījumā. Treškārt, aprēķinātie spriegumi uz eksperimentāli novērojamās kristāla virsmas kantes ir mazāki tās virsotnē, taču lielāki malā, salīdzinot ar pilnīgi apaļu kristālu.

Tādējādi darbā parādīts, ka līdz šim neievērotie 3D efekti jāņem vērā precīzākai silīcija kristālu audzēšanas ar peldošās zonas metodi modelēšanai.

Pateicības

Lielāko pateicību izsaku promocijas darba vadītājam Jānim Virbulim par sniegto iespēju izstrādāt darbu, ieguldīto laiku, ticību maniem spēkiem un neļaušanu padoties. Paldies arī par pacietību un veiksmīgo komunikāciju visā darba izstrādes laikā. Ar spēju izprast sarežģītos procesus un idejas pierādot ar skaitlisku modeļu palīdzību Jānis man ir rādījis veiksmīga pētnieka paraugu.

Tāpat nozīmīgs pateicības daudzums pienākas pārējiem publikāciju līdzautoriem par lielisko sadarbību. Liels paldies Armandam Krauzem par galveno polikristāla kušanas modeļa komponentu skaitlisko realizāciju. Pasakos Ivaram Driķim par vērtīgām konsultācijām 3D termomehānisko spriegumu aprēķinu režģa ģenerēšanas sakarā. Esmu pateicīgs Kasparam Dadzim par neželoto laiku, rūpīgi veicot mērījumus Leibniz-Institut für Kristallzüchtung, kā arī sniedzot lietderīgus ieteikumus. Paldies Jurim Senņikovam par lielisko iespēju lietot ELASTICSOLVE un konsultāciju programmas darbināšanā.

Paldies Maksimam Surovovam par atsaucību, izveidojot induktora 3D robeželementu režģi un bijušajiem kolēģiem no tagadējās Pusvadītāju tehnoloģiju laboratorijas Skaitliskās modelēšanas institūtā par noderīgām diskusijām un atsaucību dažādākajos programmatūras lietošanas jautājumos.

Sirsnīgs paldies manai sievai Baibai par sniegto atbalstu un izpratni.

Saturs

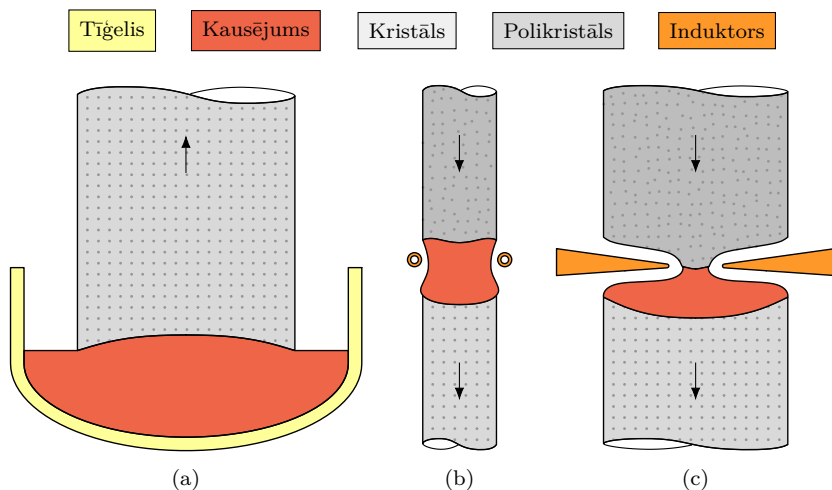
Vispārīgais darba raksturojums	1
Peldošās zonas silīcija kristālu audzēšana	1
Literatūras apskats	4
Promocijas darba mērķis un uzdevumi	7
Rezultātu aprobācija	7
Autora ieguldījums	9
Promocijas darba struktūra	10
1 Atklātās kušanas frontes modelēšana	11
1.1 Teorētiskais pamatojums	11
1.1.1 Augstfrekvences elektromagnētiskais lauks	12
1.1.2 Difūzā siltuma pārnese	12
1.1.3 Šķidrums plānā slānīša modelis	13
1.2 Modeļa validēšana ar eksperimentu	14
1.3 Procesa parametru ietekme uz frontes formu	18
2 Termomehānisko spriegumu modelēšana	20
2.1 Teorētiskais pamatojums	21
2.1.1 Temperatūras lauks	21
2.1.2 Sprieguma lauks	21
2.2 Aprēķinu rezultāti	22
Secinājumi	28
Tēzes	29
Literatūras saraksts	30

Vispārīgais darba raksturojums

Peldošās zonas silīcija kristālu audzēšana

Līdz ar tranzistora atklāšanu 1947. gadā [1] sākās strauja pusvadītāju tehnoloģiju un elektronikas attīstība. Pirmie tranzistori bija no germānija, taču jau 1954. gadā izdevās izgatavot tranzistorus arī no silīcija [2]. Tikai pēc tam, kad tika atklāta iespēja tā virsmu stabilizēt ar plānu silīcija oksīda kārtu, tieši silīcijs kļuva par vadošo pusvadītāju materiālu [3]. Silīcija galvenās priekšrocības, salīdzinot ar germāniju, ir tā plašā pieejamība un salīdzinoši lielais 1,14 eV aizliegtās zonas platums, nodrošinot labāku ierīču stabilitāti. Attiecīgi 1951. gadā tika izaudzēti pirmie silīcija kristāli ar Čohraļska (CZ) metodi, kur polikristālisks silīcijs kā izejmateriāls tiek izkausēts kvarca tīģelī, kā parādīts attēlā 1(a). Būtisks pavērsiens bija 1958. gada atklājums, kā audzēt no dislokācijām brīvus kristālus [4], kas ir kritisks nosacījums elektronisko ierīču izmēru samazināšanai un integrēto shēmu ražošanai. Teju visas pusvadītāju ierīces tagad izgatavo no sevišķi tīra monokristāliska silīcija, kas ir rūpnieciski izaudzēts, sagriezts plāksnēs un fotolitogrāfiski apstrādāts. Ar piejaukumu atomiem panāk vēlamo n- vai p-tipa vadītspēju. Vadošie silīcija plāksņu ražotāji ir Shin-Etsu, SUMCO, GlobalWafers, Siltronic, SK Siltron [5]. Lielākie plāksņu pircēji un attiecīgi pusvadītāju ierīču ražotāji ir Intel, TSMC, Samsung, Infineon, Texas Instruments, Toshiba, Micron un vēl daudzi citi. Aplēses elektronikas tīrības šķiras silīcija kā izejmateriāla tirgus vērtībai dod miljards ASV dolāru, katra nākamā šīs industrijas ķēdes posma vērtībai aptuveni desmitkārsojoties. Tātad silīcija plāksnes novērtē desmit miljardu, pusvadītāju ierīces – simts miljardu un gatavās elektronikas preces – apmēram triljons ASV dolāru vērtībā [6].

Pusvadītāju ēras sākumā būtiska problēma bija nepietiekama izgatavoto kristālu tīrība, jo piejaukumi samazina izgatavotās iekārtas efektivitāti. Vispirms tika pētīta iespēja attīrīt germāniju, ko veiksmīgi izdevās paveikt ar zonas kausēšanas metodi, kur vēlamo tīrības pakāpi iegūst, pakāpeniski un vairākkārt pārkausējot materiālu garenā horizontālā tīģelī [7]. Drīz bija nepieciešama līdzīga metode silīcijam, ko attīstīja vairākas pētniecības grupās paralēli. Lai izvairītos no jauniem piemaisījumiem, ķīmiski agresīvajam silīcija kausējumam reaģējot ar tīģeļa sienām, tika radīta peldošās zonas jeb *floating-zone* (FZ) metode, kur izejmateriāla stieni novieto vertikāli, un kausējumu notur kristalizēties silīcijs, skatīt attēlu 1(b). Jau 1953. gadā publicēti pirmie eksperimentālie rezultāti, pārkristalizējot aptuveni 5 mm diametra silīcija stieni [8]. Pāris gadu laikā notika strauja procesa pilnveide, iegūstot zināšanas par nozīmīgiem faktoriem, piemēram, silīcija stieņu rotēšanu, lai nodrošinātu vēlamo cilindrisko formu [9], tiešu kausējuma sildīšanu ar augstfrekvences (AF) induk-

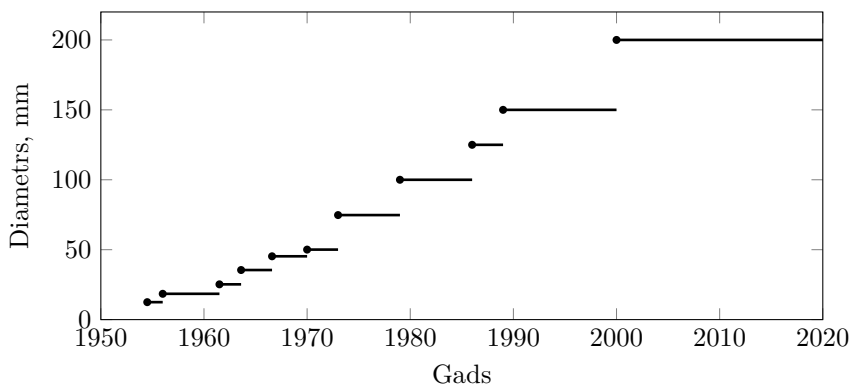


1. attēls. Galveno silīcija monokristālu industriālās audzēšanas procesu aksiāli simetriska shēma: (a) Čohraļska process, (b) klasiskā peldošās zonas metode un (c) peldošās zonas metode ar adatas acs induktoru liela diametra kristāliem.

cijas spoli jeb induktoru, lai izvairītos no silīcija piesārņošanas no rezistīvā sildītāja elementa [10], kā arī īpaši attīrītu polikristālisku stieņu izmantošanu par izejmateriālu [11].

Ar sākotnējo procesa konfigurāciju jeb klasisko FZ metodi ar cilindrisku kausējuma formu izaudzēto kristālu diametrs ir ierobežots līdz 30 mm, tāpēc izšķirošs bija adatas-acs (*needle-eye*) induktora koncepts, kur spoles iekšējais diametrs ir ievērojami mazāks par kristāla diametru, skatīt attēlu 1(c). Tādā veidā kristāla diametru bija iespējams palielināt līdz pat 200 mm, kā tas redzams 2. attēlā. Lielāks kristāla diametrs ļauj izgatavot vairāk elementus uz silīcija plāksnes, samazinot vienas vienības izmaksas. Ar FZ metodi iespējams izaudzēt tīrākos kristālus ar sevišķi augstu īpatnējo pretestību, kam pielietojums galvenokārt ir jaudas elektronikā, kas ir aptuveni 5% no visa saražotā monokristāliskā silīcija.

Tipisks mūsdienu 4 collu kristāla diametra FZ process no Leibniza kristālu audzēšanas institūta (*Leibniz-Institut für Kristallzüchtung*) parādīts 3. attēlā. Hermētiski noslēgtā audzēšanas iekārtā polikristāla stienis tiek bīdīts uz leju, kur to kausē ar maiņstrāvas elektromagnētisko (EM) lauku, ko rada „pankūkas” formas viena vijuma spole. Raksturīgā strāvas frekvence 3 MHz ir ierobežota no augšas dzirksteļizlādes starp induktora pievadiem dēļ un no apakšas polikristāla vienmērīgas nokausēšanas dēļ [13]. Izkusušais silīcijs tek caur spoles atvērumu centrā uz leju, veidojot kausējuma zonu, zem kuras notiek kristalizācija, un augošais kristāls tiek vilkts uz leju.



2. attēls. Peldošās zonas procesa attīstība kā maksimālais izaudzētā silīcija kristāla diametrs [11, 12].

Kristāla vilkšanas ātrums ļauj kontrolēt tā diametru, un ar induktora strāvas stiprumu var mainīt zonas augstumu, t.i., vertikālo attālumu starp kušanas un kristalizācijas frontes ārējo malu. Šķautnes uz kristāla sānu virsmas tā augšanas virzienā liecina par monokristāla augšanu, un dislokāciju veidošanās gadījumā tās pazūd [14, 15].



3. attēls. Skats caur iekārtas logu uz 4 collu kristāla diametra peldošās zonas procesu Leibnica kristālu audzēšanas institūtā. Izejmateriāla un monokristāla stienis tiek rotēts un bīdīts uz leju, indukcijas spoles pozīcija saglabājas fiksēta.

Eksperimentāli mērījumi audzēšanas iekārtā ir apgrūtināti vai pat nav iespējami silīcija augstās kušanas temperatūras 1687 K dēļ. Fāžu robežas procesa laikā var novērot caur iekārtas logu tikai daļēji, jo kausējuma centrālo daļu aizsedz induktors. Tāpat jāreķinās ar augstām eksperimenta izmaksām, viens silīcija kristāla stienis ir vairākus desmitus tūkstošus eiro vērts. Tāpēc matemātiskajai modeļēšanai ir būtiska nozīme izpratnē par FZ procesu un tā pilnveidē.

Literatūras apskats

FZ silīcija kristālu audzēšanas procesa attīstība kopš tā pirmsākumiem detalizēti aprakstīta darbos [11, 16]. Mūsdienu FZ tehnoloģija, tai skaitā iekārtas konfigurācija, procesa etapi un parametri, ierobežojumi un automatizācija, kā arī attiecīgās matemātiskās modelēšanas aktuālais stāvoklis dots kristālu audzēšanas rokasgrāmātā [17].

Sākotnējie matemātiskie modeļi FZ procesu apraksta tikai aksiāli simetriskā tuvinājumā, fokusējoties uz kausējuma plūsmas izpēti. Agrīno skaitlisko aprēķinu piemēri klasiskajā FZ procesā ir dažādu kristāla stieņu rotācijas konfigurāciju pielietojums brīvās konvekcijas mazināšanai [18] un termokapilāro jeb Marangoni spēku ietekmes novērtējums bezsvara stāvoklī [19]. Pirmais apjomīgais datormodelēšanas pētījums modernajam FZ procesam aplūkoja elektromagnētisko spēku ietekmi uz kausējuma konvekciju pie fiksētām, empīriskām fāžu robežām [20]. Kristāla rotācija netika ņemta vērā, un izmantotais pieņēmums par turbulentu plūsmu ļāva vienkāršot Navjē-Stoksa vienādojumu. Iegūtais secinājums, ka EM spēki ir dominējoši, par vairākām kārtām pārsniedzot citus spēkus, kas darbojas uz kausējumu, nav spēkā mūsdienu procesiem ar lieliem kristāla diametriem. Lie et al. [21] iteratīvā veidā ieguva kausējuma formu hidrostatiskā spiediena, virsmas spraiguma un EM spiediena ietekmē pie fiksētiem izkusušās zonas galapunktiem.

Pirmais globālais matemātiskais modelis aksiāli simetriskai FZ sistēmai izveidots J. Virbuļa disertācijā [22]. Tajā ietilpst EM lauks un inducētie siltuma avoti, kvazi-stacionāra siltuma pārnese, vienkāršots modelis starojumam, Stefana problēma kristalizācijas un kušanas frontes formas atrašanai, kā arī nestacionāra kausējuma konvekcija. Tuvināti aprakstīta induktora spraugu ietekme uz 2D EM lauka sadalījumu. Inducētajiem siltuma avotiem uz atklātās kušanas frontes tika izmantots empīrisks koeficients, jo šķidrā slāņa struktūra netika aplūkota. EM lauka aprēķins realizēts ar robeželementu metodi, bet siltuma un masas pārnese aprēķins – ar galīgo elementu metodi. Komerciāli piedāvātie risinājumi siltumpārnesei FZ procesā no *Cape Simulations* tiek papildināti ar piemaisījumu pārnesei kausējumā un punktdefektu koncentrācijas lauku kristālā disertācijā [23]. Noslēgts globālais modelis FZ procesam liela diametra kristāliem, kas realizēts datorprogrammas FZONE veidā, izstrādāts G. Ratnieka disertācijā [12]. Nozīmīgs pilnveidojums ir analītiskais apraksts šķidrā silīcija plūsmai uz atklātās kušanas frontes, kas ļauj aprēķināt inducētās jaudas blīvumu, ņemot vērā slānīša biezumu. Korektam siltuma starojuma aprēķinam tiek izmantota redzamības faktoru (*view-factor*) metode. 2D EM lauka aprēķinā tiek ņemta vērā gan induktora galvenās spraugas, gan papildspraugu ietekme. Balstoties uz šo kvazi-stacionāro modeļu kopumu, izveidots arī nestacionāra FZ procesa modelis A. Rudeviča pro-

promocijas darbā [24], attiecīgā programma FZONET ļauj risināt fāžu robežu izmaiņas laikā un pētīt algoritmus procesa kontrolei. Pieejama komerciāla programma FEMAG-FZ globālās siltumpārnesei FZ sistēmā modelēšanai [25]. Būtisks modeļa trūkums ir iepriekš uzdota fiksēta atklātās kušanas frontes forma. Balsoties uz šo programmu risinātas siltumpārnesei problēmas gan silīcija, gan germānija kristālu audzēšanai ar FZ metodi veikta disertācijā [26]. Papildus izmantota programma ELMER, lai noteiktu gāzes plūsmu visā audzēšanas iekārtā.

Induktora radītā AF EM lauka FZ sistēmā matemātiskā modelēšana trijās dimensijās pirmo reizi parādās Mühlbauer et al. rakstā [27]. Izmantota robeželementu metode un veikta modeļa validācija, nosakot magnētiskā lauka indukciju, ko rada vienkāršota spole. Iegūtais inducētās strāvas blīvuma sadalījums uz silīcija virsmām parādīja induktora spraugas starp pievadiem ietekmi. Programma FZONE papildināta ar šo modeli, par aksiāli simetriskajiem inducētā siltuma avotiem ņemot azimutāli vidējotos 3D EM aprēķina rezultātus [28]. Matemātisko modeļu kopa, izmantojot komerciālo programmatūru COMSOL, kas izveidota R. Menceļa disertācijā [29], iekļauj 3D AF EM lauka aprēķinu ar galīgo elementu metodi. Tiek pielietots standarta impedances robežnosacījums uz silīcija un vara induktora virsmām. Iegūtie siltuma avoti tiek azimutāli vidējoti, lai temperatūras un termomehānisko spriegumu lauku risinātu aksiāli simetriskā tuvinājumā.

Ratnieks et al. [30] aprēķina 3D šķidrums plūsmu, temperatūras lauku un piemaisījumu pārnesi kausējumā ar komerciālo programmu FLUENT. Tas papildināts ar nestacionāriem aprēķiniem un parametru ietekmes izpēti [31]. Piemaisījumu pārneses un radiālās pretestības sadalījuma uz kristalizācijas frontes uzdevums ar papildus maiņstrāvas un līdzstrāvas magnētiskajiem laukiem aplūkots K. Lāča promocijas darbā [32]. Programmatūra veidota, izmantojot OPENFOAM atvērtā koda bibliotēku. Matemātiskais modelis gan aksiāli simetriskai, gan trīsdimensionālai gāzes plūsmai un piemaisījumu pārnesi gāzē un kausējumā FZ audzēšanas iekārtā izstrādāts A. Sabanska promocijas darbā [33]. Parādīts, ka gāzes plūsmas radītie bīdes spriegumi uz kausējuma brīvās virsmas ir par kārtu mazāki nekā elektromagnētisko un Marangoni spēku radītie bīdes spriegumi. Tāpat parādīts, ka hēlijs kristāla virsmu dzesē stiprāk nekā argons, un kvantitatīvi novērtēta gāzes plūsmas ietekme uz induktora strāvas stiprumu un fāžu robežām aksiāli simetriskā tuvinājumā. Ar 3D gāzes plūsmas modeli iegūta stiprāka silīcija virsmu dzesēšana nekā ar aksiāli simetrisko modeli induktora spraugu dēļ. Promocijas darbā [24] izveidots modelis 3D izkusušās zonas aprēķinam. Brīvās virsmas forma tiek atrasta, minimizējot spiedienu disbalansu katrā tās punktā. Ārējā trišķāršā punkta līnija tiek pārvietota atkarībā no lokālās meniska formas un siltuma plūsmu līdz-

svara. Iegūtā stacionārā augšanas forma kristālam bez rotācijas kvalitatīvi sakrīt ar eksperimentu. Taču apskatītais speciālgadījums nav radis pielietojumu, un standarta procesā kristalizācijas frontes formas novirzes no aksiālās simetrijas ir neievērojamas kristāla rotācijas dēļ. Pilnībā 3D modeļu kopu klasiskajai FZ konfigurācijai ar lampas sildīšanu un papildus magnētisko lauku izveidojis Lan et al. [34]. 3D brīvās virsmas formas aprēķinu ar *volume of fluid* (VOF) metodi veicis Han et al. [35], modeļa skaitliskā realizācija veidota uz OPENFOAM bāzes. Iegūta arī virsmas forma pie savstarpēji nobīdītas kristāla un polikristāla rotācijas ass.

Viens no pirmajiem termomehānisko spriegumu pētījumiem kristāliem FZ procesā izmantoja analītisku metodi un ieguva spiedes sprieguma maksimumu centrā uz kristalizācijas frontes un mazāku stiepes sprieguma maksimumu trīskāršā punkta tuvumā [36]. Spriegumi kristālā tika salīdzināti procesiem ar atšķirīgām induktoru konfigurācijām. Modelis 3D anizotropiem termiskajiem spriegumiem 6 un 8 collu kristāliem CZ procesā paredzēja dislokāciju veidošanos visos apskatītajos gadījumos [37]. Balstoties uz nesakrītību starp esošo modeļu rezultātiem un eksperimentāliem novērojumiem, tika izveidots metastabila kristāla stāvokļa koncepts, kur dislocēšanās izraisa nejaušas perturbācijas [38]. Papildus veikti skaitliski termiskā sprieguma aprēķini, kas parādīja mazākus spriegumus procesā ar kristāla starojuma reflektoru un kvalitatīvi labu dislocētās zonas sakrītību ar eksperimentu. Ar globāla FZ modeļa palīdzību tika parādīts, ka pie lielāka kristāla vilkšanas ātruma iegūst lielākus termiskos spriegumus [39]. Skaitliski aprēķini CZ procesam parāda, ka termiskie spriegumi lokāli pieaug, aplūkojot kristālu ar viļņotu virsmu, kas novērojama eksperimentā, salīdzinājumā ar idealizētu gludu virsmu [40]. Attiecīgais CZ procesa 3D modelis ar iekļautu materiāla anizotropiju parāda, ka mazākie spriegumi ir $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijai [41].

Šķautņu formu, izmēru un izvietojumu nosaka kristālrežģa struktūra, orientācija un augšanas apstākļi, proti, temperatūras gradients pie trīskāršā punkta [42]. Teorija paredz, ka šķautnes izmērs ir apgriezti proporcionāls temperatūras gradientam. Veikti gan eksperimentāli [43], gan skaitliski [44] šķautņu ģeometrisku parametru pētījumi kristālu augšanas CZ procesam. Šķautnes izmēra maiņa kā periodiski izvīzījumi aprakstīti $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijai nevienmērīga augšanas ātruma gadījumā [45]. Taču nav atrodamī pētījumi par šķautņu ietekmi uz termomehāniskajiem spriegumiem.

Neskatoties uz plašajiem pētījumiem, ne visu būtisko 3D efektu ietekme ir tikusi ņemta vērā literatūrā aprakstītajos modeļos. Šajā promocijas darbā pētīti divi nozīmīgi 3D efekti FZ kristālu audzēšanas procesā, kas līdz šim nav aplūkoti – atklātās kušanas frontes forma un termomehāniskie spriegumi anizotropā kristālā.

Promocijas darba mērķis un uzdevumi

Par darba mērķi tiek izvirzīts ietekmes novērtējums līdz šim neievērotajām novirzēm no rotācijas simetrijas silīcija kristālu audzēšanas procesā ar peldošās zonas metodi. Attiecīgie darba uzdevumi:

1. izveidot aprakstu trīsdimensionālai polikristāla kušanai;
2. validēt skaitlisko modeli ar atklātās kušanas frontes formas mērījumiem;
3. noteikt atklātās kušanas frontes trīsdimensionālo formu pie dažādiem procesa parametriem;
4. aprēķināt termomehāniskos spriegumus trijās dimensijās, ņemot vērā materiālo īpašību anizotropiju un raksturīgās augšanas šķautnes.

Rezultātu aprobācija

Zinātniskās publikācijas

- [dis1] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. Mathematical modelling of the feed rod shape in floating zone silicon crystal growth. *J. Crystal Growth*, 457:85–91, 2017.
- [dis2] M. Plāte, K. Dadzis, A. Krauze, R. Menzel, J. Virbulis. Validation of a 3D mathematical model for feed rod melting during floating zone Si crystal growth. *J. Crystal Growth*, 521:46–49, 2019.
- [dis3] I. Driķis, M. Plāte, J. Seņņikovs, J. Virbulis. Effect of process parameters and crystal orientation on 3D anisotropic stress during CZ and FZ growth of silicon. *J. Crystal Growth*, 474:8–15, 2017.
- [dis4] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. Three-dimensional modelling of thermal stress in floating zone silicon crystal growth. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 355:1–10, 2018.

Publikācijas, kas nav iekļautas promocijas darbā:

- [dis5] K. Surovovs, M. Plāte, J. Virbulis. Modelling of phase boundaries and melt flow in crucible-free silicon crystal growth using high-frequency heating. *Magnetohydrodynamics*, 53(4):715–722, 2017.
- [dis6] A. Sabanskis, K. Surovovs, A. Krauze, M. Plāte, J. Virbulis. Modelling of the influence of electromagnetic force on melt convection and dopant distribution at floating zone growth of silicon. *Magnetohydrodynamics*, 51(2):375–384, 2015.

Dalība konferencēs

Rezultāti tika prezentēti starptautiskās zinātniskajās konferencēs:

- [conf1] M. Plāte, K. Dadzis, A. Krauze, J. Virbulis. Validation of a 3D mathematical model for feed rod melting during floating zone Si crystal growth. *6th European Conference on Crystal Growth*, Varna, Bulgārija, 2018. gada 16.–20. septembris, stenda referāts.
- [conf2] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. Three-dimensional modelling of thermal stress in floating zone silicon crystal growth. *VIII International Scientific Colloquium "Modelling for Materials Processing"*, Rīga, Latvija, 2017. gada 21.–22. septembris, stenda referāts.
- [conf3] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. Three dimensional modelling of interface shapes in floating zone silicon crystal growth. *XVIII International UIE-Congress on Electrotechnologies for Material Processing*, Hannovere, Vācija, 2017. gada 6.–9. jūnijs, mutisks referāts.
- [conf4] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. 3D simulation of feed rod melting in floating zone silicon single crystal growth. *5th European Conference on Crystal Growth*, Boloņa, Itālija, 2015. gada 9.–11. septembris, stenda referāts (Elsevier balva par labāko stenda referātu sekcijā *Bulk crystal growth*).
- [conf5] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. 3D simulation of feed rod and melt shapes in FZ silicon crystal growth. *International scientific colloquium "Modelling for electromagnetic processing"*, Hannovere, Vācija, 2014. gada 16.–19. septembris, stenda referāts.
- [conf6] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. 3D modeling of the influence of the inductor on the phase boundaries in FZ crystal growth. *9th International Conference on Fundamental and applied MHD, thermo acoustic and space technologies*, Rīga, Latvija, 2014. gada 16.–20. jūnijs, mutisks referāts.

Kā arī Latvijas Universitātes zinātniskajās konferencēs:

- [conf7] M. Plāte, K. Surovovs. Modelēšana silīcija kristālu audzēšanas procesam ar beztīģeļa induktīvu kausēšanu. *Latvijas Universitātes 75. zinātniskā konference*, Rīga, Latvija, 2017. gada 2. februāris, mutisks referāts.
- [conf8] M. Plāte. Procesa parametru ietekme uz termiskajiem spriegumiem FZ un CZ silīcija kristālu audzēšanas procesos. *Latvijas Universitātes 74. zinātniskā konference*, Rīga, Latvija, 2016. gada 1. februāris, mutisks referāts.

- [conf9] M. Plāte, A. Krauze, J. Virbulis. 3D polikristāla kušanas modelēšana peldošās zonas silīcija monokristālu audzēšanas procesā. *Latvijas Universitātes 73. zinātniskā konference*, Rīga, Latvija, 2015. gada 20. februāris, mutisks referāts.
- [conf10] M. Plāte, A. Krauze, A. Sabanskis. 3D efektu pētījumi silīcija kristālu audzēšanai ar peldošās zonas metodi. *Latvijas Universitātes 72. zinātniskā konference*, Rīga, Latvija, 2014. gada 30. janvāris, mutisks referāts.

Zinātniskie projekti

- Līgumdarbs ar Hannoveres Universitātes Elektrotehnoloģiju institūtu projektā "Mikroskopiskā kristalizācijas procesa un dažu Czochralski procesa makroskopisko aspektu matemātiskā modelēšana", 2013.–2017. gads. Projekta ietvaros veikta stažēšanās kristālu audzēšanas uzņēmumā Siltronic AG, Burghauzenā, Vācijā 2016. gada jūlijā.
- Latvijas Universitātes snieguma finansējums "Matemātisko modeļu sistēmas attīstīšana pusvadītāju monokristālu audzēšanas procesiem", 2015.–2017. gads.
- Dalība ERAF projektā "Būtiski nestacionāru matemātisko modeļu sistēmas attīstīšana pusvadītāju monokristālu audzēšanas rūpnieciskajiem procesiem", 2014.–2017. gads.
- Dalība ERAF projektā "Jaunas matemātiskās modelēšanas instrumentu sistēmas izstrāde funkcionālo nano- un mikroelektronikas pusvadītāju materiālu ražošanas tehnoloģijām", 2013. gads.

Autora ieguldījums

Promocijas darba ietvaros autors veicis skaitliskos aprēķinus uz LU FMOF datorklastera ar pieejamo programmatūru attiecīgo matemātiskās fizikas problēmu skaitliskai risināšanai. Autors patstāvīgi izveidojis induktora 3D datormodeli ar GMSH [46], ieguvjis kvazi-stacionārus sākuma stāvokļus ar FZONE [28] programmu, kā arī uzrakstījis skriptus mērījumu datu un aprēķinu rezultātu pēcapstrādei un attēlošanai ar GNU PLOT, MATPLOT LIB [47] un PARAVIEW [48]. Autors patstāvīgi veicis visu rezultātu analīzi un izdarījis secinājumus.

Polikristāla kušanas modelēšanai nepieciešamais EM lauka aprēķins tiek veikts ar programmu HFEM3D [49]. Siltuma pārnesei aprēķinam izmantots modificēts *scalarTransportFoam* solveris no OPENFOAM bibliotēkas. Sākotnēji tika izmantots TETGEN [50] tetraedru režģa ģenerēšanai,

ko nomainīja GMSH ar autora rakstītu skriptu robustākai darbībai. Šķidrā slānīša biezuma un kušanas ātruma noteikšanai autors lietoja A. Krauzes izstrādātas C++ programmas. Modeļa polikristāla kušanai validācijai Leibnica kristālu audzēšanas institūtā Berlīnē H.-J. Rost veica FZ audzēšanas eksperimentu un K. Dadzis sagatavoja mērījumu iekārtu un veica atklātās kušanas frontes mērījumus.

Kvazi-strukturēta 3D galīgo elementu režģa ģenerēšana kristālā termomehānisko spriegumu pētīšanai tiek veikta ar I. Driķa izstrādātu PYTHON skriptu kopumu, ko autors pielāgojis lokālai režģa smalcināšanai nesimetriskas kristāla virsmas formas gadījumā. Lineārās elastības problēmas risināšanai tiek izmantota J. Seņņikova izstrādātā programma ELASTIC-SOLVE.

Promocijas darba struktūra

Šajā darbā apskatīti līdz šim neizpētītie svarīgākie 3D efekti peldošās zonas procesā – atklātās kušanas frontes nesimetriskā forma 1. nodaļā un kristāla anizotropo īpašību radītais termomehānisko spriegumu sadalījums 2. nodaļā. Rakstā [dis1] detalizēti aprakstīts matemātiskais modelis polikristāla kušanai, kas ļauj iegūt trīsdimensionālo atklātās kušanas frontes formu. Modeļa trīs galvenās komponentes – EM lauks, difūzā siltumpārnese un plūsma plānajā kausējuma slānītī šeit dotas 1.1. apakšnodaļā. Veiktie aprēķini pie dažādām procesa parametru vērtībām apkopoti apakšnodaļā 1.3. Polikristāla kušanas modelis validēts rakstā [dis2] ar atklātās kušanas frontes mērījumiem tipiskam peldošās zonas procesam no Leibnica kristālu audzēšanas institūta, šeit skatīt 1.2. apakšnodaļu. Pamats termomehānisko spriegumu trīsdimensionālai matemātiskajai modelēšanai izklāstīts rakstā [dis3], kas sastāv no 3D temperatūras lauka iegūšanas, lineārās elastības problēmas formulējuma, elastības matricas $\langle 100 \rangle$ un $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijai, kā arī elastības konstantēm silīcijam, te dots 2.1. apakšnodaļā. Attiecīgie spriegumu aprēķini rakstā [dis4] ļauj novērtēt procesa parametru un kristāla augšanas šķautnes ietekmi, skatīt 2.2. apakšnodaļu.

Skaitliskie pētījumi papildina un precizē attiecīgos aksiāli simetriskā globālā FZONE modeļa aprēķinu rezultātus, kas tiek izmantoti nepieciešamajiem sākuma- un robežnosacījumiem. Abi pētījuma virzieni saistīti savā starpā netiešā veidā ar procesa parametriem un induktora formu.

1 Atklātās kušanas frontes modelēšana

Elektromagnētiskā lauka struktūru un attiecīgi inducētos siltuma avotus uz silīcija virsmām FZ procesā galvenokārt nosaka induktora forma. Ņemot vērā, ka liela diametra kristālu audzēšanai piemērotam induktoram nepieciešamas radiāli vērstas papildspraugas, EM lauks ir nesimetrisks, tāpēc sagaidāmas kušanas frontes novirzes no aksiālās simetrijas. Šajā nodaļā aprakstīts 3D nestacionārs modelis polikristāla kušanai FZ procesā, kas ļauj aprēķināt attiecīgo fāžu robežu formu. Tas iekļauj EM lauku, difūzo un starojuma siltuma pārnesei, un vienkāršotu plūsmu šķidrums slānītī uz kušanas frontes. Modelis validēts ar 4 collu diametra kristāla audzēšanas eksperimentu un novērtēta procesa parametru ietekme uz atklātās kušanas frontes formu.

1.1 Teorētiskais pamatojums

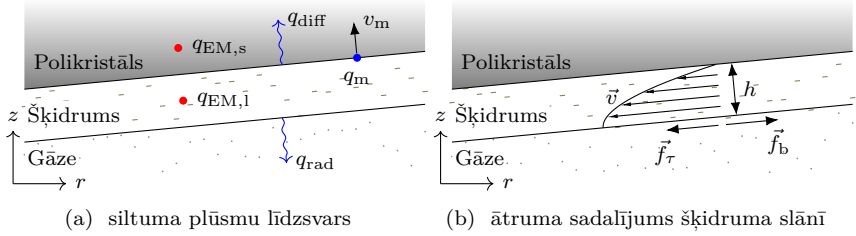
Enerģijas saglabāšanās likums uz atklātās kušanas frontes ļauj atrast šīs virsmas kušanas ātrumu v_m , kas nosaka kušanas frontes formu. Vienīgais siltuma avots uz šīs robežvirsmas ir inducētās jaudas blīvums q_{EM} , kas tiek patērēts kušanai, starošanai un difūzai siltuma pārnesei, attiecīgos jaudas blīvumus apzīmējot ar q_m , q_{rad} un q_{diff} . Siltuma plūsmu blīvums šķersgriezumā pie atklātās kušanas frontes ilustrēts 4.(a) attēlā. No siltuma plūsmu blīvuma līdzsvara iegūst lokālo kušanas ātrumu:

$$v_m = \frac{q_{EM} - q_{rad} - q_{diff}}{L\rho_s}, \quad (1)$$

kur L ir īpatnējais kušanas siltums un ρ_s ir cieta silīcija blīvums. Starojuma jaudas blīvumu aprēķina kā:

$$q_{rad} = \varepsilon_1 (\sigma_{SB} T_0^4 - q_{inc}), \quad (2)$$

kur ε_1 ir šķidrā silīcija emisijas koeficients, σ_{SB} ir Stefana-Bolcmaņa konstante, T_0 ir silīcija kušanas temperatūra, un q_{inc} – krītošā starojuma jaudas blīvums, kas tiek ņemts no FZONE aprēķina. Pieņēmums par izkļiedētu atstarošanos no kausējuma un kristāla virsmas attaisnojams ar nebūtiskām atšķirībām globālajā siltumpārnēsē spoguļatstarošanās gadījumā [51]. Apraksts q_{EM} un q_{diff} atrašanai dots zemāk. Indeksi s un l apzīmē attiecīgi cieta un šķidra silīcija agregātstāvokli.



4. attēls. Atklātās kušanas frontes modeļa pamata pieņēmumu ilustrācija šķērs-griezumā.

1.1.1 Augstfrekvences elektromagnētiskais lauks

Tā kā polikristāla un monokristāla izmērs $D \approx 100$ mm ir daudz lielāks par EM lauka iespiešanās dziļumu $\delta \approx 1$ mm pie raksturīgās strāvas frekvences 3 MHz, tiek izmantots augstfrekvences tuvinājums, pieņemot, ka strāva tiek inducēta tikai uz virsmas. Tiek izmantota metode, kas aprakstīta Mühlbauer et al. rakstā [49]. Metodes pamatā ir elektriskā vektorpotenciāla \vec{T} atrašana, lai iegūtu inducētos siltuma avotus ar robeželementu metodi.

Šķidrā silīcija slānīša biezums h uz kušanas frontes ir salīdzināms ar iespiešanās dziļumu δ , tādēļ siltuma avotus koriģē atkarībā no h pēc [52]:

$$q_{EM}(h) = \frac{j^2}{\delta_1 \sigma_1} \cdot \frac{1 - (1 - \kappa) e^{-2l}}{1 - 2(1 - \kappa) e^{-l} \cos l + (1 - \kappa)^2 e^{-2l}} \quad (3)$$

kur j ir inducētās strāvas lineārais blīvums, σ ir silīcija elektriskā vadītspēja, $\kappa = \sqrt{\frac{\sigma_s}{\sigma_1}}$ un $l = \frac{h}{\delta_1}$. Šī sakarība ir analītisks atrisinājums skinslāņa uzdevumam vienā dimensijā ar diviem slāņiem, kam atšķirīga elektriskā vadītspēja. Pirmais reizinātājs ir siltuma avoti bezgalīga šķidrums slāņa biezuma gadījumā, bet otrs – bezdimensionāla korekcija galīgai h vērtībai. Inducētās jaudas blīvuma atšķirības starp cietu un šķidru silīciju var sasniegt $\sqrt{\frac{\sigma_1}{\sigma_s}} \approx 4,9$ reizes.

1.1.2 Difūzā siltuma pārnese

Polikristāla un kausējuma apgabalī tiek iekļauti siltuma pārnese problēmā. Temperatūras lauka aprēķins kausējuma daļā ir nepieciešams, lai iegūtu siltuma plūsmu uz iekšējās kušanas frontes un to pārvietotu, un lai iekšējā trīskāršā punkta līnija varētu iegūt nesimetrisku formu visos virzienos. Vienkāršības labad konvekcija kausējumā netiek ņemta vērā, jo tai ir nebūtiska ietekme uz iekšējās kušanas frontes formu salīdzinoši zemā

Prandtla skaitļa šķidram silīcijam ($Pr = 0,013$) dēļ. Skaitliski tiek risināts nestacionārs siltumvadīšanas vienādojums polikristāla atskaites sistēmā:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \vec{\nabla} \cdot (\lambda(T) \vec{\nabla} T) \quad (4)$$

šeit ρ ir blīvums, c_p ir īpatnējā siltumietilpība pie konstanta spiediena, un λ ir siltumvadītspējas koeficients. Silīcija materiālo īpašību vērtības ņemtas no [52]. Uz kušanas frontēm izmanto konstantas temperatūras robežnosacījumu $T = T_0 = 1687$ K. Robežnosacījums uz polikristāla sānu virsmas sastāv no krītošā starojuma un inducētajiem siltuma avotiem:

$$-\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon(T) (q_{\text{inc}} - \sigma_{\text{SB}} T^4) + q_{\text{EM}}, \quad (5)$$

kur q_{inc} tiek ņemts no konverģējoša aksiāli simetriska FZONE aprēķina. Kad iegūts temperatūras sadalījums polikristālā, siltuma plūsmas blīvumu q_{diff} uz atklātās kušanas frontes tad nosaka pēc Furjē siltumvadīšanas likuma diferenciālā formā:

$$q_{\text{diff}} = -\lambda_s \frac{\partial T}{\partial n}. \quad (6)$$

1.1.3 Šķidrums plānā slānīša modelis

Ņemot vērā, ka šķidrā silīcija slāņa biezums $h \sim 0,1$ mm ir ievērojami mazāks par polikristāla izmēriem, var uzskatīt, ka plūsma ir tangenciāla kušanas frontei. Slānīša biezuma izmaiņas laikā izrēķina no masas nezūdamības likuma tilpuma elementā ar virsmas laukumu S :

$$\iint_S \frac{\partial h}{\partial t} dS = - \oint_{dS} \vec{q} \cdot d\vec{l} + \iint_S v_m \frac{\rho_s}{\rho_l} dS \quad (7)$$

kur \vec{q} ir šķidrums masas plūsma, ko iegūst, integrējot ātrumu \vec{v} pa slāņa biezumu h ar virsmai normālā virziena koordināti x_n :

$$\vec{q} = \int_0^h \vec{v} dx_n. \quad (8)$$

Pieņem, ka ātruma \vec{v} sadalījums pa plānā slānīša biezumu ir parabolisks, kur berzes spēku \vec{f}_b kompensē smaguma spēka un spiediena gradienta tangenciālā komponente f_τ , kā tas ilustrēts 4.(b) attēlā. Izsakot spēkus, iegūst vienādojumu šķidrums ātrumam:

$$-\eta \frac{\partial^2 \vec{v}}{\partial x_n^2} = \rho_l \vec{g}_\tau - \vec{\nabla}_\tau p \quad (9)$$

kur η ir viskozitāte un \bar{g} ir brīvās krišanas paātrinājums. Spiedienu rada virsmas spraigums γ un EM spēki:

$$p = \gamma K + \bar{p}_{EM}, \quad (10)$$

kur K ir virsmas liekums un \bar{p}_{EM} – pa slānīša biezumu vidējotais EM spiediens:

$$\bar{p}_{EM} = \frac{1}{h} \int_0^h p_{EM} dx_n = \xi \frac{\mu_0 j_1^2}{2}, \quad (11)$$

kur μ_0 ir magnētiskā konstante un ξ – korekcijas koeficients galīga biezuma šķidrums slānim, kas izvests līdzīgi kā korekcija siltuma avotiem [12]:

$$\xi = \frac{(1 + \kappa)^2 (e^l - 1) + 2(1 - \kappa^2)(1 - \cos l) + (1 - \kappa)^2 (e^{-l} - 1)}{(1 + \kappa)^2 e^l - 2(1 - \kappa^2) \cos l + (1 - \kappa)^2 e^{-l}}. \quad (12)$$

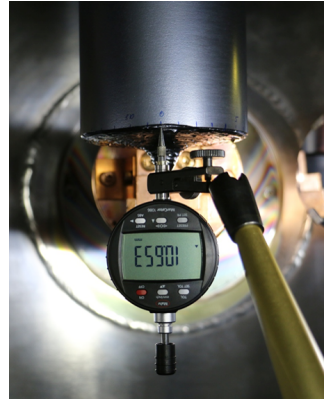
1.2 Modeļa validēšana ar eksperimentu

Kristāla audzēšanas eksperimenta laikā veikt pilnvērtīgu atklātās kušanas frontes formas mērījumu, kas izšķirtu virsmas azimutālās variācijas nav iespējams, jo salīdzinoši lielu kušanas frontes daļu aizsedz induktors, turklāt iekārtas logs atrodas fiksētā pozīcijā pret to. Standarta procesa beigās, pārtraucot strāvas padevi induktoram, šķidrās silīcijs strauji sacietē spēcīgā un nekompensētā termiskā starojuma dēļ, un kušanas fronte saglabā virsmas formu no pēdējā audzēšanas brīža. Polikristāla daļa, kas palikusi pāri pēc eksperimenta, tika izņemta no audzēšanas iekārtas un uzstādīta uz galda *ex situ* virsmas formas $z = z(x, y)$ mērījumiem, skatīt 5.(a) attēlu. Redzama atklātā kušanas fronte ar tai raksturīgo izteikti nevienmērīgo gredzenveida struktūru. Virsmas profils iegūts ar programējamo XYZ asu sistēmu, mērot attālumu no virsmas līdz atskaites plaknei. Mērījumu punktu radiālais un azimutālais izvietojums parādīts 6. attēlā. Atsevišķa eksperimenta beigās polikristāla rotācija tika apturēta reizē ar induktora strāvas padeves izslēgšanu, lai saglabātu kušanas frontes pozīciju attiecībā pret induktora galveno spraugu. Pēc FZ iekārtas atvēršanas tika veikts *in situ* mērījums kušanas frontes azimutālajam profilam $z = z(\varphi)$ ārmalā, skatīt 5.(b) attēlu.

Lai validētu matemātisko modeli, būtiskie procesa parametri 3D kušanas frontes formas aprēķinam ņemti no eksperimentiem, pēc kuriem veikti virsmas mērījumi. Būtiskākie procesa parametri ir zonas augstums $H_Z = 32$ mm, polikristāla rotācijas ātrums $\omega = 0,8$ apgr./min, induktora galvenās spraugas platums $d = 0,75$ mm un kristāla vilkšanas ātrums $v = 2,55$ mm/min. Sākotnējā aksiāli simetriskā fāžu robežu forma un induktora strāvas stiprums tiek ņemts no konverģējoša kvazi-stacionāra FZONE aprēķina, kur induktora strāvas stiprumu piemeklēts, lai nodrošinātu vēlamu

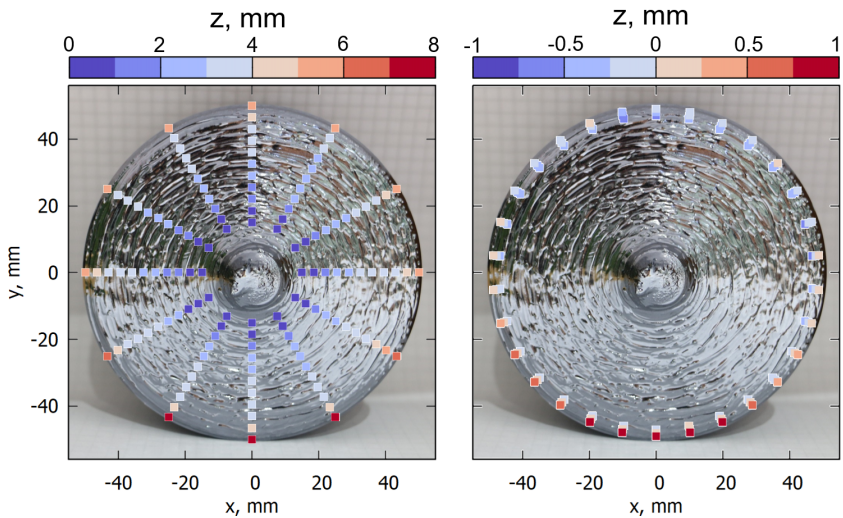


(a) atklātās kušanas fronte *ex situ* mērījumam



(b) *in situ* mērījums

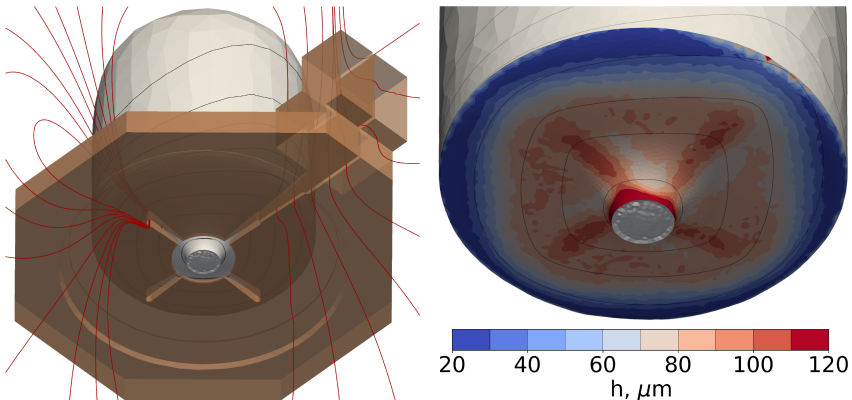
5. attēls. Pēc silīcija monokristāla audzēšanas FZ eksperimenta pāri palikušais polikristāls atklātās kušanas frontes formas *ex situ* un *in situ* mērījumiem.



6. attēls. Atklātās kušanas frontes formas *ex situ* mērījumu punktu radiālais (pa kreisi) un azimutālais (pa labi) izvietojums. Punktu krāsa apzīmē izmērīto vertikālo koordināti.

zonas augstumu. 3D nestacionārais aprēķins tiek uzskatīts par konverģējušu, kad kušanas frontes forma vairs nemainās. Aprēķina rezultāti 7. attēlā parāda induktora spraugu ietekmi uz novirzi no rotācijas simetrijas. Šķidrums slānīša biezuma sadalījumam raksturīga četrkārša simetrija, kas atbilst in-

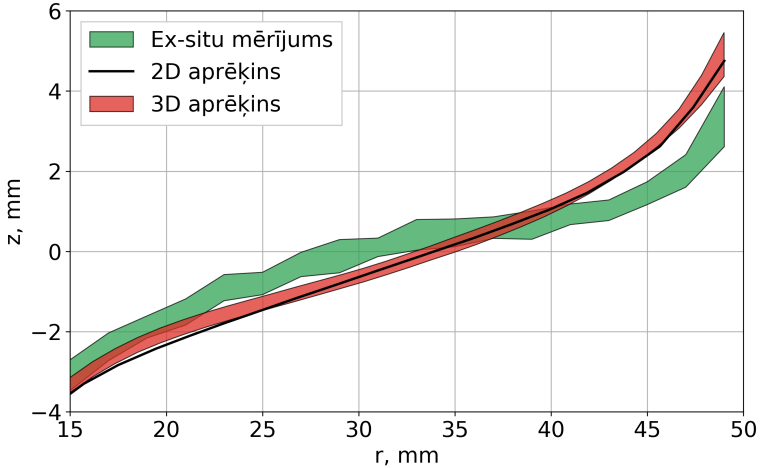
duktora spraugu izvietojumam. Nevienmērīgās kušanas dēļ virs spraugām iegūst izteikti lielāku slāniņa biezumu. Vispārīgi šķidrums slānītis kļūst biežāks virzienā no ārmas uz centru.



7. attēls. Aprēķinu apgabala un izvēlētu rezultātu ilustrācija skatā no apakšas uz polikristālu. Pa kreisi: magnētiskā lauka līnijas (sarkanā krāsā) cauri induktora sānu un galvenajai spraugai, un strāvas līnijas (melnā krāsā) uz silīcija virsmas. Pa labi: pietuvināts skats uz atklāto kušanas fronti ar strāvas līnijām un momentāno silīcija šķidrā slāniņa biezuma sadalījumu.

Modeļa validēšanai tiek izmantots azimutāli vidējots atklātās kušanas frontes radiālais profils, skatīt 8. attēlu. Profili savietoti tā, lai sakristu to vertikālās koordinātes z vidējā vērtība. Redzams, ka 3D aprēķina rezultāts azimutālo variāciju robežās sakrīt ar sākotnējo aksiāli simetrisko formu no FZONE, tādā veidā 3D modelis ir verificēts. Mērījums dod lielāku azimutālo variāciju nekā aprēķins, jo modelis ar augstfrekvences tuvinājumu nespēj izšķirt izteikti raupjo frontes struktūru, kas parādīta 5. attēlā. Atšķirības starp aprēķinu un eksperimentu ir mazākas par 1 mm pie rādiusa, kas mazāks par aptuveni 40 mm, taču sasniedz 2 mm frontes ārmas. Frontes formas sašķiebjot nav iespējams iegūt būtiski labāku sakritību, tātad sistemātisku mērījuma kļūdu var izslēgt. Jāņem vērā, ka *ex situ* parauga atklātās kušanas frontes forma varētu atšķirties no tās formas, kas ir cilindriska monokristāla kvazi-stacionāras augšanas laikā, jo polikristāla rotācija un induktora strāvas padeve, iespējams, netika momentāni pārtraukta audzēšanas procesa beigās. Gan aksiāli simetriskā modeļa, gan 3D modeļa ierobežojums, kas rada nesakritību ar eksperimentu, ir vienkāršotais siltuma pārnese un šķidrums plūsmas modelis. Kompleksās kušanas struktūras veidošanās kristāla audzēšanas eksperimentā kvalitatīvi skaidrojama ar pārkarētu ($T > T_0$) silīcija apgabalu eksistenci un inducētā siltuma blīvuma maksimumu virpuļstrāvu, proti,

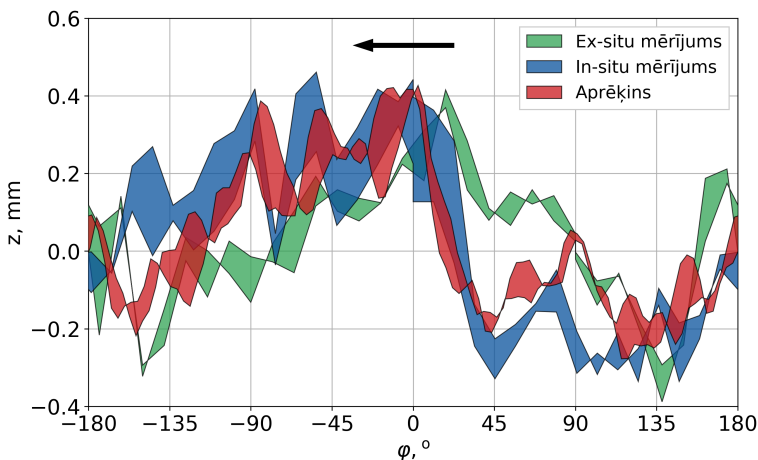
radiālajā virzienā ap izkusušu apgabalu [53]. Šī struktūra varētu tikt izšķirta un korekti aprakstīta ar fāžu lauka modeli un siltuma avotiem tilpumā [54], taču aprēķinu ilgums kritiski pieaugtu 3D aprēķina gadījumā. Pie zemākām induktora strāvas frekvencēm kušanas struktūru izmērs palielinās [55] un attiecīgi modelis nav vairs pielietojams.



8. attēls. Atklātās kušanas frontes vertikālās koordinātes z radiālais sadalījums ar maksimālo variāciju azimutālā virzienā.

Tāpat modeļa validēšanai izmantots frontes ārmalas vertikālās koordinātes azimutālais sadalījums $z = z(\varphi)$, kur asimetrija ir vislielākā, skatīt 9. attēlu. Induktora galvenās spraugas azimutālā pozīcija *in situ* mērījuma un 3D aprēķina gadījumā viennozīmīgi atbilst $\varphi = 0$, taču *ex situ* mērījumam tā nav zināma, tāpēc attiecīgais profils novietots tā, lai nodrošinātu labāko sakritību ar *in situ* mērījumu.

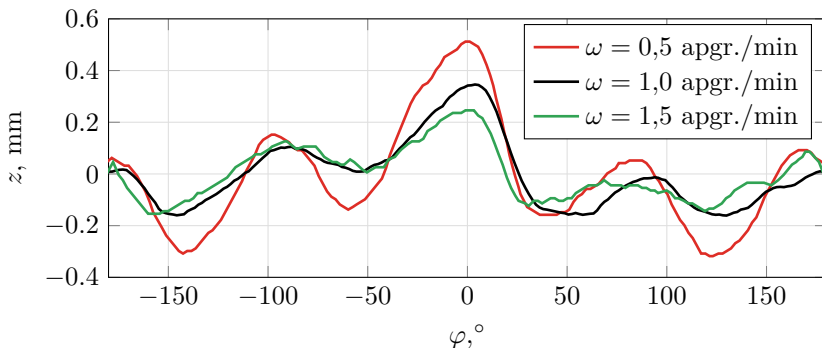
Eksperimenta kļūda tika aptuveni novērtēta, veicot atkārtotus mērījumus, bet 3D aprēķina datu kopa iekļauj frontes formas izmaiņas laikā. Ņemot vērā 3D modeļa ierobežojumus, ko varētu radīt augstfrekvences tuvinājums, šķidrums plūsmas plānajā slānītī vienkāršojums un laikā nemainīgs siltuma starojums, iegūta teicama kvalitatīva un arī ļoti laba kvantitatīva sakritība ar *in situ* mērījumu. Polikristāla ārmala izkūst papildus par aptuveni 0,6 mm virs induktora galvenās spraugas. Tās ietekme sasniedz 45° pretēji rotācijas virzienam, kā arī apmēram 180° rotācijas virzienā. Asimetriskā kušana virs induktora galvenās spraugas, kas rodas siltuma avotu maksimuma, polikristāla stieņa rotācijas un vilkšanas mijiedarbības dēļ, nav novērojama *ex situ* mērījumā. Tas apstiprina šīs formas eventuālo neatbilstību kvazi-stacionāram augšanas procesam.



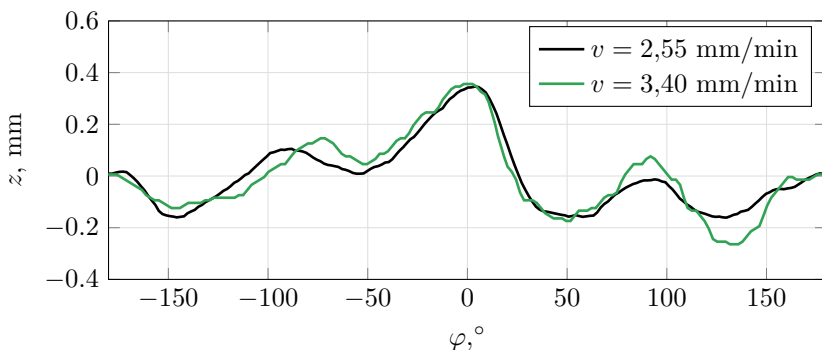
9. attēls. Atklātās kušanas frontes vertikālās koordinātes z azimutālais sadalījums polikristāla ārmaļā pie $r = 49$ mm. Induktora galvenā sprauga atrodas pie $\varphi = 0$ un melnā bulta norāda polikristāla rotācijas virzienu.

1.3 Procesa parametru ietekme uz frontes formu

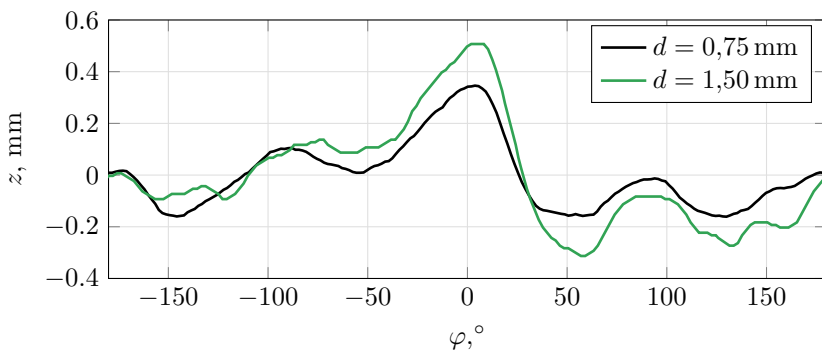
Aprēķinu sērijā būtiskāko procesa parametru ietekmes novērtēšanai iekļauts polikristāla rotācijas ātrums ω , induktora galvenās spraugas platums d un kristāla vilkšanas ātrums v . Parametri mainīti reālistiskās robežās, kas pieļauj eksperimentālu monokristāla izaudzešanu. 10. attēlā redzams kušanas frontes ārmaļas azimutālais profils pie atšķirīgām šo parametru vērtībām. Palielinot polikristāla rotācijas ātrumu, notiek azimutāli vienmērīgāka kušana un otrādi, jo pie 1,5 apgr./min maksimālās profila variācijas pa augstumu ir 0,4 mm, pie 1,0 apgr./min – 0,5 mm, un pie 0,5 apgr./min – 0,8 mm, skatīt 9.(a) attēlu. EM lauka indukcijas lokāls maksimums virs induktora spraugām dod attiecīgi inducētā siltuma avotu maksimumu, tāpēc visos gadījumos redzama četrkārša simetrija pa azimutu. 9.(b) attēls parāda, ka kristāla vilkšanas ātruma izmaiņām par 0,85 mm/min ir neviennozīmīga ietekme uz kušanas frontes azimutālo profilu. Rezultāti sakrīt virs galvenās spraugas un tās apkārtnē, taču azimutālo variāciju amplitūda pieaug pie lielāka vilkšanas ātruma ap divām tuvākajām induktora papildspraugām. Palielinot induktora galvenās spraugas platumu no 0,75 mm līdz 1,5 mm, kušanas frontes profila maksimālā augstuma variācija pieaug no 0,5 mm līdz 0,8 mm un kušanas frontes ārmaļa kļūst nevienmērīgāka, zaudējot izteikto četrkāršo simetriju, skatīt 9.(c) attēlu. Šādi rezultāti var būt noderīgi procesu attīstot un optimizējot, jo ļauj novērtēt zonas augstuma izmaiņas un atrast pēc iespējas vienmērīgākus augšanas apstākļus.



(a) Polikristāla rotācijas ātruma ω ietekme.



(b) Kristāla vilkšanas ātruma v ietekme.



(c) Induktora galvenās spraugas platuma d ietekme.

10. attēls. Atklātās kušanas frontes vertikālās koordinātes z azimutālais sadalījums polikristāla ārmaļā pie atšķirīgām procesa parametru vērtībām. Induktora galvenā sprauga atrodas pie $\varphi = 0$.

2 Termomehānisko spriegumu modelēšana

Kristalizācijas frontes forma FZ procesā ir ielikta, jo latentais siltums tuvāk rotācijas asi ir grūtāk aizvadāms starojuma veidā no kristāla virsmas kā perifērajā daļā. No ieliktās kristalizācijas frontes un siltuma starojuma uz kristāla virsmas ir atkarīga temperatūras gradienta radiālā komponente, kas rada nevienmērīgu izplešanos un eventuāli lielus termomehāniskos spriegumus kristālā. Spriegumu ietekmi uz procesu un produkta kvalitāti var iedalīt trīs atsevišķos efektos:

- Kristāla plīšana, kad spriegums pārsniedz kritisko vērtību. Pēkšņa un neparedzama, plīšana noved pie materiāliem zaudējumiem un iekārtas bojājumiem izlijušā kausējuma dēļ.
- Dislokāciju rašanās, kas korelē ar sprieguma līmeni, arī noved pie materiāliem zaudējumiem, jo FZ procesā liela diametra monokristāli nevar tikt izaudzēti ar dislokācijām [29].
- Izmānīta silīcija punktveida defektu koncentrācija, jo spriegumi izmaina Voronkova kritēriju v/G jeb $\Gamma_{0\text{crit}}$. Spiedes ietekmē $\Gamma_{0\text{crit}}$ samazinās, bet stiepes – palielinās [56].

Ar adatas-acs induktoru cilindriskas izkusušās zonas formas ierobežojums tika pārvarēts, tomēr maksimālais kristāla diametrs pagaidām nepārsniedz 200 mm. Būtisks šķērslis diametra palielināšanai ir dislokācijas un kristāla plīšana termomehānisko spriegumu dēļ [17]. Monokristālam raksturīgo šķautņu, ko rada $\{111\}$ plaknes uz kristalizācijas frontes, ietekme uz termomehāniskajiem spriegumiem līdz šim nav pētīta.

Šajā nodaļā aprakstīts 3D modelis termomehāniskajiem spriegumiem FZ procesā, iekļaujot silīcija elastības moduļa anizotropiju, ko nav iespējams ņemt vērā aksiāli simetriskā modelī. Aprēķināti spriegumi 4 un 5 collu kristāla diametram, $\langle 100 \rangle$ un $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijai, 2,5 mm/min un 3,5 mm/min kristāla vilkšanas ātrumam. Aplūkota gan gluda kristāla virsma, gan arī virsma ar šķautni, kas atbilst eksperimentāliem novērojumiem, piemēram, [57] un tās formu pa azimutu ϕ tuvināti apraksta formula:

$$R(\phi) = R_0 + Ae^{-\left(\frac{\phi}{\phi_0}\right)^2} \quad (13)$$

kur R_0 ir kristāla rādiuss, $A = 1$ mm ir šķautnes augstums un $\phi_0 = 5^\circ$ ir tās efektīvais platums.

2.1 Teorētiskais pamatojums

2.1.1 Temperatūras lauks

Kristālā tiek risināts nelineārs stacionārs siltuma vadīšanas vienādojums trijās dimensijās, ņemot vērā siltumvadītspējas koeficienta λ atkarību no temperatūras:

$$\vec{\nabla} \cdot (\lambda(T) \vec{\nabla} T) = 0. \quad (14)$$

Kā robežnosacījumi izmantota kušanas temperatūra uz kristalizācijas frontes $T = T_0$ un siltuma starojums ar apkārtnes temperatūras T_{amb} sadalījumu uz kristāla virsmas:

$$-\lambda(T) \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon(T) \sigma_{\text{SB}} (T^4 - T_{\text{amb}}^4), \quad (15)$$

kur ε ir cietā silīcija emisijas koeficients. Apkārtnes temperatūru ņem no konverģējuša aksiāli simetriska FZONE aprēķina.

2.1.2 Sprieguma lauks

Termomehāniskos spriegumus kristālā lineārā tuvinājumā apraksta vispārīgais Huka likums, kas izsakāms Voigta formā:

$$\sigma_i = C_{ij} (\epsilon_j - \epsilon_{Tj}), \quad (16)$$

kur C ir elastības matrica, ϵ ir pilnā deformācija un ϵ_T – termiskā deformācija. Pieņemot izotropu termisko izplešanos:

$$\epsilon_T = (\alpha (T - T_{\text{ref}}), \alpha (T - T_{\text{ref}}), \alpha (T - T_{\text{ref}}), 0, 0, 0), \quad (17)$$

kur α ir lineārās termiskās izplešanās koeficients, kas tiek ņemts no [58]:

$$\alpha(T) \cdot 10^6 = -15.2459 + 3.43026 \ln T - 5.394 \cdot 10^{-3} T + 1.286 \cdot 10^{-6} T^2 - 88.6853 T^{-1}. \quad (18)$$

Elastības matrica $\langle 100 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā:

$$C = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ & & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ \text{Sym.} & & & C_{44} & 0 & 0 \\ & & & & C_{44} & 0 \\ & & & & & C_{44} \end{bmatrix} \quad (19)$$

un $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā:

$$C = \begin{bmatrix} C_{11} - 3k & C_{12} + k & C_{12} + 2k & -\sqrt{2}k & 0 & 0 \\ & C_{11} - 3k & C_{12} + 2k & \sqrt{2}k & 0 & 0 \\ & & C_{11} - 4k & 0 & 0 & 0 \\ \text{Sym.} & & & C_{44} + 2k & 0 & 0 \\ & & & & C_{44} + 2k & -\sqrt{2}k \\ & & & & & C_{44} + k \end{bmatrix}, \quad (20)$$

kur $k = \frac{1}{6}(C_{11} - C_{12} - 2C_{44})$. No temperatūras atkarīgas elastības matricas komponentes kristāliskam silīcijam ņemtas no mērījumiem [59]:

$$C_{11} = 161.3 - 3.535 \cdot 10^{-3} T - 5.067 \cdot 10^{-6} T^2 + 6.212 \cdot 10^{-11} T^3 \text{ GPa}$$

$$C_{12} = 59.90 - 1.947 \cdot 10^{-4} T - 1.481 \cdot 10^{-6} T^2 + 5.716 \cdot 10^{-11} T^3 \text{ GPa}$$

$$C_{44} = 78.18 - 2.226 \cdot 10^{-3} T - 2.607 \cdot 10^{-6} T^2 - 2.479 \cdot 10^{-12} T^3 \text{ GPa}$$

Deformāciju nosaka pārvietojumu telpiskie atvasinājumi:

$$\epsilon = \left(\frac{\partial u_x}{\partial x}, \frac{\partial u_y}{\partial y}, \frac{\partial u_z}{\partial z}, \frac{\partial u_y}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial y}, \frac{\partial u_x}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial x}, \frac{\partial u_x}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial x} \right), \quad (21)$$

kur u_x, u_y, u_z ir pārvietojumu vektora \vec{u} komponentes. Spriegumu aprēķinā tiek izmantots spēku līdzsvara nosacījums:

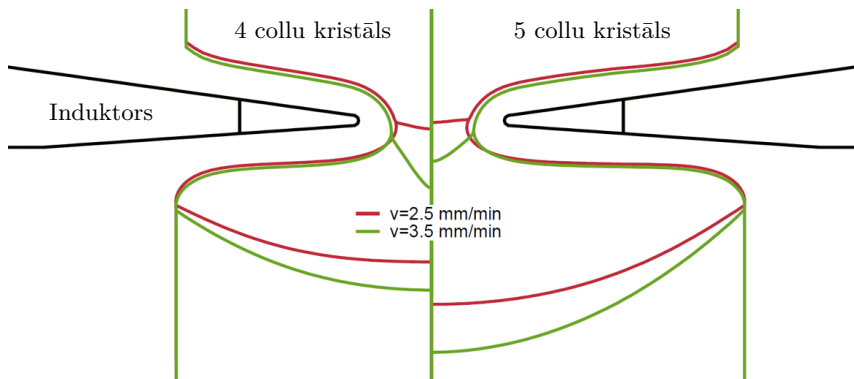
$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = 0. \quad (22)$$

Fon Mīzesa spriegumi tiek plaši lietoti kā universāls mērs dislokāciju rašanās un kristāla plīšanas izpētē [17]. Tas ir skalārs lielums, kas nav atkarīgs no koordinātu transformācijām (sprieguma invariants):

$$\sigma_{\text{vM}} = \sqrt{\frac{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2}{2}}. \quad (23)$$

2.2 Aprēķinu rezultāti

Vispirms ar FZONE izrēķinātas aksiāli simetriskas fāžu robežu formas, izmantojot 3D HF EM lauku un azimutāli vidējos inducētā siltuma avotus, iegūstot robežnosacījumus 3D termomehānisko spriegumu aprēķiniem. Tāpat kā 1. nodaļā, arī šeit kovekcija kausējumā tiek ignorēta un induktora forma ņemta no Berlīnes Kristālu audzēšanas institūta. Atšķirīgie procesa parametri būtiski ietekmē kristalizācijas frontes dziļumu, skat. 11. attēlu ar aksiāli simetriskajām fāžu robežām, jo latentā jauda ir proporcionāla vilkšanas ātrumam un kristāla rādiusa kvadrātam pēc sakarības



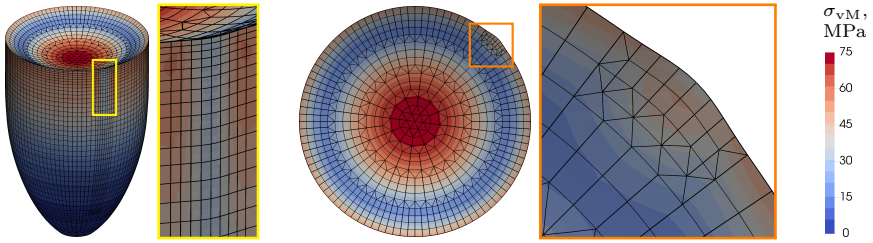
11. attēls. Kristālizācijas frontes formas un starojuma robežnosacījumu iegūšana 3D termomehānisko spriegumu aprēķiniem ar FZONE programmu: izrēķinātās aksiāli simetriskās fāžu robežas kvazi-stacionārā stāvoklī 4 un 5 collu kristāla diametram un diviem vilkšanas ātrumiem.

$P_{\text{lat}} = v\rho\pi R^2$. Induktora strāvas stiprums aprēķinos tiek piemeklēts, lai nodrošinātu vēlamo zonas augstumu 32,5 mm.

3D termomehānisko spriegumu modeļa tieša validācija ar eksperimentu nav iespējama, tāpēc sekmīgi veikta šī modeļa verifikācija, aprēķinot spriegumus izotropa Junga moduļa gadījumā $E = 169$ GPa ar Puasona koeficientu $\nu = 0,22$ un salīdzinot ar 2D modeli, kas pieejams programmā FZONE.

12. attēlā dots piemērs aprēķinu rezultātu vizualizācijai uz kristāla virsmas, kur redzams kvazi-strukturēts galīgo elementu režģis, kā arī attiecīgie fon Mīzesa spriegumi 5 collu kristālam ar $\langle 100 \rangle$ orientāciju 2,5 mm/min vilkšanas ātruma gadījumā. Optimālu režģa kvalitāti nodrošina pārejas starp trijstūra prizmu un heksaedru elementiem radiālā virzienā, turklāt režģis ir sasmalcināts pie šķautnes. Lielākie fon Mīzesa spriegumi uz virsmas atrodas kristālizācijas frontes centrā, taču lokāls maksimums atrodas arī uz trīskāršā punkta līnijas, kā arī šķautnes malās netālu no trīskāršā punkta līnijas. Redzams, ka uz pašas šķautnes spriegumi ir ievērojami zemāki nekā citur pa azimutu pie viena augstuma. Azimutālais sprieguma variācijas kristāla anizotropijas dēļ grūti saskatāmas, tātad tās nav lielākas par 5 MPa. Vismazākie spriegumi atrodas kristāla apakšā, kur temperatūras gradienti ir vismazākie.

Fon Mīzesa spriegumu sadalījums uz kristāla virsmas atšķirīgiem procesa parametriem skatā no sāniem pretī šķautnei dots 13. attēlā. Visos apskatītajos gadījumos spriegumi kristālā ar 5 collu diametru ir par aptuveni 20 MPa lielāki nekā kristālā ar 4 collu diametru. Šķautne rada ievērojami lielāku spriegumu azimutālo izmaiņu nekā materiāla anizotropija. Aprēķini parāda, ka spriegumu maksimums bez šķautnes var atrasties gan

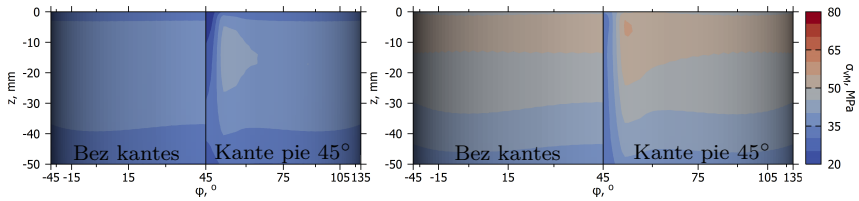


12. attēls. Aprēķinu rezultātu vizualizācijas piemērs sānkatā un no augšas: galīgo elementu režģis uz kristāla virsmas un fon Mīzesa spriegumi 5 collu kristālam ar $\langle 100 \rangle$ orientāciju, 2,5 mm/min vilkšanas ātrumu un šķautni tuvinājumā.

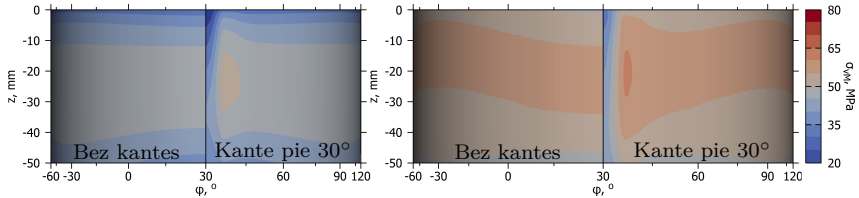
zem trīskāršā punkta līnijas (a, b), gan uz tās (c, d), atkarībā no kristāla vilkšanas ātruma. Gadījumā ar šķautni spriegumu minimums atrodas uz tās virsotnes, un izteikts spriegumu maksimums atrodas tās malā, kas pārsvarā atrodas līdz 5 mm zem trīskāršā punkta līnijas (a, c, d), taču var sasniegt 20 mm (b), un spriegumi uz trīskāršā punkta līnijas ir par aptuveni 10 MPa mazāki salīdzinot ar maksimālo vērtību.

Fon Mīzesa spriegumu azimutālais sadalījums uz trīskāršā punkta līnijas 5" kristālam 14. attēlā papildina iepriekšējo attēlu, lai kvantitatīvi vieglāk būtu nosakāma anizotropijas ietekme, t.i., sprieguma azimutālās variācijas. Četrkārša simetrija sprieguma sadalījumā ar salīdzinoši mazu variāciju 2 MPa novērojama kristālam ar $\langle 100 \rangle$ augšanas orientāciju, bet trīskārša simetrija ar lielāku variāciju līdz 8 MPa – ar $\langle 111 \rangle$ augšanas orientāciju. Redzams, ka spriegumi ar $v = 3,5$ mm/min ir par aptuveni 20 MPa lielāki nekā ar $v = 2,5$ mm/min, un $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā par aptuveni 4 MPa lielāki nekā $\langle 100 \rangle$ orientācijas gadījumā. Neliels lokāls sprieguma pieaugums vērojams šķautnes malā un minimums – uz šķautnes virsotnes.

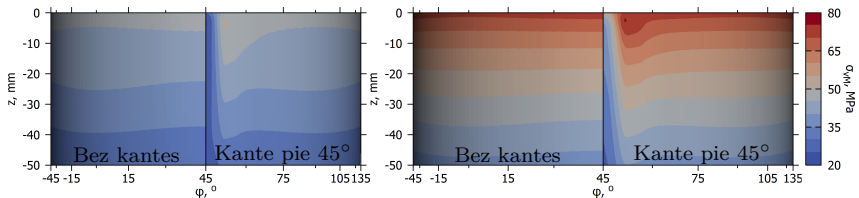
Literatūrā pieejamā informācija norāda, ka kristāliskā silīcijā plīšana notiek pa $\{111\}$ slīdplaknēm [60]. Šīs plaknes $\langle 100 \rangle$ un $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijai ir parādītas 15. attēlā. Leņķis starp šīm plaknēm un vertikāli ir $54,7^\circ$ kristālam ar $\langle 100 \rangle$ orientāciju, bet $70,5^\circ$ kā arī 0° kristālam ar $\langle 111 \rangle$ orientāciju. Kvantitatīvam salīdzinājumam izmantots spriegums slīdplakņu normāles virzienā, proti, $\sigma_n = \sigma_{ij}n_i n_j$. Normālā sprieguma sadalījums 5 collu kristālam ar vilkšanas ātrumu $v = 2,5$ mm/min 16. attēlā parāda visus iespējamus slīdplaknes normāles novietojumus attiecībā pret kristāla šķautni. Kristālam ar šķautni spriegumu maksimums nedaudz palielinās, salīdzinot ar pilnīgi gludu kristāla virsmu, tātad kristāla plīšanas varbūtība tādējādi arī pieaug. Normālie spriegumi ir lielākie $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā uz slīdplakņu saimes, kas nav horizontāla. Tātad fon



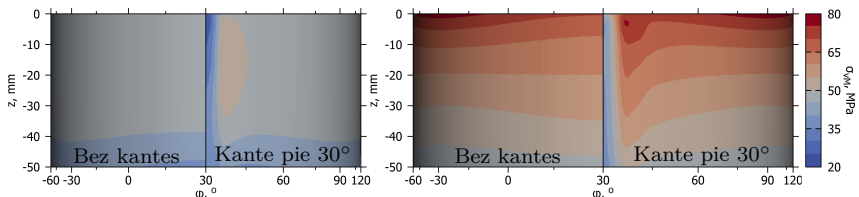
(a) $\langle 100 \rangle$ kristāla orientācija, kristāla vilkšanas ātrums $v = 2,5 \text{ mm/min}$



(b) $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācija, kristāla vilkšanas ātrums $v = 2,5 \text{ mm/min}$



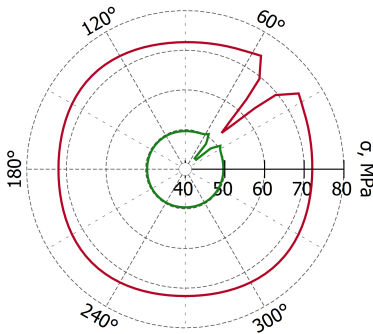
(c) $\langle 100 \rangle$ kristāla orientācija, kristāla vilkšanas ātrums $v = 3,5 \text{ mm/min}$



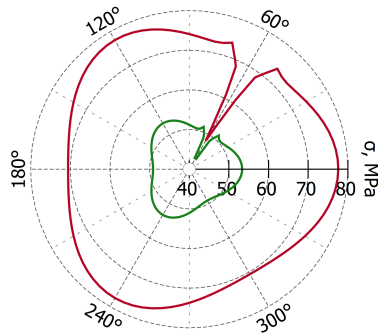
(d) $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācija, kristāla vilkšanas ātrums $v = 3,5 \text{ mm/min}$

13. attēls. Fon Mīzesa spriegumu sadalījums uz 4 collu (pa kreisi) un 5 collu (pa labi) diametra kristāla virsmas atšķirīgai kristalogrāfiskajai orientācijai un kristāla vilkšanas ātrumam. Salīdzinājums starp kristālu ar un bez šķautnes. $z = 0$ atbilst trīskāršā punkta augstumam. Vienota krāsu skala visiem aplūkotojiem variantiem ar 5 MPa attālumu starp izolīnijām.

Mīzesa spriegumu sadalījumi 13. attēlā kvalitatīvi spēj parādīt plīšanai varbūtīgākās vietas uz kristāla. Aprēķinot normālo spriegumu uz slīdplaknēm, papildus iespējams aptuveni noteikt, pa kuru no šīm plakņu saimēm plīšana var notikt varbūtīgāk. Uz horizontālām slīdplaknēm spriegumi ir ievērojami mazāki nekā pārējo slīdplakņu gadījumā, liecinot, ka



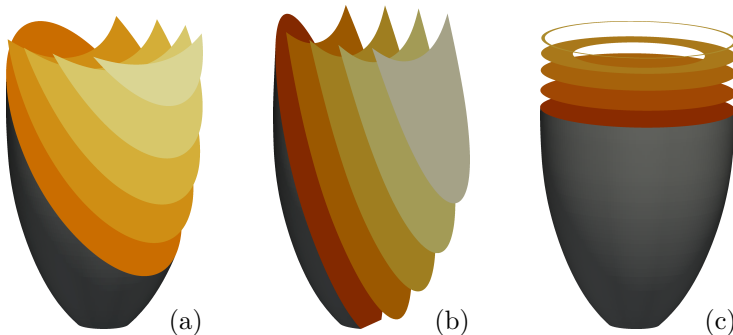
(a) $\langle 100 \rangle$ kristāla orientācija
šķautne pie $\varphi = 45^\circ$



(b) $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācija
šķautne pie $\varphi = 60^\circ$

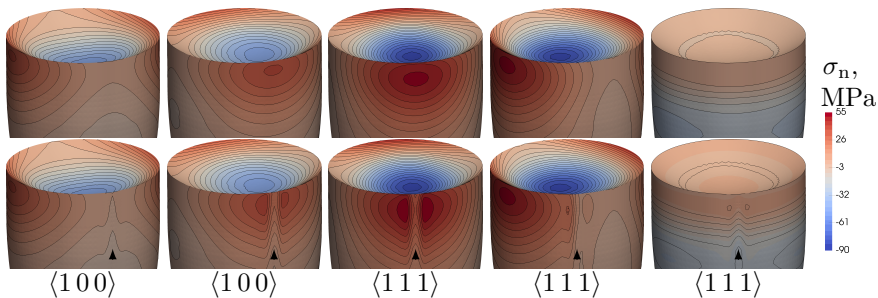
14. attēls. Fon Mīzesa sprieguma azimutālais sadalījums uz trīskāršā punkta līnijas 5 collu kristālam ar $v = 2,5$ mm/min (zaļās līknes) un $v = 3,5$ mm/min (sarkanās līknes) vilkšanas ātruma.

$\langle 111 \rangle$ kristāla plīšana pa šīm plaknēm nenotiek.



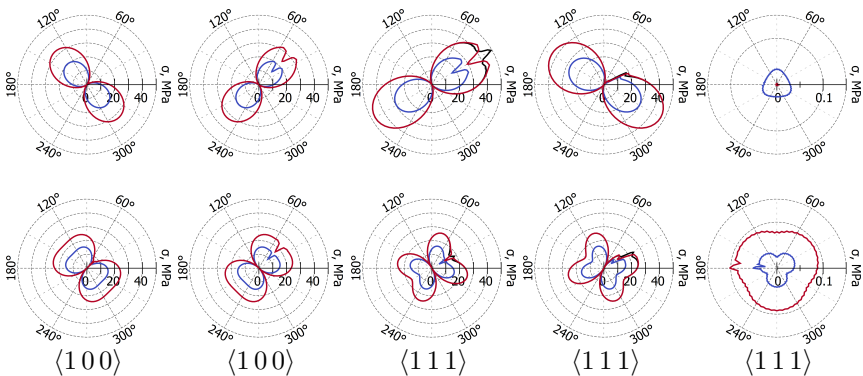
15. attēls. $\{111\}$ slīdplakņu ilustrācija silīcija kristālā. $\langle 100 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā visi četri ekvivalento plakņu virzieni veido $54,7^\circ$ leņķi ar vertikāli (a), bet $\langle 111 \rangle$ kristāla orientācijas gadījumā trīs ekvivalento plakņu virzieni veido $70,5^\circ$ leņķi ar vertikāli (b) un viens virziens ir horizontāls (c).

Papildus vērts apskatīt bīdes spriegumus $\tau = \sqrt{(\sigma_{ij}n_j)^2 - \sigma_n^2}$ uz $\{111\}$ slīdplaknēm, kas saistīti ar dislokāciju rašanos. Azimutālais sadalījums normālajam un bīdes spriegumam uz slīdplaknēm pa trīskāršā punkta līniju dots 17. attēlā, saglabājot slīdplakņu secību no 16. attēla. Sprieguma projekcijas parāda nevienmērīgāku sadalījumu nekā fon Mīzesa spriegums. Bīdes spriegumi ir mazāki par normālajiem spriegumiem, izņemot uz horizontālajām slīdplaknēm, kur spriegumi ir neievērojami mazi, salīdzinot



16. attēls. Sprieguma sadalījums $\{111\}$ slīdplakņu normāles virzienā 5 collu kristālam ar $\langle 100 \rangle$ un $\langle 111 \rangle$ orientāciju pie vilkšanas ātruma $v = 2,5$ mm/min bez šķautnes (augšā) un ar šķautni (apakšā). Bultiņa norāda šķautnes atrašanās vietu. Plakņu normāles virzienā no kreisās uz labo pusi: $(\frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}})$ vai $(\frac{1}{\sqrt{3}}, -\frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}})$, $(-\frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}})$ vai $(-\frac{1}{\sqrt{3}}, -\frac{1}{\sqrt{3}}, \frac{1}{\sqrt{3}})$, $(-\frac{\sqrt{2}}{3}, \sqrt{\frac{2}{3}}, \frac{1}{3})$, $(-\frac{2\sqrt{2}}{3}, 0, -\frac{1}{3})$, $(0, 0, 1)$.

ar pārējiem slīdplakņu virzieniem. Visos gadījumos termiskie spriegumi ir lielāki 5 collu kristāla diametram.



17. attēls. Azimutālais sadalījums pa trīskāršā punkta līniju normālālajam (augšā) un bīdes (apakšā) spriegumam uz $\{111\}$ slīdplaknēm pie 2,5 mm/min vilkšanas ātruma. Zilās un sarkanās līknes apzīmē attiecīgi četru un piecu collu kristālus. Kristālam ar $\langle 100 \rangle$ orientāciju šķautne pie 45° , un ar $\langle 111 \rangle$ orientāciju – pie 60° . Plakņu normāles secība tāda pati kā 16. attēlā.

Secinājumi

Pirmo reizi ar matemātiskās modelēšanas palīdzību trijās dimensijās aprakstīta atklātās kušanas frontes forma un termomehāniskie spriegumi peldošās zonas silīcija kristālu audzēšanas procesā. Papildus aprēķināti termomehāniskie spriegumi kristālam ar raksturīgo augšanas šķautni uz tā virsmas.

Aprakstītais polikristāla kušanas modelis iekļauj elektromagnētisko lauku augstfrekvences tuvinājumā, difūzo siltuma pārneši un vienkāršotu šķidrums plūsmu izkusušajā silīcija slānītī. Šis modelis veiksmīgi validēts, izmantojot frontes formas mērījumu datus no audzēšanas eksperimenta, iegūta ļoti laba kvantitatīva azimutālā profila $z(\varphi)$ sakritība polikristāla ārmaļā, proti, maksimālās augstuma izmaiņas gan aprēķinā, gan mērījumos ir 0,6 mm. Šāds rezultāts ir būtisks, jo tas pārsniedz zonas augstuma regulēšanas precizitāti 0,5 mm. 3D modelis arī kvalitatīvi precīzi parāda asimetrisko polikristāla kušanu virs induktora galvenās spraugas attiecībā pret azimutu, jo izrēķinātais profils sakrīt ar *in situ* mērījumu. Var spekulēt, ka kvalitatīvās atšķirības starp aprēķināto un izmērīto frontes radiālo profilu saistītas ar *ex situ* parauga neatbilstību kvazi-stacionāram augšanas procesam. Aprēķini parāda, ka pie polikristāla rotācijas ātruma ar kārtu 1 apgr./min kušanas frontes forma ir tuva aksiāli simetriskajai, un, palielinot rotācijas ātrumu, azimutālā nesimetrija tiek samazināta. Augstākai 3D modeļa precizitātei, t.i., kušanas struktūru izšķiršanai būtu nepieciešams fāžu lauka modelis.

Novērota termomehānisko spriegumu kristālā atkarība no audzēšanas virziena, turklāt vērojamas variācijas azimutālā virzienā. Fon Mīzesa spriegumi uz trīskāršā punkta līnijas $\langle 111 \rangle$ kristāla augšanas virzienam ir par aptuveni 10% lielāki nekā $\langle 100 \rangle$ augšanas virzienam. Tāpat sprieguma azimutālās variācijas uz trīskāršā punkta līnijas ir lielākas $\langle 111 \rangle$ kristāla augšanas virzienam. Salīdzinot spriegumu projekcijas uz slīdplaknēm, iegūts, ka normālie spriegumi pārsniedz bīdes spriegumus par aptuveni 8 MPa $\langle 100 \rangle$ un 20 MPa $\langle 111 \rangle$ orientācijas gadījumā. Ņemot vērā, ka šķautnes uz kristāla virsmas ir raksturīga monokristāliskas augšanas sastāvdaļa, tika aprēķināta tipiskas šķautnes ietekme uz termomehāniskajiem spriegumiem. Šķautņu malas ir kritiskas attiecībā uz dislokāciju rašanos un kristāla plīšanu, jo spriegumi tur par aptuveni 5 MPa jeb 8% pārsniedz attiecīgo vērtību uz gludas kristāla virsmas.

Sasniegts izvirzītais darba mērķis parādīt svarīgāko līdz šim neizpētīto trīsdimensionālo efektu ietekmi, kas nebūtu iespējams ar aksiāli simetriskiem modeļiem. Pie polikristāla rotācijas ātruma, kas ievērojami mazāks par 1 apgr./min, precīzu kušanas frontes formu var iegūt tikai ar trīsdimensionāla modeļa palīdzību. Tāpat precīzam termomehānisko spriegumu aprēķinam jāņem vērā kristāla orientācija.

Tēzes

Galvenās atziņas, kas promocijas darbā pierādītas:

1. augstfrekvences tuvinājumā un ar vienkāršotu plūsmas modeli plānajā šķidrums slānī iespējams pietiekami precīzi aprakstīt trīsdimensionālo atklātās kušanas frontes formu tipiskā peldošās zonas silīcija kristālu audzēšanas procesā ar induktora strāvas frekvenci 3 MHz;
2. visvairāk atklātā kušanas fronte tiek nokausēta polikristāla ārmaļā virs induktora galvenās spraugas un tās forma ir azimutāli nesimetriska polikristāla rotācijas dēļ;
3. kristāla plīšana sākas pie kristālam raksturīgās augšanas šķautnes 5 mm līdz 20 mm zem trīskāršā punkta līnijas, jo tur novērojams lielāks termomehānisko spriegumu maksimums nekā gludas kristāla virsmas gadījumā.

Literatūras saraksts

- [1] J. Bardeen and W. H. Brattain. The transistor, a semi-conductor triode. *Phys. Rev.*, 74:230–231, 1948.
- [2] G. K. Teal. Single crystals of germanium and silicon—basic to the transistor and integrated circuit. *IEEE Trans. Electron Devices*, 23(7):621–639, 1976.
- [3] P. Seidenberg. From germanium to silicon, a history of change in the technology of the semiconductors. In A. Goldstein and W. Aspray, editors, *Facets: New Perspectives on the History of Semiconductors*, pages 35–74. IEEE Press, New Brunswick, N.J., 1997.
- [4] W. C. Dash. Silicon crystals free of dislocations. *J. Appl. Phys.*, 29(4):736–737, 1958.
- [5] Strategic Opportunity for GlobalWafers. Iegūts no: http://www.sas-globalwafers.com/wp-content/uploads/2019/03/2020-12-Project-S2_EN.pdf. Skatīts: 5.1.2021.
- [6] Siltronic Factbook. Iegūts no: https://www.siltronic.com/fileadmin/investorrelations/Pr%C3%A4sentation/2020/20201201_Siltronic_Factbook.pdf. Skatīts: 5.1.2021.
- [7] W. G. Pfann. Principles of zone-melting. *JOM*, 4:747–753, 1952.
- [8] P. H. Keck and M. J. E. Golay. Crystallization of silicon from a floating liquid zone. *Phys. Rev.*, 89:1297, 1953.
- [9] R. Emeis. Notizen: Tiegelfreies ziehen von silicium-einkristallen. *Zeitschrift für Naturforschung A*, 9(1):67–68, 1954.
- [10] P. H. Keck, W. Van Horn, J. Soled, and A. MacDonald. Floating zone recrystallization of silicon. *Review of Scientific Instruments*, 25(4):331–334, 1954.
- [11] W. Keller and A. Mühlbauer. *Floating-zone silicon*, volume 5. Marcel Dekker Incorporated, 1981.
- [12] G. Ratnieks. *Modelling of the Floating Zone Growth of Silicon Single Crystals with Diameter up to 8 Inch*. PhD thesis, Latvijas Universitāte, 2008.
- [13] K. P. Gupta, R. O. Gregory, and M. Rossnick. Limitations in using kilohertz radio frequencies for float zone silicon crystals. *J. Cryst. Growth*, 44(5):526–532, 1978.

- [14] T. Ciszek. Non-cylindrical growth habit of float zoned dislocation-free [111] silicon crystals. *J. Cryst. Growth*, 10:263–268, 1971.
- [15] K. B. Fritzler, E. M. Trukhanov, V. V. Kalinin, P. L. Smirnov, A. V. Kolesnikov, and A. P. Vasilenko. In situ monitoring of floating-zone-grown Si(111) crystal structure using the behavior of ridgelike protrusions. *Tech. Phys. Lett.*, 33:521–523, 2007.
- [16] W. Zulehner. Historical overview of silicon crystal pulling development. *Materials Science and Engineering: B*, 73:7–15, 2000.
- [17] A. Muižnieks, J. Virbulis, A. Lüdge, H. Riemann, and N. Werner. Floating zone growth of silicon. In P. Rudolph, editor, *Handbook of Crystal Growth (2nd Edition)*, volume 2A, pages 241–279. Elsevier, Boston, 2015.
- [18] C. E. Chang. Computer simulation of convection in floating zone melting: I. pure rotation driven flows. *J. Cryst. Growth*, 44(2):168–177, 1978.
- [19] N. Kobayashi. Computer simulation of the steady flow in a cylindrical floating zone under low gravity. *J. Cryst. Growth*, 66:63–72, 1984.
- [20] A. Mühlbauer, W. Erdmann, and W. Keller. Electrodynamic convection in silicon floating zones. *J. Cryst. Growth*, 64:529–545, 1983.
- [21] K. H. Lie, J. S. Walker, and D. N. Riahi. Free surface shape and ac electric current distribution for float zone silicon growth with a radio frequency induction coil. *J. Cryst. Growth*, 100(3):450–458, 1990.
- [22] J. Virbulis. *Numerische Simulation der Phasengrenzen und Schmelzenstromung bei der Zuchtung von Siliziumeinkristallen mit dem Floating-Zone Verfahren*. PhD thesis, Latvijas Universitāte, 1997.
- [23] T. L. Larsen. *Phosphorus diffusion in float zone silicon crystal growth*. PhD thesis, Informatics and Mathematical Modelling, Technical University of Denmark, 2000.
- [24] A. Rudevičs. *Silīcija kristālu audzēšanas procesa ar peldošās zonas metodi kausējuma nestacionaritāte un 3D raksturs*. PhD thesis, Latvijas Universitāte, 2008.
- [25] F. Dupret, R. Rolinsky, L. Wu, F. Loix, A. De Potter, N. Van den Bogaert, and V. Regnier. Global simulation of CZ and FZ bulk crystal growth: from quasi-dynamic and dynamic modelling to process control and crystal quality optimization. *ECS Trans.*, 18(1):935–943, 2009.

- [26] M. Wünscher. *Crucible-free Crystal Growth of Germanium – Experiments and Simulations*. PhD thesis, The Technical University of Berlin, 2011.
- [27] A. Mühlbauer, A. Muižnieks, A. Jakowitsch, and J. Virbulis. Berechnung des dreidimensionalen Hochfrequenzfeldes beim Zonenschmelzen von Silizium. *Archiv für Elektrotechnik*, 76:161–168, 1993.
- [28] A. Muižnieks, K. Lācis, A. Rudevičs, U. Lācis, A. Sabanskis, and M. Plāte. Development of numerical calculation of electromagnetic fields in FZ silicon crystal growth process. *Magnetohydrodynamics*, 46(4):475–486, 2010.
- [29] R. Menzel. *Growth Conditions for Large Diameter FZ Si Single Crystals*. PhD thesis, The Technical University of Berlin, 2013.
- [30] G. Ratnieks, A. Muižnieks, L. Buligins, G. Raming, A. Mühlbauer, A. Lüdge, and H. Riemann. Influence of the three dimensionality of the HF electromagnetic field on resistivity variations in Si single crystals during FZ growth. *J. Cryst. Growth*, 216:204–219, 2000.
- [31] G. Ratnieks, A. Muižnieks, A. Mühlbauer, and G. Raming. Numerical 3D study of FZ growth: dependence on growth parameters and melt instability. *J. Cryst. Growth*, 230:48–56, 2001.
- [32] K. Lācis. *Magnētisko lauku ietekmes uz kausējuma kustību 3D skaitliskā modelēšana peldošās zonas kristālu audzēšanas procesam*. PhD thesis, Latvijas Universitāte, 2010.
- [33] A. Sabanskis. *Gāzes plūsmas ietekmes uz zonas formu un piemaisījumu pārnesi modelēšana peldošās zonas procesā*. PhD thesis, Latvijas Universitāte, 2015.
- [34] C.W. Lan and B.C. Yeh. Three-dimensional simulation of heat flow, segregation, and zone shape in floating-zone silicon growth under axial and transversal magnetic fields. *J. Cryst. Growth*, 262(1):59–71, 2004.
- [35] X.-F. Han, X. Liu, S. Nakano, H. Harada, Y. Miyamura, and K. Kakimoto. 3d numerical simulation of free surface shape during the crystal growth of floating zone FZ silicon. *J. Cryst. Growth*, 483:269–274, 2018.
- [36] H. Riemann, A. Lüdge, K. Böttcher, H.-J. Rost, B. Hallmann, W. Schröder, W. Hensel, and B. Schleusener. Silicon floating zone process: Numerical modeling of RF field, heat transfer, thermal stress, and experimental proof for 4 inch crystals. *J. Electrochem. Soc.*, 142:1007–1014, 1995.

- [37] N. Miyazaki, H. Uchida, T. Munakata, K. Fujioka, and Y. Sugino. Thermal stress analysis of silicon bulk single crystal during Czochralski growth. *J. Cryst. Growth*, 125:102–111, 1992.
- [38] A. Muižnieks, G. Raming, A. Mühlbauer, J. Virbulis, B. Hanna, and W. Ammon. Stress-induced dislocation generation in large FZ- and CZ-silicon single crystals. *J. Cryst. Growth*, 230:303–313, 2001.
- [39] M. Wünscher, R. Menzel, H. Riemann, and A. Lüdge. Combined 3D and 2.5D modeling of the floating zone process with Comsol Multiphysics. *J. Cryst. Growth*, 385:100–105, 2014.
- [40] O. A. Noghabi, M. M’Hamdi, and M. Jomâa. Impact of diameter fluctuations on thermal stresses during Czochralski silicon growth. *J. Cryst. Growth*, 362:312–318, 2013.
- [41] O. A. Noghabi and M. M’Hamdi. Anisotropic study of thermal stresses induced by diameter fluctuation during Czochralski silicon single crystal growth. *J. Cryst. Growth*, 400:1–6, 2014.
- [42] V. V. Voronkov. The effect of the faceting of the crystallization front on the external shape of crystals. *Akademiia Nauk SSSR Izvestiia Seriia Fizicheskaiia*, 49:2467–2472, 1985.
- [43] L. Stockmeier, C. Kranert, P. Fischer, B. Epelbaum, C. Reimann, J. Friedrich, G. Raming, and A. Miller. Analysis of the geometry of the growth ridges and correlation to the thermal gradient during growth of silicon crystals by the czochralski-method. *J. Cryst. Growth*, 515:26–31, 2019.
- [44] G. Barinovs, A. Sabanskis, and A. Muižnieks. Numerical study of silicon crystal ridge growth. *J. Cryst. Growth*, 401:137–140, 2014.
- [45] A. Lüdge, H. Riemann, M. Wünscher, G. Behr, W. Löser, A. Muižnieks, and A. Cröll. Floating zone crystal growth. In Thierry Duffar, editor, *Crystal Growth Processes Based on Capillarity*, pages 203–275. Wiley, 2010.
- [46] C. Geuzaine and J.-F. Remacle. Gmsh: a three-dimensional finite element mesh generator with built-in pre- and post-processing facilities. *Int. J. Numer. Methods Eng.*, 79(11):1309–1331, 2009.
- [47] J. D. Hunter. Matplotlib: A 2d graphics environment. *Computing in Science & Engineering*, 9(3):90–95, 2007.
- [48] U. Ayachit. *The ParaView Guide: A Parallel Visualization Application*. Kitware, 2015. www.paraview.org.

- [49] A. Mühlbauer, A. Muižnieks, and H.-J. Lessmann. The calculation of 3D high-frequency electromagnetic fields during induction heating using the BEM. *IEEE Trans. Magn.*, 29(2):1566–1569, 1993.
- [50] S. Hang. Tetgen, a delaunay-based quality tetrahedral mesh generator. *ACM Trans. Math. Softw.*, 41(2), 2015.
- [51] Z. Guo, S. Maruyama, and S. Togawa. Combined heat transfer in floating zone growth of large silicon crystals with radiation on diffuse and specular surfaces. *J. Cryst. Growth*, 194(3):321–330, 1998.
- [52] G. Ratnieks, A. Muižnieks, and A. Mühlbauer. Modelling of phase boundaries for large industrial FZ silicon crystal growth with the needle-eye technique. *J. Cryst. Growth*, 255:227–240, 2003.
- [53] A. Muižnieks and K. Lācis. Polycrystalline silicon melting in high frequency em field for industrial FZ growth of single crystals. *Latvian Journal of physics and technical sciences*, 4:43–57, 2003.
- [54] A. Krauze, K. Bergfelds, and J. Virbulis. Application of enthalpy model for floating zone silicon crystal growth. *J. Cryst. Growth*, 474:16–23, 2017.
- [55] H.-J. Rost, R. Menzel, A. Luedge, and H. Riemann. Float-zone silicon crystal growth at reduced rf frequencies. *J. Cryst. Growth*, 360:43–46, 2012.
- [56] K. Sueoka, E. Kamiyama, and J. Vanhellemont. Theoretical study of the impact of stress on the behavior of intrinsic point defects in large-diameter defect-free Si crystals. *J. Cryst. Growth*, 363:97–104, 2013.
- [57] K. B. Fritzler, E. M. Trukhanov, and V. V. Kalinin. Morphology and structural and electrical parameters of float-zone si(111) single crystals. *Tech. Phys. Lett*, 41:731–733, 2015.
- [58] V. M. Glazov and A. S. Pashinkin. The thermophysical properties (heat capacity and thermal expansion) of single-crystal silicon. *High Temperature*, 39:413–419, 2001.
- [59] A. K. Swarnakar, O. Van der Biest, and J. Vanhellemont. Determination of the Si Young’s modulus between room and melt temperature using the impulse excitation technique. *Phys. Status Solidi C*, 11(1):150–155, 2014.
- [60] T. Cramer, A. Wanner, and P. Gumbsch. Energy dissipation and path instabilities in dynamic fracture of silicon single crystals. *Phys. Rev. Lett.*, 85:788–791, 2000.