

# 磁场中硅熔体的磁黏度\*

张 雯<sup>†</sup> 徐岳生 王胜利

(河北工业大学材料学院, 天津 300130)

**摘要:** 利用魔环磁场,对硅熔体施加横向可调的磁场.采用回转振荡法,测量了硅熔体在不同温度、不同水平方向磁场下的磁黏度.研究表明,引入磁场,使硅熔体的磁黏度增加,且磁黏度与磁场强度呈抛物线关系.

**关键词:** 回转振荡法; 魔环磁场; 硅熔体; 磁黏度

**PACC:** 6170, 6855, 7280

**中图分类号:** TN304.053

**文献标识码:** A

**文章编号:** 0253-4177(2007)01-0065-04

## 1 引言

磁场直拉硅技术已经成为制造大直径单晶硅的重要手段<sup>[1,2]</sup>.为了提高硅晶体的质量,必须研究晶体的环境相——熔体的性能,这就需要了解硅熔体的各种物性参量,尤其是磁场条件下的变化<sup>[3]</sup>.由于液相的黏度是评价液相运动状态的重要参数,因此研究硅熔体在磁场中的黏度和黏度的变化规律是非常重要的.

由于硅单质的熔点高,硅熔体化学性质活泼,对硅熔体的研究必须在高温、高真空(或高纯惰性气体环境)条件下进行,为此,我们设计制作了能够提供可调节磁场的双魔环磁场(REC)<sup>[4]</sup>,能够制造高真空(可充入  $10^5$  Pa 的惰性气体)和高温( $2000^{\circ}\text{C}$ )的快速升温炉,然后将升温炉和磁场与高温黏度仪(日本东京株式会社生产,型号 RMEOTRONI-VII,回转振荡法)<sup>[5]</sup>组装在一起,制成了带可调磁场的高温黏度测量仪.同时,为了避免导电坩埚在磁场中受到磁滞阻力的影响,设计制作了不导电的高纯氧化铝坩埚和配件.利用以上设备,研究了硅熔体在水平磁场中的磁黏度.

## 2 实验

### 2.1 实验装置

硅熔体黏度的测量采用回转振荡法在改造后的日本黏度仪上进行,如图 1 所示.升温炉采用特别设计的快速密封升温炉,其具有体积小、密封性好、升

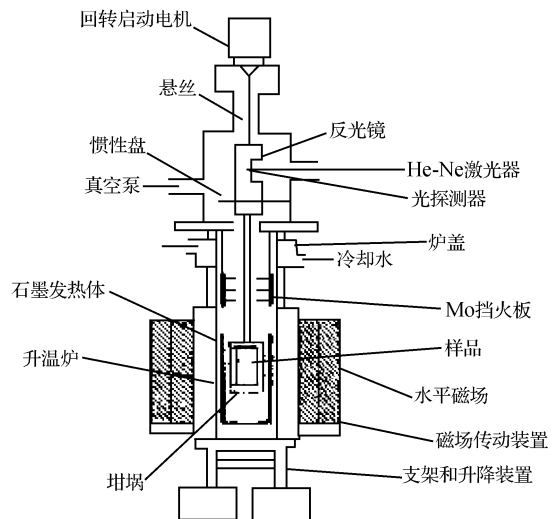


图 1 带磁场的磁黏度测量装置

Fig. 1 Sketch map of equipment for viscosity measurement with magnetic field

温快的特点.磁场是由永磁材料制作的魔环磁场.实际使用的是两个魔环磁场套在一起构成的双魔环磁场,如图 2 所示,可提供连续可调节的磁场,磁场强度范围为  $0.002\sim 0.276\text{T}$ .

回转振荡法测量黏度的原理是,测量熔体和坩埚内壁间的黏滞阻力,测量硅熔体在磁场水平分量作用下的黏度,坩埚在磁场中转动时,必须使用不导电的坩埚.我们设计研制了悬吊式氧化铝坩埚,如图 3 所示,坩埚和吊杆均由高纯氧化铝陶瓷制成,这样有效地避免了磁场对测量结果的影响.

\* 国家自然科学基金(批准号:50372016),河北省自然科学基金(批准号:503054)和河北工业大学博士启动基金资助项目

<sup>†</sup> 通信作者. Email: zhangwen@hebut.edu.cn

2006-06-07 收到,2006-09-15 定稿

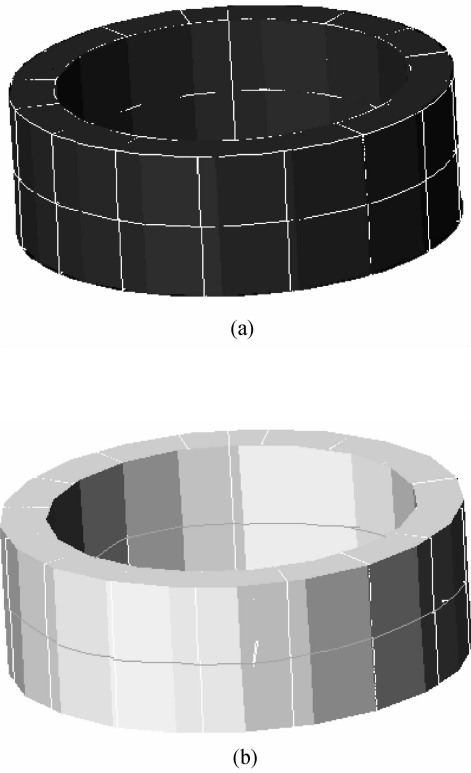


图 2 魔环磁场的构成 (a)外环磁场;(b)内环磁场  
Fig.2 Structure for the magnetic field (HRC) (a) Magnetic field of external ring; (b) Magnetic field of inner ring

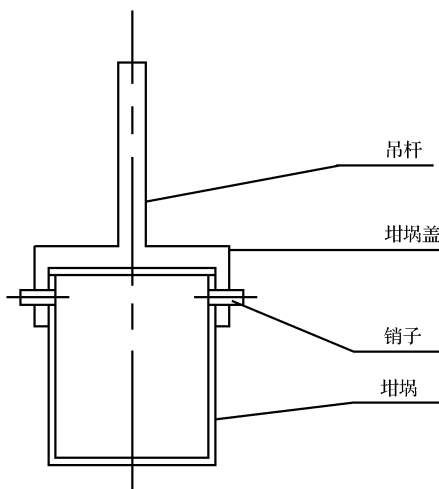


图 3 高纯氧化铝坩埚  
Fig.3 Schematic of the alumina crucible

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 升温

首先进行磁场调节.调节魔环磁场的内外环相对位置,使磁场中的磁场强度变化直到最弱.根据理论计算,最弱的磁场为 0,但由于制作工艺的缘故,

实际上最弱磁场不为 0.实际测量的结果是,本磁场的最弱磁场强度为 0.002T.

然后装填样品.将从大块硅单晶上切割下的圆柱状硅单晶装入氧化铝坩埚中,随后用销子把坩埚和坩埚盖连接起来,再将坩埚伸入到魔环磁场中,连接好坩埚上端杆部和黏度测量仪器的悬吊系统,样品即装填完毕.

最后密封测量装置,抽真空到 5Pa,通入高纯氩气到  $10^5$  Pa. 通水通电开始升温.升温速度控制在  $5\sim 10^\circ\text{C}/\text{min}$ ,直到  $1590^\circ\text{C}$ ,在  $1590^\circ\text{C}$  保温 1h.

### 2.2.2 测量

保持温度不变,调节磁场强度,按磁场由弱到强的次序,依次测量硅熔体在同一温度不同磁场条件下的黏度.然后降低温度到某一温度,保温半小时,继续测量硅熔体在同一温度不同磁场条件下的黏度.如此测量下去,直到硅熔体凝固为止.

## 3 结果

在不同温度和不同磁场条件下,测量得到硅熔体的磁黏度,结果如表 1 和图 4 所示.表 1 是同一温度( $1550^\circ\text{C}$ )不同磁场强度(水平分量,下同)下,每一个测量点实际测量得到的磁黏度值;图 4 是不同温度不同磁场条件下硅熔体平均磁黏度与磁场强度的关系图.图 4 中每个测量点的磁黏度值都是三次测量结果的平均值,当三次测量结果没有较大误差时,再进行下一个点的测量工作.

表 1  $1550^\circ\text{C}$  时硅熔体在水平磁场中的磁黏度 单位:cP  
Table 1 Viscosity of melt Si under different magnetic field at  $1550^\circ\text{C}$  unit:cP

1	2	3	Average	REC/T
1.2637	1.2853	1.2938	1.2809	0.002
1.8347	1.7960	1.8134	1.8147	0.022
3.3421	3.4629	3.4534	3.4195	0.045

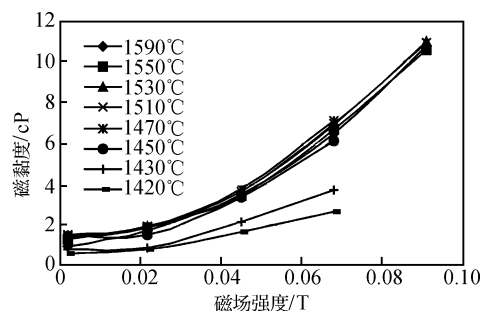


图 4 硅熔体的磁黏度与磁场强度的关系  
Fig.4 Relation between the viscosity and magnetic field strength

### 3.1 磁场作用时间

硅熔体磁黏度的测量,是在调节完磁场后立即进行的,每个测试点至少要测量三个数据,每个数据需要的测量时间为 5min 左右,即每一个测试点数据的收集周期约为 15min.在这种情况下,测量结果的重复性较好,如表 1 所示.最大的磁黏度偏差值出现在温度为 1550℃,磁场为 0.045T 时,该点磁黏度最低值为 3.3421cP,最高值为 3.4629cP,相差为 0.12cP,与磁黏度平均值相比,偏差为 3.5%,接近黏度测量仪器的系统偏差  $\pm 3\%$ .因此,可以认为,磁场对硅熔体磁黏度的影响,是在极短的时间内完成的.磁场对硅熔体磁黏度的影响没有时间依赖性.

### 3.2 黏度与磁场强度的关系

由磁黏度测量结果(图 4)可以发现,在同一温度下,硅熔体的磁黏度随磁场强度的增加而增加,磁场越强,硅熔体的磁黏度越大.当磁场强度增加到 0.091T 时,测得的硅熔体的磁黏度已经超过 10cP,达到了黏度测量设备的使用上限,因此,本研究仅测量研究了不高于 0.091T 磁场条件下硅熔体的磁黏度.

对获得的磁黏度数据进行研究,再经过数学的 Origin 回归及拟合运算发现,保持温度不变的情况下,硅熔体的磁黏度与外加磁场强度间的关系,可以用(1)式表示:

$$\eta = \eta_0 + aH^2 \quad (1)$$

式中  $\eta$  为硅熔体在该温度时的磁黏度; $H$  为磁场强度; $\eta_0$  为该温度下无磁场时硅熔体的黏度; $a$  为与硅熔体性能有关的常量.根据  $\eta = (\mu bH)^2 \sigma$ ,可以认为  $a$  与熔硅的电导率有关.由于不同温度下, $a$  值不同,因此还可以认为, $a$  也与温度有关.

实际上,由于硅熔体的磁导率近似为 1,即  $B = \mu H = H$ ,所以(1)式实际为:

$$\eta = \eta_0 + aB^2 \quad (2)$$

按(2)式进行的计算表明,计算结果和实验数据很吻合,如图 5 所示.由此可以说明,同一温度条件下,硅熔体的磁黏度与外加磁场强度的关系为抛物线关系.

## 4 讨论

高温硅熔体被归入液态金属范围,因此硅熔体的微观结构与金属熔体的结构是相近的.可以认为,硅熔体是由带一定正电荷的  $\text{Si}^{x+}$  ( $x$  由硅熔体的电导率决定)沉浸在电子中构成的,由于  $\text{Si}^{x+}$  的质量远大于电子的质量,因此,硅熔体的流动,可以看成是  $\text{Si}^{x+}$  即带电粒子的流动<sup>[6]</sup>.可以根据带电粒子在

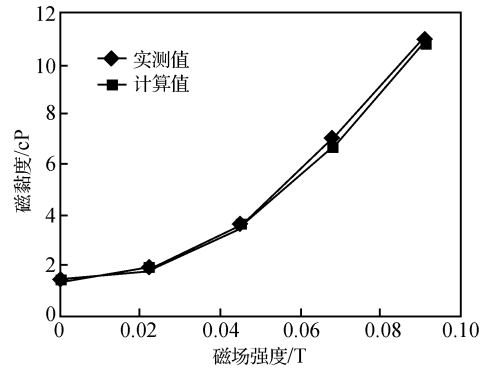


图 5 硅熔体的黏度与磁场强度的关系(1510℃)

Fig. 5 Relation between the viscosity and magnetic field strength (at 1510℃)

磁场中的运动,来解释硅熔体在磁场中黏度的变化.

进行磁黏度测量时,坩埚中硅熔体的流动是环绕坩埚中轴的旋转运动,相当于  $\text{Si}^{x+}$  做环绕坩埚中轴的旋转运动<sup>[7]</sup>.根据带电粒子在磁场中运动的规律,可以得知,在外加磁场水平分量的作用下,原来环绕坩埚中轴运动的  $\text{Si}^{x+}$  运动状态将发生改变,变成轴心垂直于坩埚中轴的旋转运动.这种运动干扰了原来的环绕坩埚中轴的旋转运动,增加了旋转运动的阻力,使硅熔体与坩埚内壁的摩擦力增加,坩埚更快地停止转动,表现为硅熔体磁黏度的增加.当外加横向磁场的强度增加时,这一干扰被加强,硅熔体与坩埚内壁的摩擦加剧,坩埚会更快地停止转动,表现为磁黏度的进一步增加.

由于测量硅熔体的黏度使用的是回转振动法,在测量过程中,硅熔体的流动状态和实际晶体生长过程中的流动状态是相似的,同为环绕坩埚中轴的环状运动<sup>[8]</sup>.因此,可以将此研究中关于硅熔体在磁场中行为的解释,推广到磁场直拉硅熔体中,用于描述磁场直拉硅技术中硅熔体的行为,从而给出磁场直拉硅技术中硅熔体黏度的变化趋势,并为确定磁场直拉硅所需的工艺条件提供理论依据.

例如,在直拉硅技术中,坩埚内硅熔体的流动,主要为三种动力所驱动,它们是:熔体径向或纵向温差(浓度差)所造成的自然对流,晶转与坩转所引起的强迫对流和熔体自由表面处由表面张力梯度所造成的表面流.对于平底浅坩埚来说,自然对流的驱动力可用无量纲格拉斯霍夫数  $G_r$  (Grashof number) 表征,即:

$$G_r = g\beta\Delta T b^3 / \nu^2, \quad b/h > 1$$

其中  $\beta$  是熔体的体膨胀系数; $\Delta T$  为熔体中径向或纵向的温度差; $b$  为坩埚的特征尺寸(坩埚半径); $g$  为重力加速度; $h$  为熔体深度; $\nu$  为熔体的运动黏滞系数.

存在一临界格拉斯霍夫数  $G_r^c$ ,当自然对流驱动

力的大小超过临界格拉斯霍夫数  $G_c^*$  时,熔体的流动将由层流变成湍流.熔体处于湍流状态,无法生长单晶体.要保证晶体高质量生长,必需使熔体热对流的驱动力低于  $G_c^*$ .在重力不变的条件下,当坩埚的特征尺寸确定时,熔体的格拉斯霍夫数与熔体的热膨胀系数、熔体中的温差以及熔体的运动黏滞系数(黏度)有关.一般情况下,熔体中的温差可以控制在一定的范围内,熔体中的热膨胀系数变化不大,因此,影响熔体格拉斯霍夫数的最主要的因素就是熔体的黏度,所以黏度影响熔体的运动状态.

## 5 结 论

硅熔体的黏度随着外加磁场强度水平分量的增加而增加,呈平坦的抛物线关系.磁场强度增高,硅熔体受到的磁场作用也增大,导致其与坩埚内壁的摩擦力增加,从而硅熔体的磁黏度增大.本结果对确定磁场直拉硅技术的生长工艺具有意义.

### 参 考 文 献

- [1] Langlois W E, Kim K M, Walker J S. Hydromagnetic flows and effects on Czochralski silicon crystals. *J Cryst Growth*, 1993, 126: 352
- [2] Li Y R, Ruan D F, Imaishi N, et al. Global simulation of a silicon Czochralski furnace in an axial magnetic field. *International Journal of Heat & Mass Transfer*, 2003, 46: 2887
- [3] Ivanov N G, Korsakov A B, Smirnov E M, et al. Analysis of magnetic field effect on 3D melt flow in CZ Si growth. *J Cryst Growth*, 2003, 250(1/2): 183
- [4] Halbach K. Design of permanent multipole magnets with oriented rare earth cobalt material. *Nuclear Instruments and Methods*, 1980, 169: 1
- [5] Lin Bochuan, Li Chao, Ban Heng, et al. Theory and simulation of a novel viscosity measurement method for high temperature semiconductor melt. *American Society of Mechanical Engineers, Fluids Engineering Division (Publication) FED*, 2002, 258: 749
- [6] Zhang Wen. Micro-explanation of the principle of the magnetic Czochralski silicon (MCZSi). *Journal of Synthetic Crystals*, 2005, 34(3): 525 (in Chinese) [张雯. 磁场直拉硅原理的微观解释. *人工晶体学报*, 2005, 34(3): 525]
- [7] Zhang Wen, Liu Caichi, Wang Haiyun. Viscosity of liquid conductor in horizontal magnetic field. *Chinese Journal of Semiconductors*, 2005, 26(9): 87 (in Chinese) [张雯, 刘彩池, 王海云. 导电流体在水平磁场中的黏度. *半导体学报*, 2005, 26(9): 87]
- [8] Savolainen V, Heikonen J, Ruokolainen J. Simulation of large-scale silicon melt flow in magnetic Czochralski growth. *J Cryst Growth*, 2002, 243: 243

## Magnetic Viscosity of Si Melt Under a Magnetic Field\*

Zhang Wen<sup>†</sup>, Xu Yuesheng, and Wang Shengli

(School of Materials, Hebei University of Technology, Tianjin 300130, China)

**Abstract:** The magnetic viscosity of Si melt under a magnetic field (REC) is investigated with the oscillation cup method. The results show that the magnetic viscosity of Si melt increases with the increase of the magnetic field strength. The relation between the magnetic viscosity and magnetic field strength can be expressed by the formula,  $\eta = \eta_0 + aB^2$ . This is the research foundation for MCZSi.

**Key words:** oscillation cup method; magnetic field; Si melt; magnetic viscosity

**PACC:** 6170; 6855; 7280

**Article ID:** 0253-4177(2007)01-0065-04

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 50372016), the Natural Science Foundation of Hebei Province (No. 503054), and the PhD Starting Foundation of Hebei University of Technology

<sup>†</sup> Corresponding author. Email: zhangwen@hebut.edu.cn

Received 7 June 2006, revised manuscript received 15 September 2006

©2007 Chinese Institute of Electronics