

Технология выращивания кристаллов методом Чохральского

Фазовые равновесия в полупроводниковых системах

Диаграмма состояния и условия выращивания монокристаллов

Фазовые особенности материала базируются на фундаментальном понятии *фаза*, более широком, чем понятие *агрегатное состояние*. *Фазой* называется часть системы, ограниченная замкнутой поверхностью, обладающая определенным набором физических и химических свойств и отличающаяся хотя бы по одному из этих параметров от свойств системы вне замкнутой поверхности.

- Систему называют *гомогенной*, если все макроскопические части системы имеют одни и те же химические и физические свойства. Примерами могут служить кристаллическое твердое тело, жидкость, газ или смесь газов.
- В *гетерогенной* системе физические свойства и состав различны в разных макроскопических участках. Примеры гетерогенных систем: твердое вещество в равновесии со своим расплавом, насыщенный раствор в присутствии избытка растворенного вещества, две несмешивающиеся жидкости или жидкость в равновесии со своим паром.

- Под *фазой* понимают часть системы, гомогенную на всем своем протяжении и физически отделенную от других фаз четкими границами.
- *Число компонентов системы* - это минимальное число химических составляющих, которое нужно выделить для описания состава всех присутствующих фаз.
- *Интенсивная* переменная - это переменная, не зависящая от количества присутствующей фазы, тогда как *экстенсивная* переменная (например, масса) зависит от количества вещества.

- Гиббс вывел количественное соотношение, называемое правилом фаз, которое выражает связь между числом степеней свободы в равновесии F , числом компонентов C и числом фаз P в виде

$$F=C-P+2.$$

Это соотношение соблюдается, когда в качестве интенсивных переменных выбраны давление, температура и состав.

К фазовым особенностям материала
относят:

- фазовый состав (однофазный или многофазный).
- тип фаз, входящих в состав материала (фазы постоянного или переменного состава)
- факторы, определяющие стабильность фаз (электронный или размерный)

- Диаграмма состояния позволяет установить основные условия кристаллизации: состав выращиваемого монокристалла, атмосферу кристаллизации, ее давление и температурные режимы.
- Диаграммы состояния можно разделить на две группы — *простые* и *сложные*.
- Простые диаграммы состояния описывают однокомпонентные системы, которые характеризуются двумя параметрами: давлением P и температурой T .
- К сложным диаграммам состояния следует отнести системы, которые характеризуются, кроме давления и температуры, еще и составом C (P, T, C - диаграммы состояния).

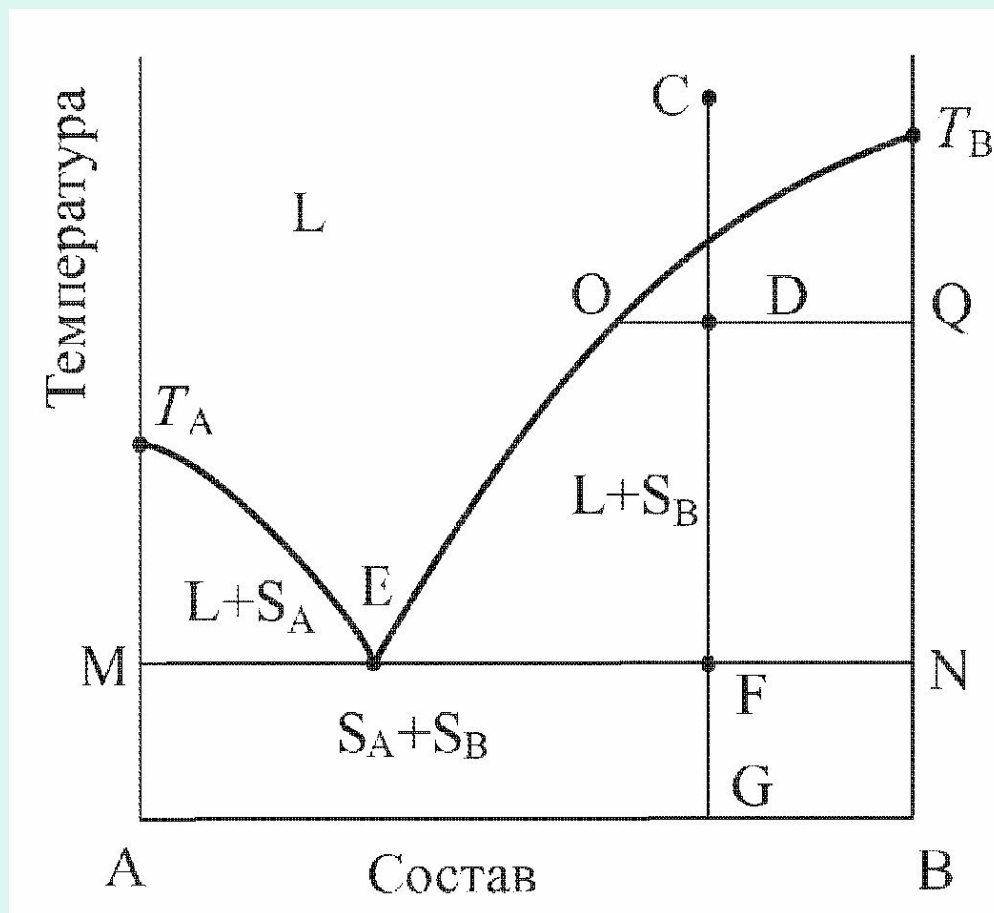


Диаграмма состояния двухкомпонентной системы:
компоненты А и В не образуют твердые растворы.

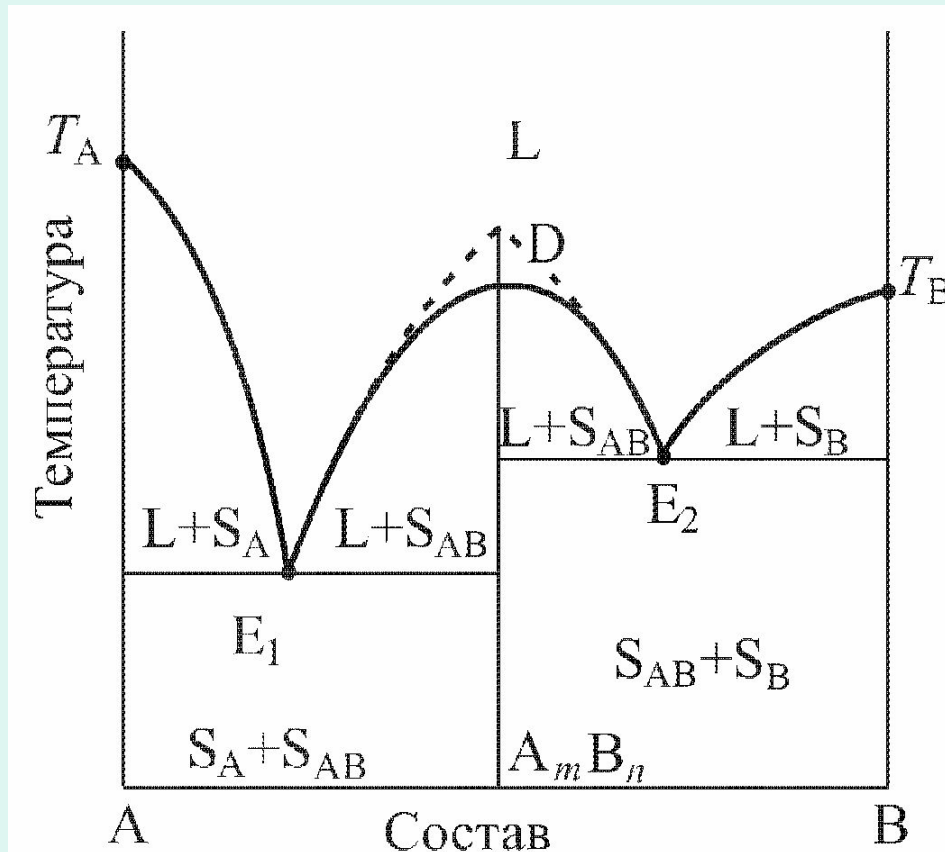


Диаграмма состояния двухкомпонентной системы, компоненты которой A и B образуют химически прочное соединение A_mB_n .

Образование дефектов в кристаллах, растущих из расплава

- Многие оптические, электрические, механические и другие свойства кристаллов зависят не только и не столько от структуры идеальной кристаллической решетки, сколько от ее дефектов, под которыми в настоящее время подразумеваются любые отклонения от идеально правильной кристаллической решетки.
- При росте кристаллов как в природных, так и в искусственно созданных условиях никогда не образуется идеальная кристаллическая решетка в силу влияния реальных внешних условий и различных внутренних факторов.

- Согласно существующей классификации, дефекты тонкой структуры подразделяются на:
 - *нульмерные* (точечные), в том числе: энергетические (фононы и возбужденные состояния), электронные (избыточные электроны, дырки и экситоны) и атомные (вакансии, дефекты по Шоттки и Френкелю, примесные атомы);
 - *одномерные* (линейные) - дислокации;
двумерные: поля дислокаций, границы тонкой структуры (границы под малыми углами), межзеренные границы, а также поверхность кристалла.
 - *трехмерные* (объемные) дефекты - пустоты, включения второй фазы и т.д.

- В зависимости от размеров и энергии образования, дефекты могут быть *равновесными* (существующими в тепловом равновесии с решеткой) и *неравновесными*. *Равновесными* являются точечные дефекты, *неравновесными* – все остальные

Точечные дефекты

К числу наиболее изученных точечных дефектов относятся дефекты по Френкелю и по Шоттки.

- *Дефект по Френкелю* - атом, передвинутый со упорядоченного узла кристаллической решетки в междоузлие.
- *Дефект по Шоттки* - незанятый узел решетки, образуется в чистом виде, если атом из узла решетки переместить на поверхность кристалла.

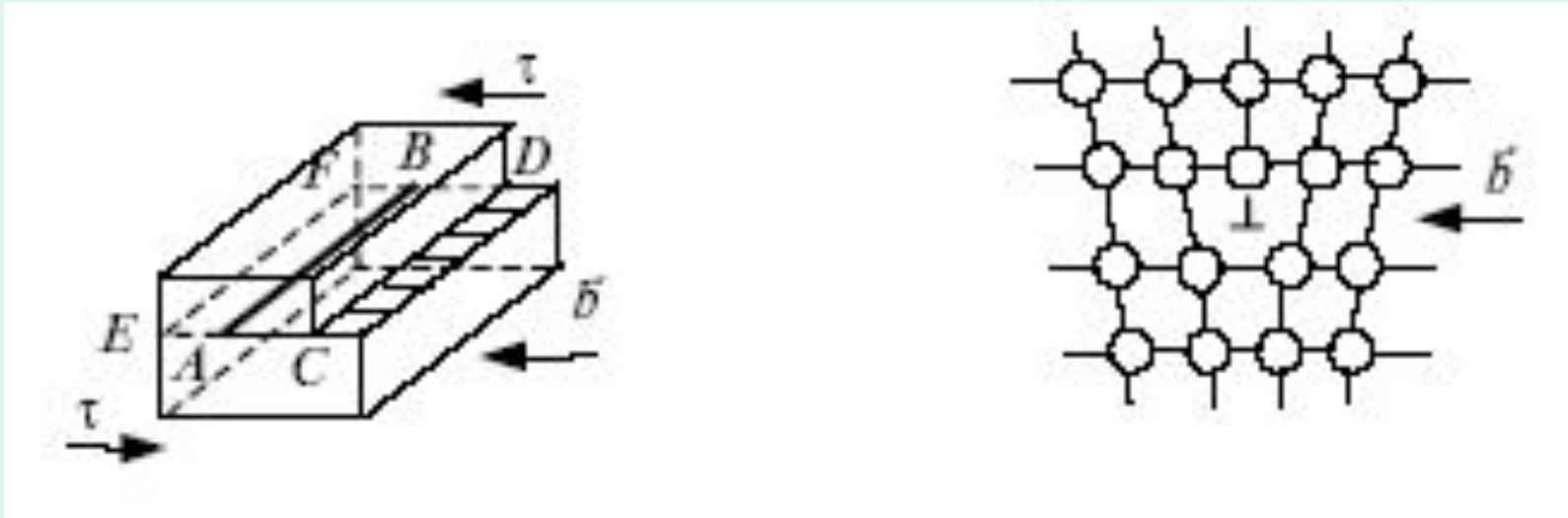
Поэтому образование дефектов по Шоттки понижает плотность кристалла, а дефект по Френкелю не оказывает на нее существенного влияния.

Кроме дефектов по Френкелю и Шоттки к точечным дефектам относят также примесные атомы замещения и внедрения. При производстве кристаллических материалов в них всегда попадают примеси, которые играют двойную роль. В одних случаях их не должно быть, так как примеси могут изменять свойства основного материала в нежелательном направлении. В других – примеси специально добавляют, чтобы получить необходимые свойства кристаллов.

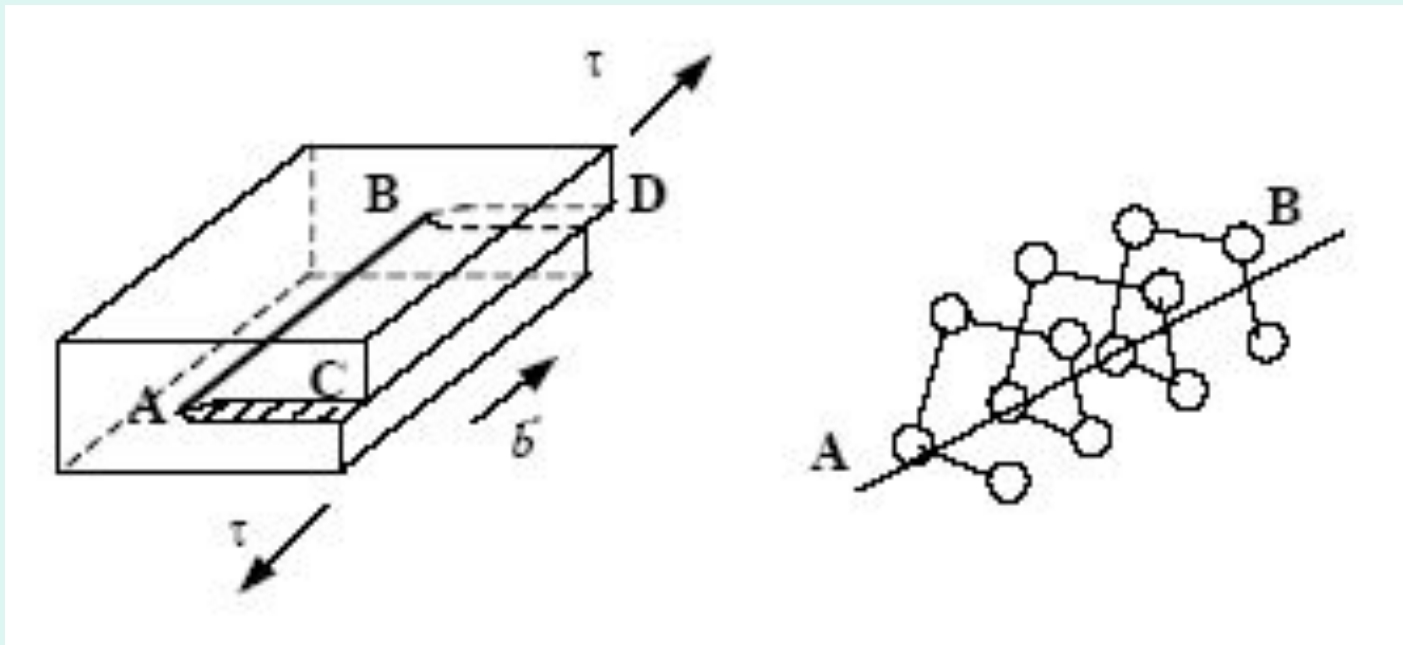
Точечные дефекты обладают рядом важных свойств.

- Дефекты могут играть роль центров рассеяния электронов.
- Дефекты могут сильно влиять на оптические свойства кристаллов (прозрачные бездефектные образцы могут приобретать синюю или пурпурную окраску).
- Благодаря энергии, запасенной в дефектах, они могут влиять на термодинамические свойства кристаллов.
- Дефекты могут влиять на механические и магнитные свойства.

Краевые и винтовые дислокации



Дислокация – это линейное несовершенство, образующее внутри кристалла границу зоны сдвига. Область несовершенства кристаллической решетки вокруг линии AB , отделяющей часть плоскости скольжения $ABDC$, где сдвиг уже прошел, от части $ABFE$, еще не охваченной скольжением, называется *краевой дислокацией*.



Относительное смещение частей кристалла имеет определенную величину и направление, т.е. является вектором, который характеризует образованную дислокацию и называется вектором сдвига или вектором Бюргерса b .

Если в кристалле произвести незавершенный сдвиг в направлении вектора Бюргерса b , ориентированного вдоль линии AB , то вокруг последней возникает область несовершенства решетки, называемая винтовой дислокацией.

В общем случае дислокация может иметь одновременно краевые и винтовые компоненты, тогда ее называют *смешанной дислокацией*.

Скольжение дислокаций приводит к пластической деформации кристаллов. Их наличие позволяет объяснить различие между теоретической и наблюдаемой реально прочностью.

Хотя дислокации в кристаллах могут образовываться при различных воздействиях, в основном дислокации образуются на этапе выращивания монокристаллов из расплава. Ниже перечислены основные причины, вызывающие появление дислокаций в растущем кристалле.

- 1) Прорастание дислокаций из затравки в растущий кристалл*
- 2) Образование дислокаций под воздействием термических или внешних механических напряжений*
- 3) Образование дислокаций в результате захвата примесей*
- 4) Образование дислокаций в результате распада скоплений вакансий.*

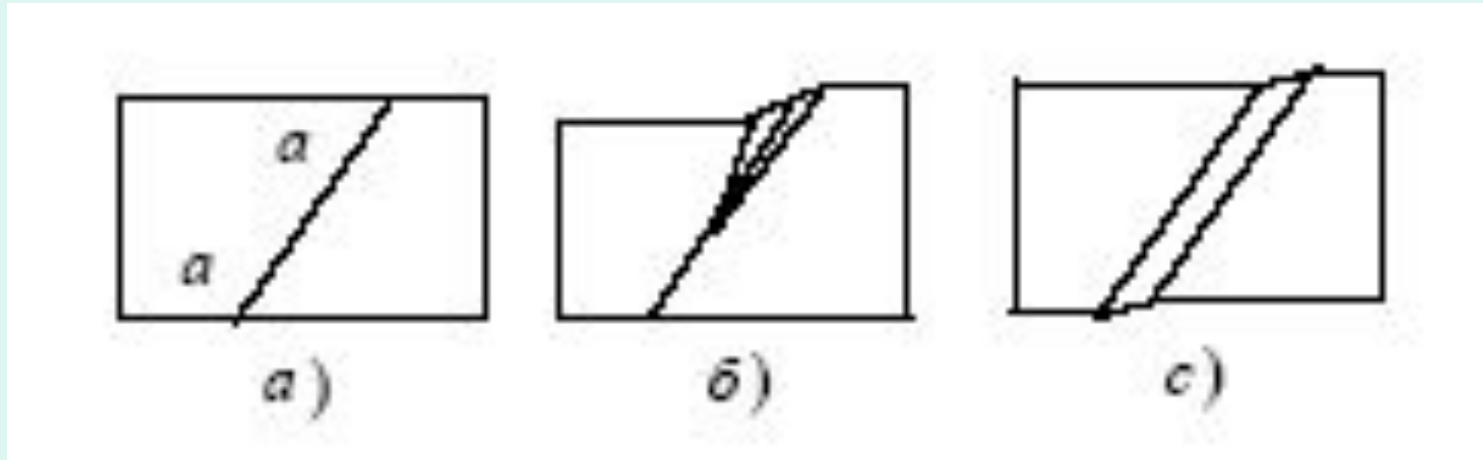
Плоскостные дефекты.

Механическое двойникование

Пластическая деформация кристаллических материалов может осуществляться и посредством *механического (деформационного) двойникования*.

Данное явление заключается в образовании под действием механических нагрузок двойниковых прослоек, внутри которых материал расположен симметрично материалу основного кристалла (матрице) относительно некоторой плоскости (*плоскости двойникования*).

Процесс развития одиночной двойниковой прослойки



- В недеформированном кристалле показано положение плоскости двойникования aa (а). Если в ней в процессе деформации появляются касательные напряжения, то внутри кристалла возникает прослойка двойника (б) с *некогерентными границами* (не параллельными плоскости двойникования). На поверхности кристалла образуется характерная ступенька. При дальнейшем нагружении двойник прорастает до противоположной поверхности, тоже образуя на ней ступеньку (с). Границы двойника становятся когерентными.

Объемные дефекты

- Объемные дефекты кристаллической решетки включают трещины и поры. Наличие данных дефектов, уменьшая плотность кристалла, снижает его прочность.
- Кроме того, трещины являются сильными концентраторами напряжений, в десятки и более раз повышающими напряжения создаваемые в кристалле рабочими нагрузками. Последнее обстоятельство наиболее существенно влияет на прочность кристалла

Влияние дефектов кристаллических материалов на свойства

Перечисленные выше дефекты: точечные, дислокационные, двойниковые и другие, – играют существенную роль в формировании не только механических свойств кристаллов (прочность, пластичность, хрупкость), но и оказывают влияние на оптические, электрические и магнитные свойства.

Влияние дефектов на основные электрические и магнитные свойства обусловлено наличием некоторых зарядовых состояний самих дефектов, либо искажением дефектами регулярного распределения электрических зарядов кристаллической решетки. Все это приводит к изменению, например, такой характеристики, как электропроводность.

Методы управления структурой и свойствами материалов

- *Отжиг кристаллов*

Кристаллы, выращенные из расплава, особенно при высоких температурах, как правило, подвергаются последующему отжигу — температурному воздействию при соответствующих условиях. В процессе отжига происходит перераспределение некоторых частиц основного вещества, дислокаций, примесных атомов и вакансий. В результате такого упорядочения вызванные большими скоростями роста кристалла напряжения частично или полностью снимаются

- *Возврат*

Данным термином называют все изменения, происходящие в материале, за исключением тех, которые связаны с движением границ зерен.

- *Рекристаллизация*

После механической деформации кристалла, при его нагреве, может начаться движение границ зерен, которое подразделяют на 2 типа процессов: первичная рекристаллизация и вторичная рекристаллизация.

- *Закалка и старение*

Закалкой называют перевод материала в метастабильное состояние путем нагрева его до температуры выше температуры фазового перехода для данного состава материала и быстрого охлаждения

Легирование полупроводниковых материалов

Коэффициент распределения примесей

Для оценки эффективности очистки веществ от примесей кристаллизацией из расплава служит *коэффициент распределения K* , представляющий собой отношение концентрации растворенного вещества в твердой фазе к его концентрации в жидкой фазе:

$$K = C_S / C_L$$

Значение K может быть больше или меньше 1. Если примесь понижает температуру плавления вещества, то $K < 1$, что часто встречается на практике.

В обратном случае, когда примесь повышает температуру плавления вещества, $K > 1$. Этот случай в технологии полупроводников встречается сравнительно редко.

Значение K может изменяться в широких пределах от величины менее 10^{-6} до величины более 10. Величина K определяется типом фазовой диаграммы основного компонента и примеси и зависит от условий кристаллизации.

Равновесный коэффициент распределения

- С помощью *равновесного коэффициента распределения* K_0 характеризуют эффект распределения компонентов смеси в *каждый момент равновесия* между кристаллом и расплавом. Его называют равновесным именно потому, что он отражает состав фаз на диаграмме состояния, построенной в близких к равновесию условиях, то есть при достаточно малых скоростях кристаллизации. В этом случае концентрация примеси, растворенной в расплаве C_L , одинакова во всем объеме расплава, а ее концентрация в закристаллизовавшейся части $C_L = K_0 C_S$.

Эффективный коэффициент распределения примесей

В реальных условиях фронт кристаллизации движется со скоростью большей, чем скорость диффузии примесей в расплаве. В этих неравновесных условиях связь между концентрациями примеси в твердой C_S и жидкой C_L фазах определяется с помощью *эффективного коэффициента распределения K* :

$$K = C_S / C_L,$$

где C_L — средняя концентрация примеси в расплаве.

Связь между эффективным K и равновесным K_0 коэффициентами распределения примеси определяется следующим аналитическим выражением. Вводя равновесный $K_0 = C_S/C_L(0)$ и эффективный $K = C_S/C_L$ коэффициенты распределения и обозначая $V\delta/D = \Delta$, получим уравнение, связывающее их между собой:

$$K(V) = \frac{K_0}{K_0 + (1 - K_0)\exp(-\Delta)}$$

Δ — безразмерная величина, называемая *приведенной скоростью кристаллизации*.

Легирование объемных кристаллов в процессе выращивания из жидкой фазы (общие принципы)

Общие принципы такого легирования заключаются в следующем. Навеска примеси p_i , подлежащая введению в расплав или жидкую зону для получения в твердом кристалле концентрации N_i , определяемая коэффициентом распределения примеси, рассчитывается по формуле

$$K_0 = C_S / C_L = N_i M_i V_L / N_A p_i,$$
$$p_i = N_i M_i V_L / K_0 N_A,$$

где M_i — атомный вес примесного элемента, N_A — число Авогадро, V_L — объем расплава.

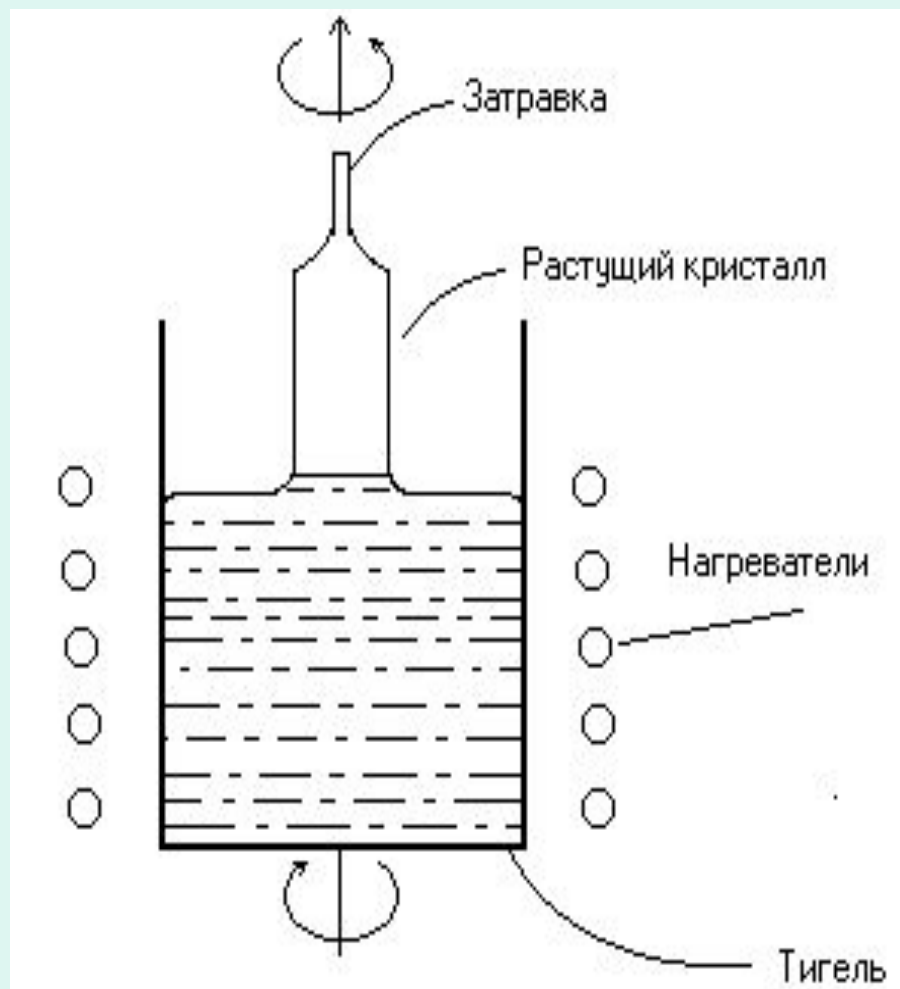
При выборе примесей для легирования необходимо учитывать величину коэффициента распределения и ее изменение при изменении условий выращивания.

Эти факторы являются чрезвычайно важными для получения монокристаллов с равномерным распределением примесей из-за принципиальной однократности процесса легирования и невозможности исправления ошибок в дозировании примеси в процессе роста.

Выращивание кристаллов из расплава

Метод Чохральского

Метод Чохральского относится к методам с неограниченным объемом расплава, поскольку перед кристаллизацией исходный материал в тигле целиком расплавляется. При этом температура расплава поддерживается постоянной, а выращивание осуществляется за счет вытягивания монокристалла из расплава.



Преимущества метода Чохральского

- Отсутствие прямого контакта между стенками тигля и растущим монокристаллом, позволяющее избежать критических по величине остаточных напряжений;
- Возможность извлечения кристалла из расплава на любом этапе выращивания (метод декантации), что очень важно при определении условий выращивания монокристаллов

- Возможность заведомо задавать геометрическую форму растущего монокристалла путем варьирования температуры расплава и скорости вытягивания. Это преимущество позволяет избавиться от большей части дислокаций, которые выходят на боковую поверхность, а не углубляются в растущий монокристалл

Недостатки метода Чохральского

- Для реализации процесса роста необходим тигель, который может оказаться источником примесей.
- Сравнительно большой объем расплава, характерный для метода Чохральского, способствует возникновению сложных гидродинамических потоков, которые, в свою очередь, снижают условия стабильности процесса кристаллизации и приводят к неоднородному распределению примесей в монокристаллах.

Распределение температуры при выращивании кристаллов из расплава.

- При получении кристаллов методом Чохральского одна из задач вытягивания - обеспечить такое соответствие между скоростью вытягивания и тепловыми условиями, чтобы происходил непрерывный рост без отрыва затравки от расплава.
- Такие дефекты, как дислокации, полосчатость, поликристаллический рост, однажды возникнув, часто распространяются во вновь нарастающие слои, а поэтому очень важно брать затравку наивысшего качества.

- Форма и совершенство выращенного кристалла в первую очередь определяются тепловыми градиентами по диаметру тигля в непосредственной близости от затравки и градиентами, перпендикулярными границе роста. Этими же факторами определяется вообще возможность получения монокристалла.

- Теплота кристаллизации должна распространяться в направлении от расплава к кристаллу и рассеиваться за счет теплоотдачи через кристалл к подъемному механизму и за счет излучения к стенкам или в окружающую среду.
- Скоростью рассеивания этой теплоты определяется максимально возможная скорость роста кристалла. При контролируемом выращивании граница роста неподвижна. Это означает, что скорость роста равна скорости вытягивания.

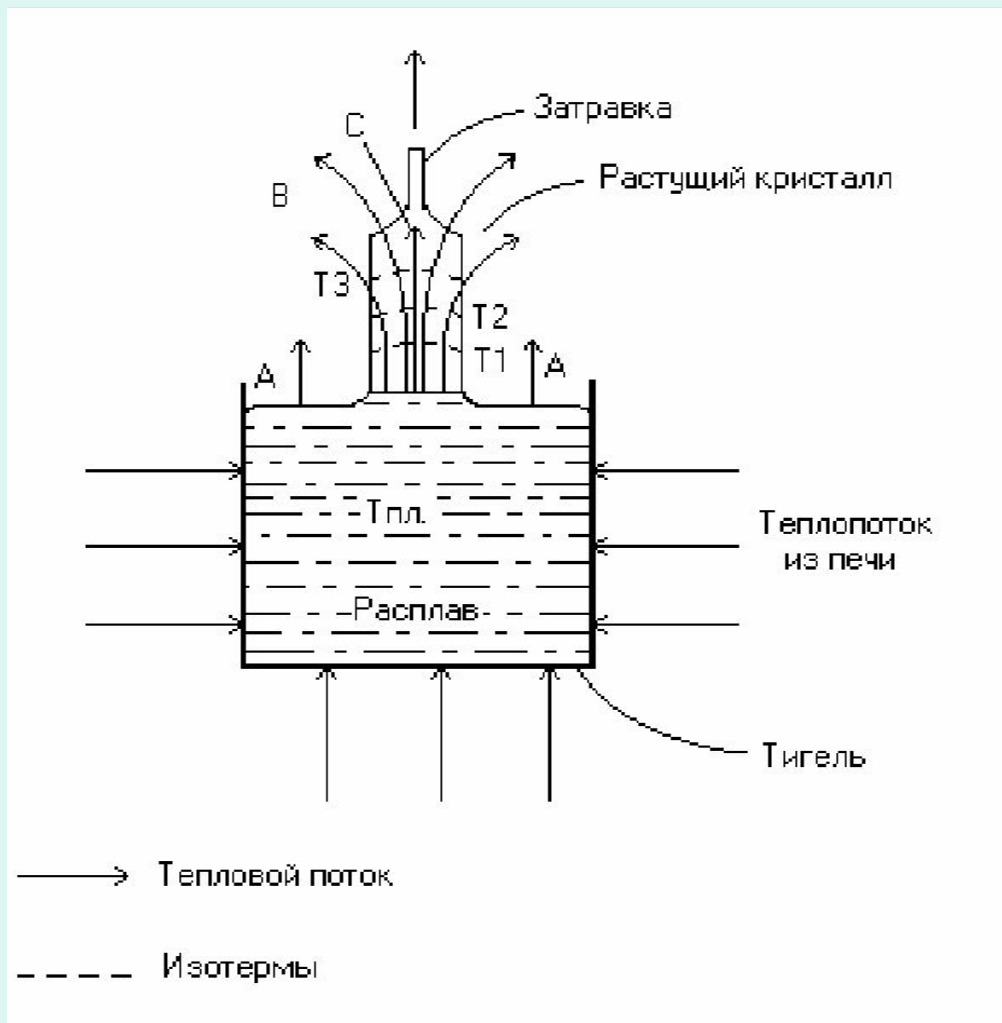
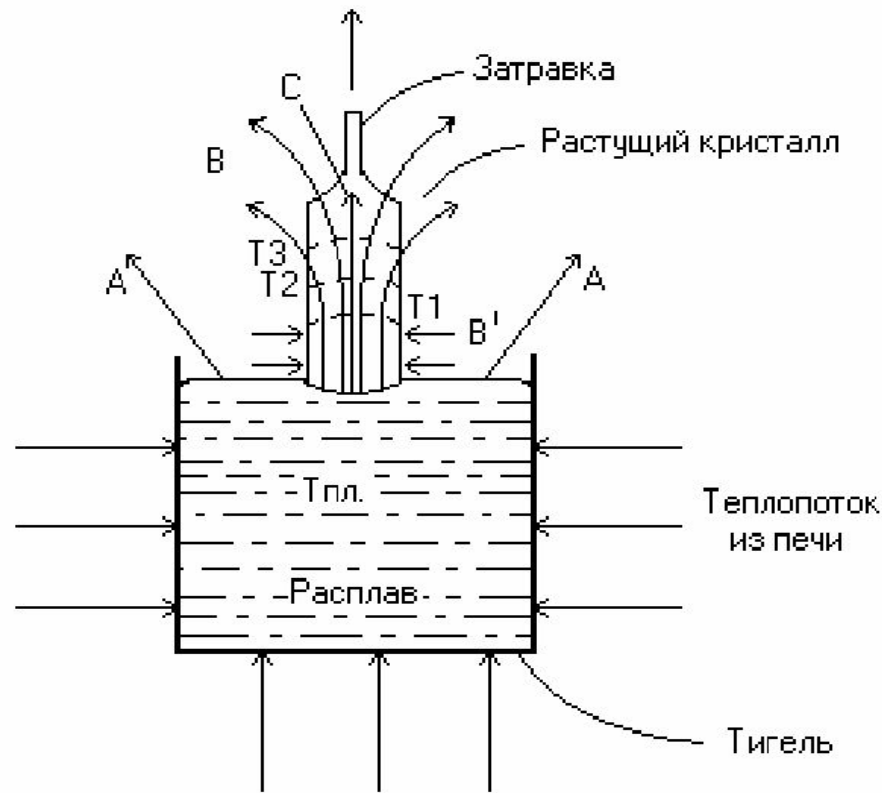


Схема распределения тепловых потоков. Боковая экранировка отсутствует (тепловой поток в области Т1 направлен из кристалла)



→ Тепловой поток

----- Изотермы

Схема распределения тепловых потоков. Боковая экранировка присутствует (тепловой поток в области Т1 направлен в кристалл)

Основные стадии технологического процесса выращивания монокристалла

Степень стабильности процесса во многом определяется тремя факторами:

- 1) способом нагрева,
- 2) конструктивным решением кристаллизационной установки,
- 3) надежным контролем основных характеристик процесса.

- Для получения кристаллов с низкой концентрацией дефектов нужно на протяжении всего процесса выращивания сохранять плоской границу раздела кристалл – расплав.
- Для этого необходимо, чтобы изотермы были практически перпендикулярными направлению роста, и требуется тщательный контроль тепловых потоков, как вдоль тигля, так и в перпендикулярном направлении.

Контроль температурно-временных режимов кристаллизации

Наиболее широкое применение получили *термопары*. Они механически прочны и просты в работе. Действие их основано на возникновении э.д.с. в местах контакта (спая) двух проводников различного состава и э.д.с. в проводнике, концы которого поддерживаются при разных температурах. Величина э.д.с. определяется природой металла и разностью температур между холодным и горячим спаями и не зависит от длины

Системы управления и автоматизации

Управление процессом кристаллизации достаточно надежно разработано для установок по методу Чохральского.

Объектом регулирования является диаметр растущего монокристалла.

Среди многообразия способов регулирования практический интерес представляют регулирование мощности по заданной программе, линейной зависимости мощности нагрева и величины осевого градиента температуры в зоне кристаллизации, температуры по заданной программе.

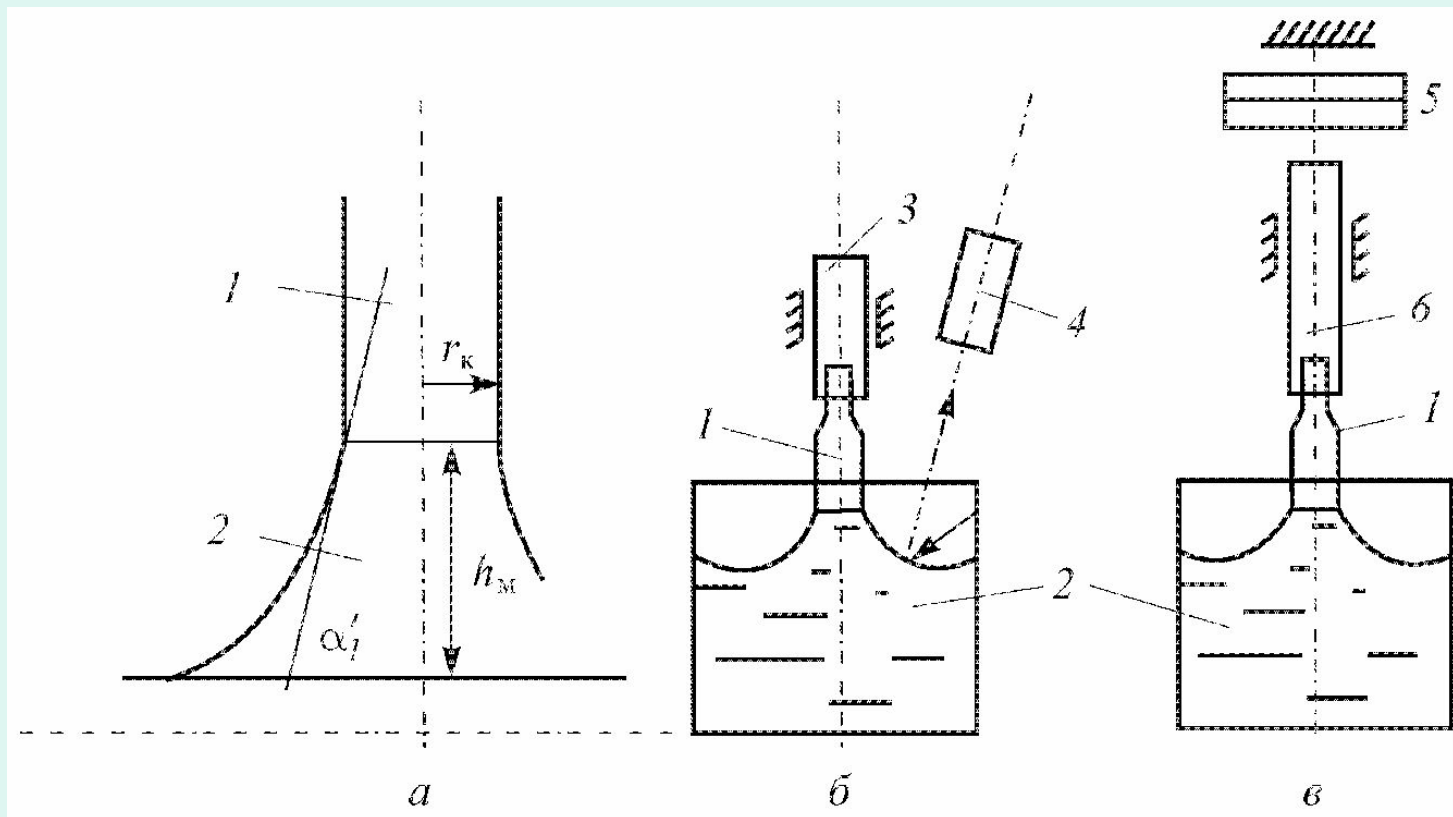
Надежные системы управления и автоматизации удастся создать путем оптического сканирования с использованием телевизионной системы, просвечиванием зоны кристаллизации рентгеновскими лучами, изучение характера изменения мениска расплава в инфракрасном и видимом диапазонах спектра с учетом изменений уровня расплава, а также веса кристалла (или тигля с расплавом).

Среди перечисленных способов регулирования существенное развитие получил способ учета формы мениска вблизи растущего монокристалла, поскольку установлена прямая связь между геометрическими характеристиками мениска и его физическим состоянием. Эта связь определяется на основании следующего уравнения:

$$h_M = \sqrt{\frac{2\sigma(1 - \cos \alpha'_l)}{\rho q} + \left(\frac{\sigma}{2R_{cm}\rho q}\right)^2} - \frac{\sigma}{2R_{cm}}$$

где h_M — высота столба мениска,

R_{cm} — радиус кривизны столба расплава на фронте роста, r_K — радиус кристалла, σ — поверхностное натяжение, α'_l — угол между касательной к мениску и горизонтальной плоскостью



Контроль процесса кристаллизации при выращивании монокристаллов методом Чохральского: а — форма мениска расплава вблизи монокристалла; б — контроль с помощью пирометра (или видеокамеры); в — весовой метод контроля. 1 — кристалл; 2 — расплав; 3 — механизм перемещения; 4 — пирометр (видеокамера); 5 — весовая ячейка; 6 — шток

Способ постоянного взвешивания монокристалла (либо тигля).

В этом случае не требуется наблюдение за фронтом роста. В настоящее время разработаны различные варианты датчиков, измеряющих массу растущего слитка или тигля с расплавом, и различные варианты электрических схем, преобразующих полученный сигнал в управляющий. В весовом методе известные трудности связаны со стыковкой датчика массы со штоком для вытягивания или нижним штоком. Точность контроля диаметра монокристалла при использовании весового датчика 2%.

Телевизионный метод контроля диаметра растущего монокристалла, основанный на учете свечения мениска

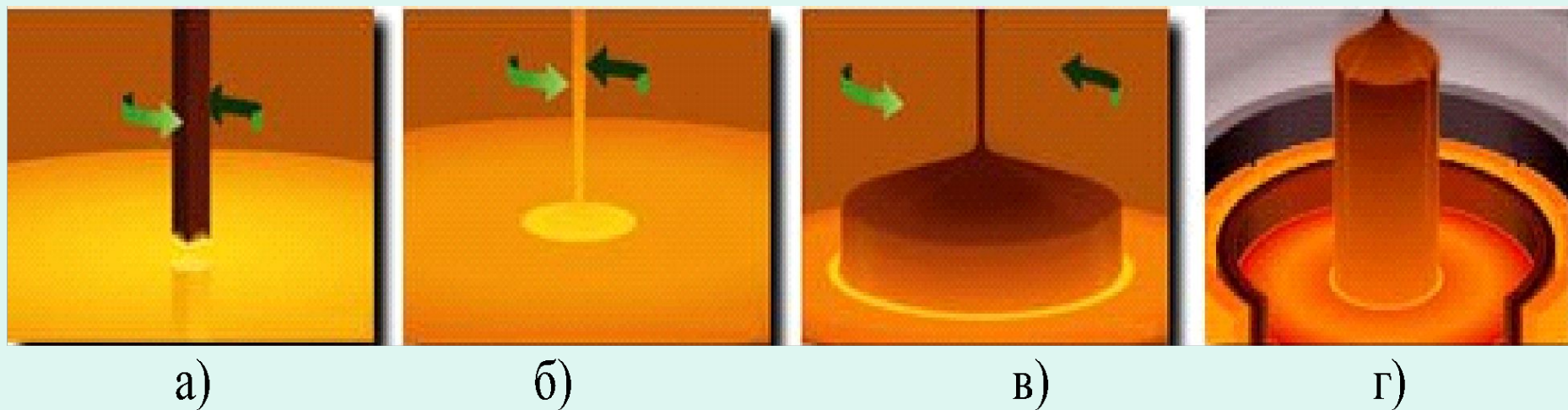
Метод базируется на изучении зависимости амплитуды и длительности видеосигнала от яркости и размеров наблюдаемого объекта. Передающая камера устанавливается перед окном кристаллизационного аппарата так, чтобы в поле зрения постоянно находились мениск и часть кристалла вблизи фронта роста. Точность измерения диаметра растущего монокристалла телевизионным методом $\pm 0,3\%$ и зависит от линейности развертки и точности измерения длительности видеосигнала.

Оптический способ управления процессом кристаллизации с использованием пирометра

- В этом методе, используется в качестве индикатора изменения диаметра растущего кристалла оптический сигнал от ореола, образующегося вокруг столбика растущего кристалла. Оптический пирометр визируется на узкую область вблизи столбика расплава. При определенном диаметре выращиваемого кристалла сигнал от оптического пирометра имеет максимальную величину. В этом случае точность автоматического поддержания диаметра монокристалла 1%.

Лучшие результаты дает комбинированный способ управления, при котором регулируются как скорость вытягивания, так и температура расплава. Программное изменение этих величин позволяет получить монокристаллы постоянного диаметра с малым содержанием дефектов.

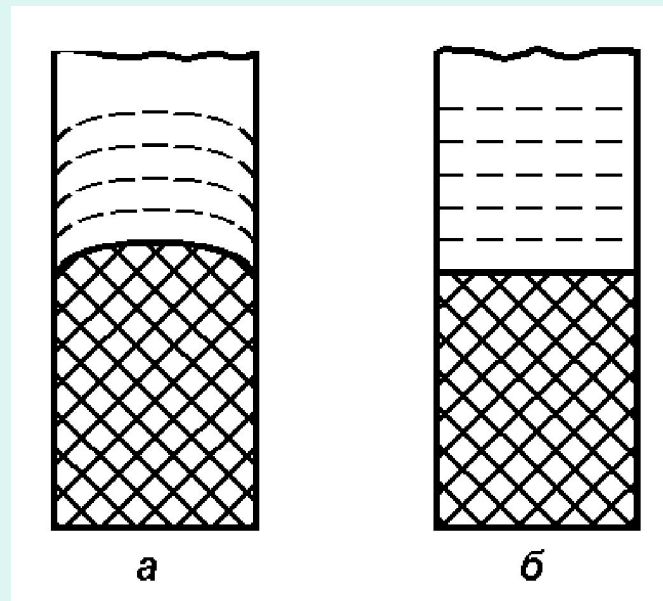
Основные стадии технологического процесса выращивания монокристалла



Основные шаги при выращивании кристалла методом вытягивания из расплава:

а) затравление, б) разращивание, в) выход на заданный диаметр, г) рост монокристалла

Величины и соотношение радиального и осевого градиентов температуры обуславливают форму фронта кристаллизации вытягиваемого кристалла, который может быть выпуклым в расплав, плоским и вогнутым в сторону кристалла.



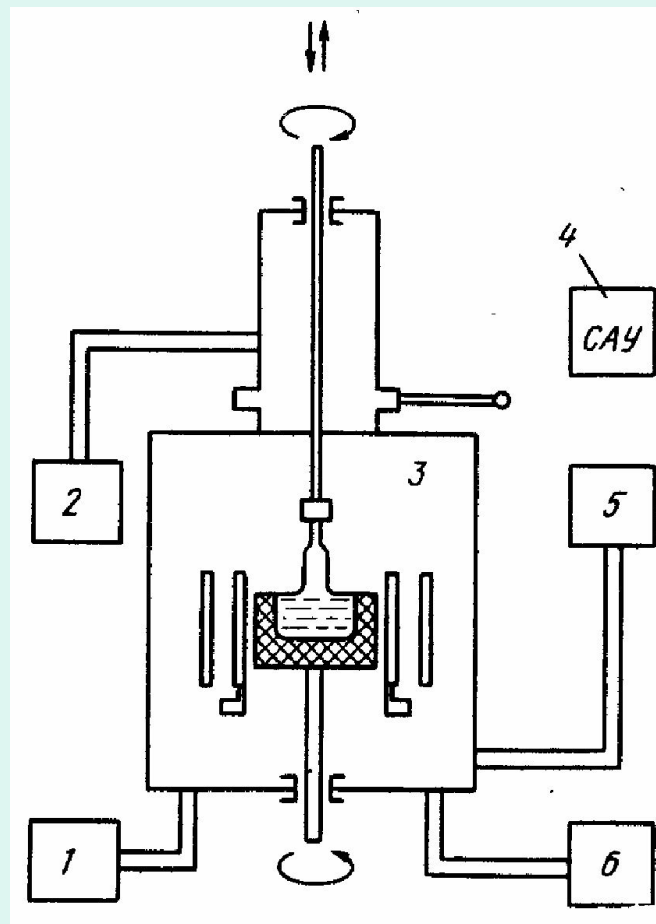
Изотермические поверхности в растущем кристалле при вогнутом в кристалл (а) и плоском (б) фронте кристаллизации.

- Наиболее неблагоприятным для выращивания монокристаллов с низкой плотностью дефектов является вогнутый фронт кристаллизации, а благоприятным - плоский фронт кристаллизации. Поскольку на практике обеспечить его зачастую бывает очень трудно, вытягивание кристаллов проводят при слегка выпуклом фронте кристаллизации.



Тепловой узел установки с выращенным монокристаллом германия (диаметром 65 мм).

Установки для выращивания монокристаллов



Блок-схема установки выращивания монокристаллов из расплава по Чохральскому: 1 — вакуумный агрегат; 2 - блок подачи и регулирования инертного газа; 3 — камера с шибберным устройством; 4,5 — системы автоматического управления и электропитания соответственно; 6 — блок водяного охлаждения

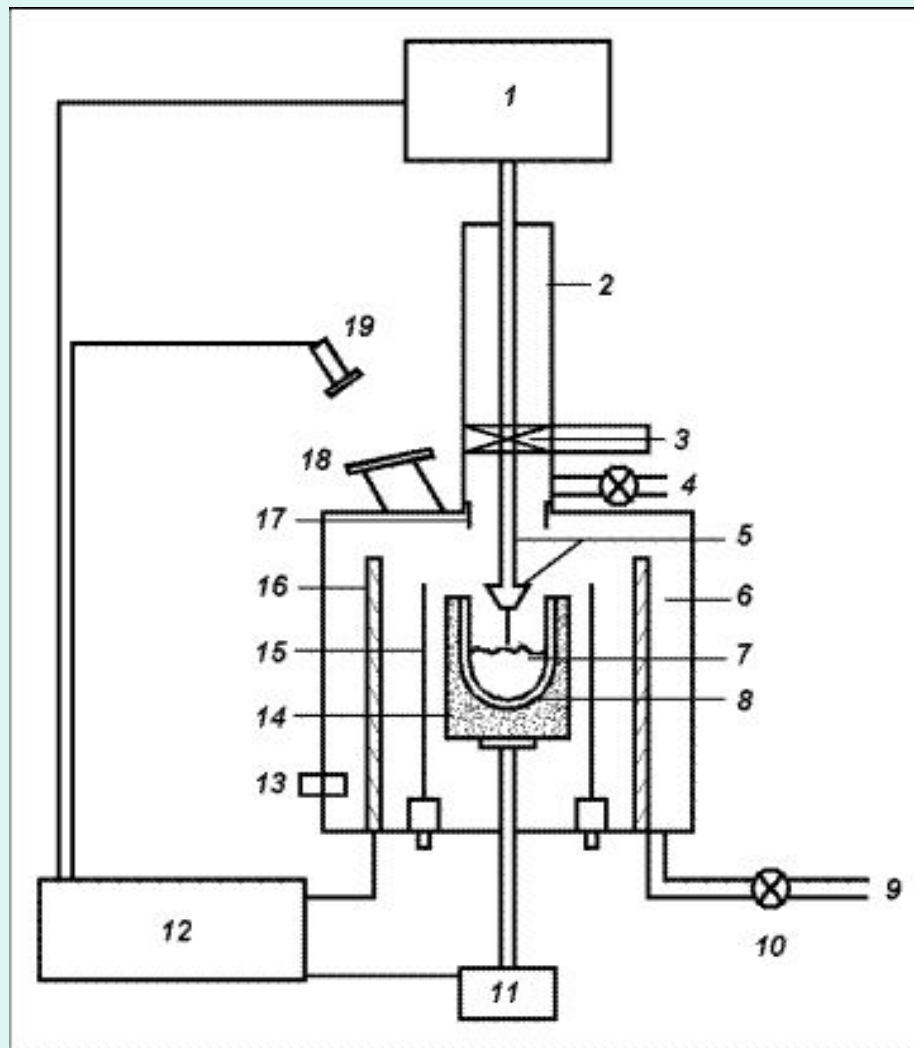


Схема установки для выращивания кристаллов по методу Чохральского.

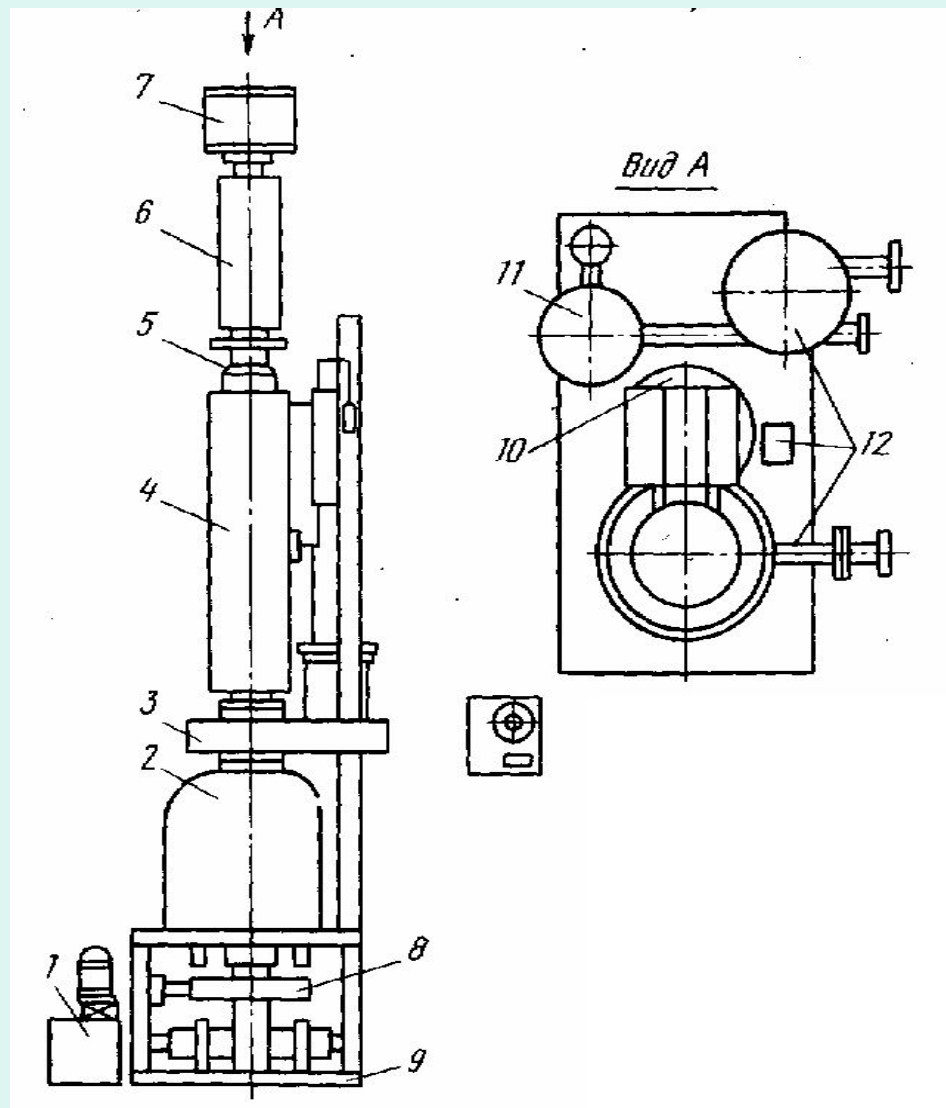


Схема компоновки основных узлов установки
"Редмет"

Конструкции тепловых узлов

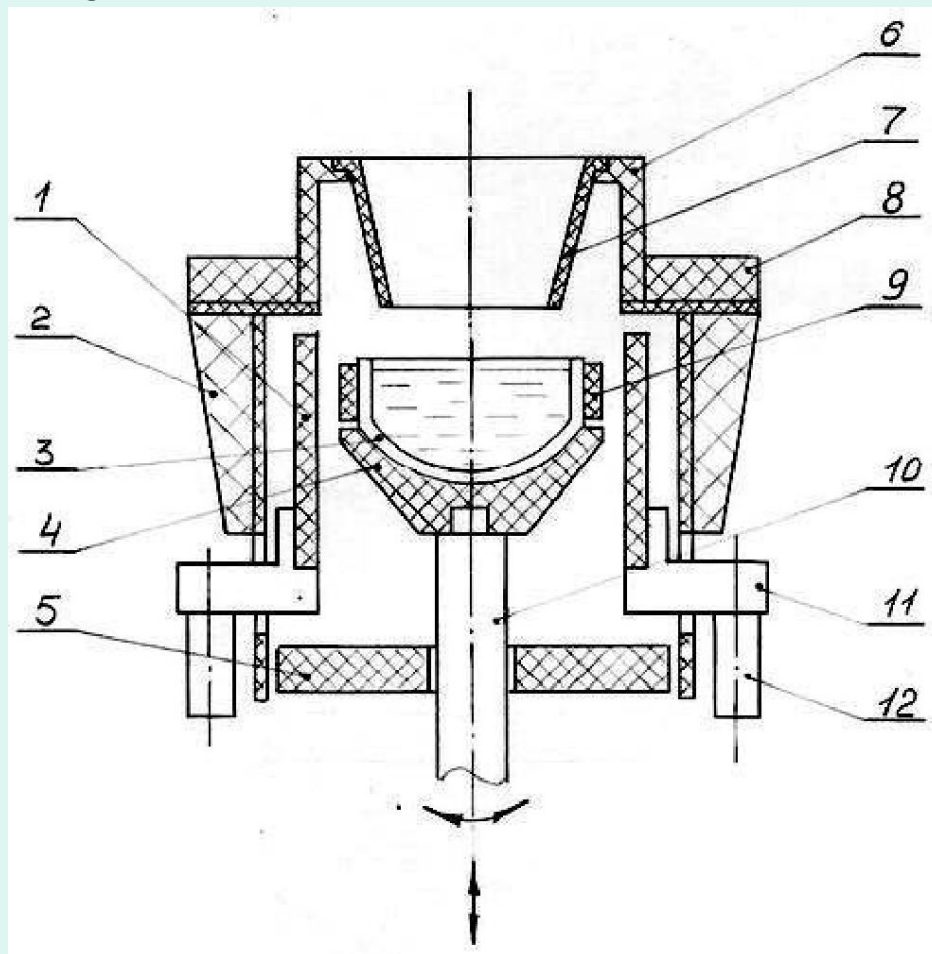
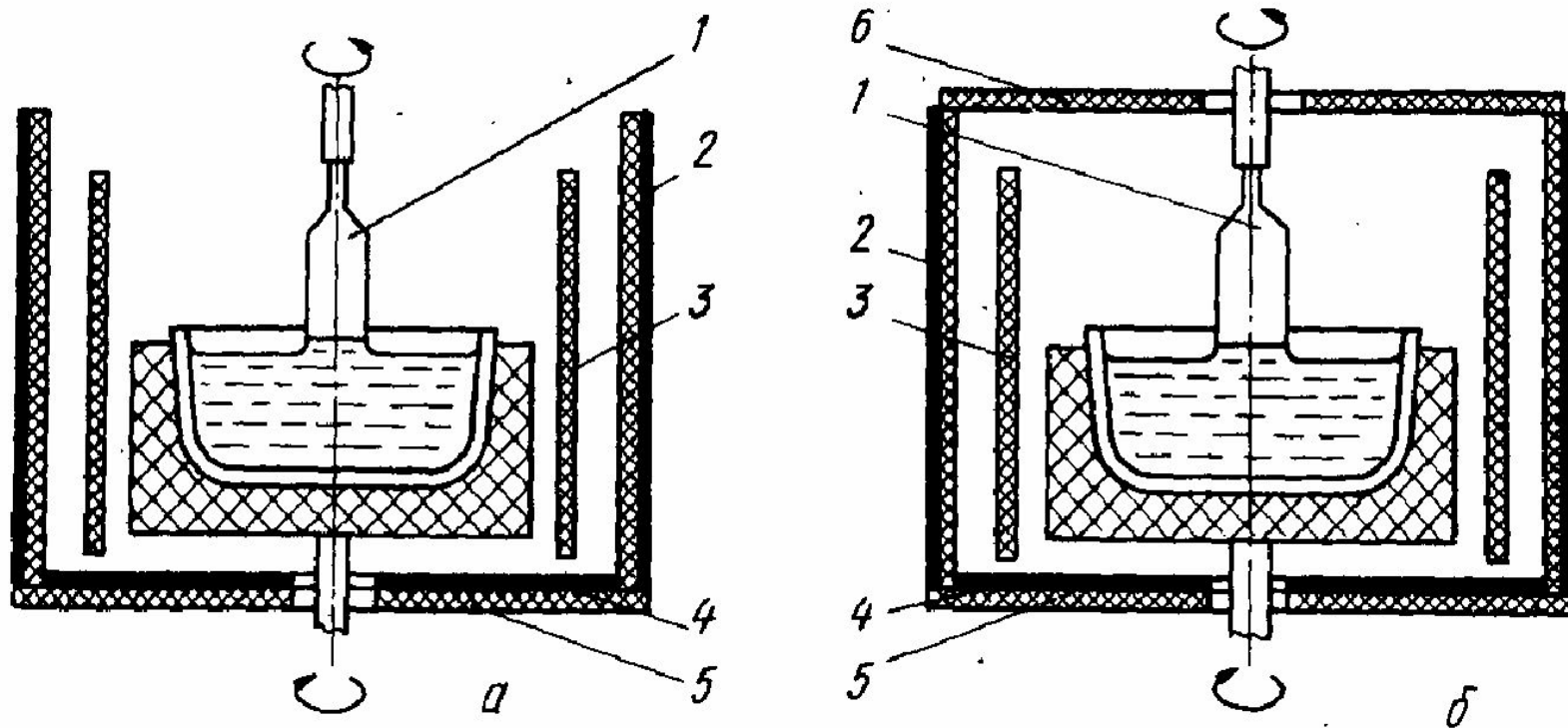


Схема теплового узла

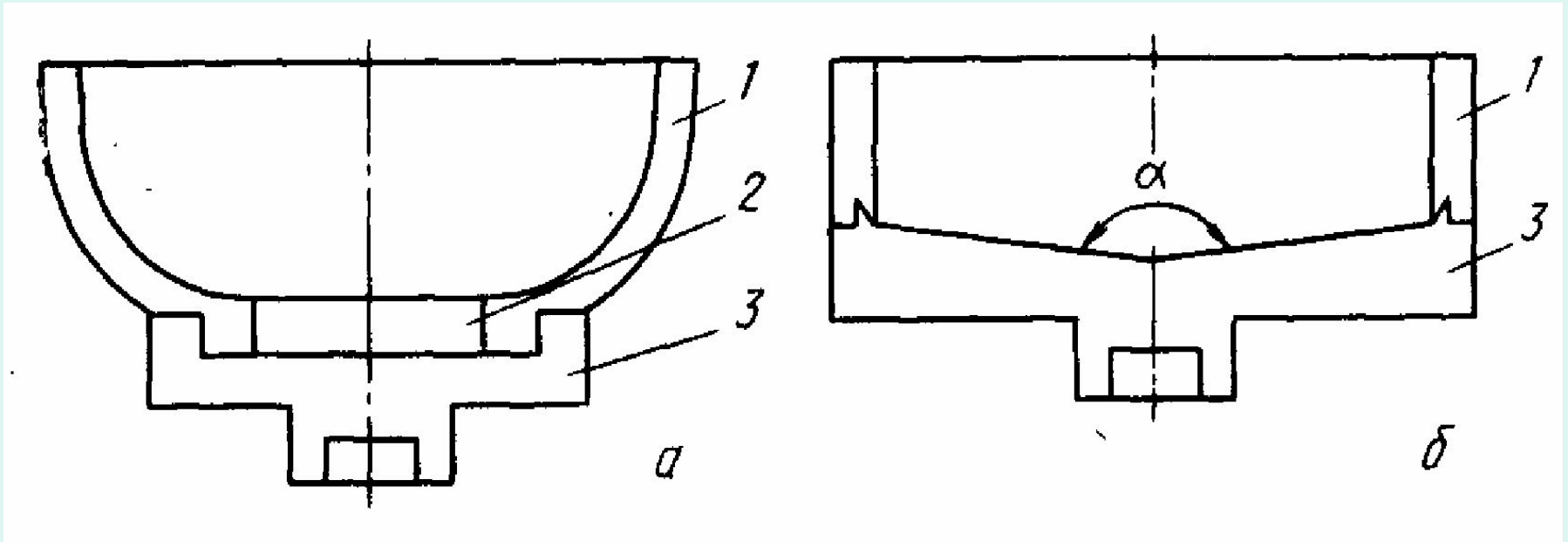


Ростовая камера с тепловым узлом из графита

- Тепловой узел включает в себя подставку для тигля, нагреватель, систему экранов. Конструкция теплового узла практически во многом определяет особенности кристаллизации, макро- и микроструктуру выращиваемого монокристалла, распределение в нем легирующих примесей.
- Тепловой узел как технологическая система содержит взаимозависимые элементы, т.е. варьируя конструкцию нескольких элементов, можно получать практически идентичные условия выращивания монокристаллов.



Открытая (а) и закрытая (б) экранировки: 1 - кристалл; 2 - боковые экраны; 3 — нагреватель; 4 - графитовый войлок; 5 – донные экраны; 6 — верхний экран



Сферическая (а) и цилиндрическая (б) подставки: 1 — боковые сегменты; 2 — фиксирующий элемент; 3 — дно

Источники нагрева

- Среди многообразия источников нагрева можно выделить две группы:
 - нелучевые (газопламенный, омический, высокочастотный, плазменный),
 - лучевые источники нагрева (электронно-лучевой, оптический, лазерный).
- Важное различие их заключается в том, что нелучевые источники нагрева практически трудно, а зачастую невозможно вынести за пределы кристаллизационной камеры.

Материалы нагревательных элементов

Материал	Максимально допустимая температура, °С	Среда кристаллизации
Графит	3000	Вакуум, инертная, восстановительная
Вольфрам	2700	Тоже
Вольфрам - молибденовый сплав	2500	-"-
Молибден	2500	-"-
Иридий	2250	Вакуум, инертная, восстановительная, слабоокислительная
Платинородиевый сплав	1600	Окислительная
Оксид циркония	2400	-"-

Тигли

Сосуды, заключающие расплав, называются тиглями, лодочками, иногда изложницами. В ряде случаев выращиваемый из расплава монокристалл принимает форму заключающего его сосуда.

Материал тигля должен отвечать ряду требований:

- 1) кристаллизуемое вещество не должно при соприкосновении с материалом тигля давать химической реакции;
- 2) вещество не должно смачивать и прилипать к стенкам сосуда;

- 3) материал тигля не должен размягчаться при температуре, превышающей примерно на 100°C температуру плавления кристаллизуемого вещества;
- 4) теплопроводность тигля желательна по возможности большая, но она не должна превышать теплопроводность кристаллизуемого вещества;
- 5) упругость паров материала тигля должна быть в условиях кристаллизации не очень высокой, в противном случае срок службы его будет исчисляться немногими часами;
- 6) чистота тигля не должна уступать чистоте кристаллизуемого вещества.



Графитовый тигель для выращивания монокристаллов германия методом Чохральского.
Диаметр тигля 210 мм.

Системы управления и автоматизации

Степень стабильности процесса во многом определяется тремя факторами:

- 1) способом нагрева,
- 2) конструктивным решением кристаллизационной установки,
- 3) надежным контролем основных характеристик процесса.

- В настоящее время развитие средств контроля процесса кристаллизации обусловлено стремлением к увеличению объема информации о результатах воздействия на процесс, необходимого для установления однозначных связей между условиями роста и реальными свойствами растущего монокристалла.
- Такие данные крайне необходимы для оптимизации характеристик управляемых процессов и ограничения или компенсации неуправляемых.

По характеру получаемой информации контроль процесса кристаллизации можно разделить на следующие четыре группы:

- 1) изменение энергетических параметров кристаллизационной установки (напряжение, ток, мощность, сопротивление нагревателя и др.);
- 2) изменение аппаратурных параметров (температура нагревателя, температура тигля, скорость перемещения, скорость вращения, давление атмосферы кристаллизации и др.);
- 3) контроль комплексных параметров тепло- и массопереноса (положение и форма фронта роста, поверхностное натяжение, вязкость расплава, масса и сечение кристалла и др.);
- 4) определение характеристик растущего монокристалла (состав, реальная структура, дефекты макроскопических размеров и др.).

Контроль температурно-временных режимов кристаллизации

Наиболее широкое применение получили *термопары*. Они механически прочны и просты в работе. Действие их основано на возникновении э.д.с. в местах контакта (спая) двух проводников различного состава и э.д.с. в проводнике, концы которого поддерживаются при разных температурах. Величина э.д.с. определяется природой металла и разностью температур между холодным и горячим спаями и не зависит от длины

Хромель-алюмелевые (ТХА) термопары пригодны для измерений температур не выше 1100°C . Хромель- сплав, состоящий из 90% никеля и 10% хрома; в состав алюмеля-сплава входит 90% никеля, 2% алюминия, 1% кремния и 2% марганца. Хромель-алюмелевые термопары характеризуются высокой механической прочностью, но малой химической стойкостью. Чувствительность их составляет 4 мВ на 100°C .

Хромель-капельевые термопары (ТХК) используются при температуре не выше 700°C (капель—медь с добавкой большого количества никеля). Они характеризуются большой термической э.д.с. и, следовательно, большой чувствительностью (7 мВ на 100°C).

Сочетание благородных металлов представляет собой более устойчивый материал в работе, благодаря чему ими чаще пользуются при точных измерениях. Платину применяют в паре с платинородиевыми сплавами, содержащими от 1 до 20% родия. Платина-платинородиевой термопарой (ТПП) пользуются в интервале температур от 600 до 1600°С. У них небольшая чувствительность (1 мВ на 100°С), и с ними нельзя работать в восстановительной среде .

Системы управления и автоматизации

Управление процессом кристаллизации достаточно надежно разработано для установок по методу Чохральского.

Объектом регулирования является диаметр растущего монокристалла.

Среди многообразия способов регулирования практический интерес представляют регулирование мощности по заданной программе, линейной зависимости мощности нагрева и величины осевого градиента температуры в зоне кристаллизации, температуры по заданной программе.

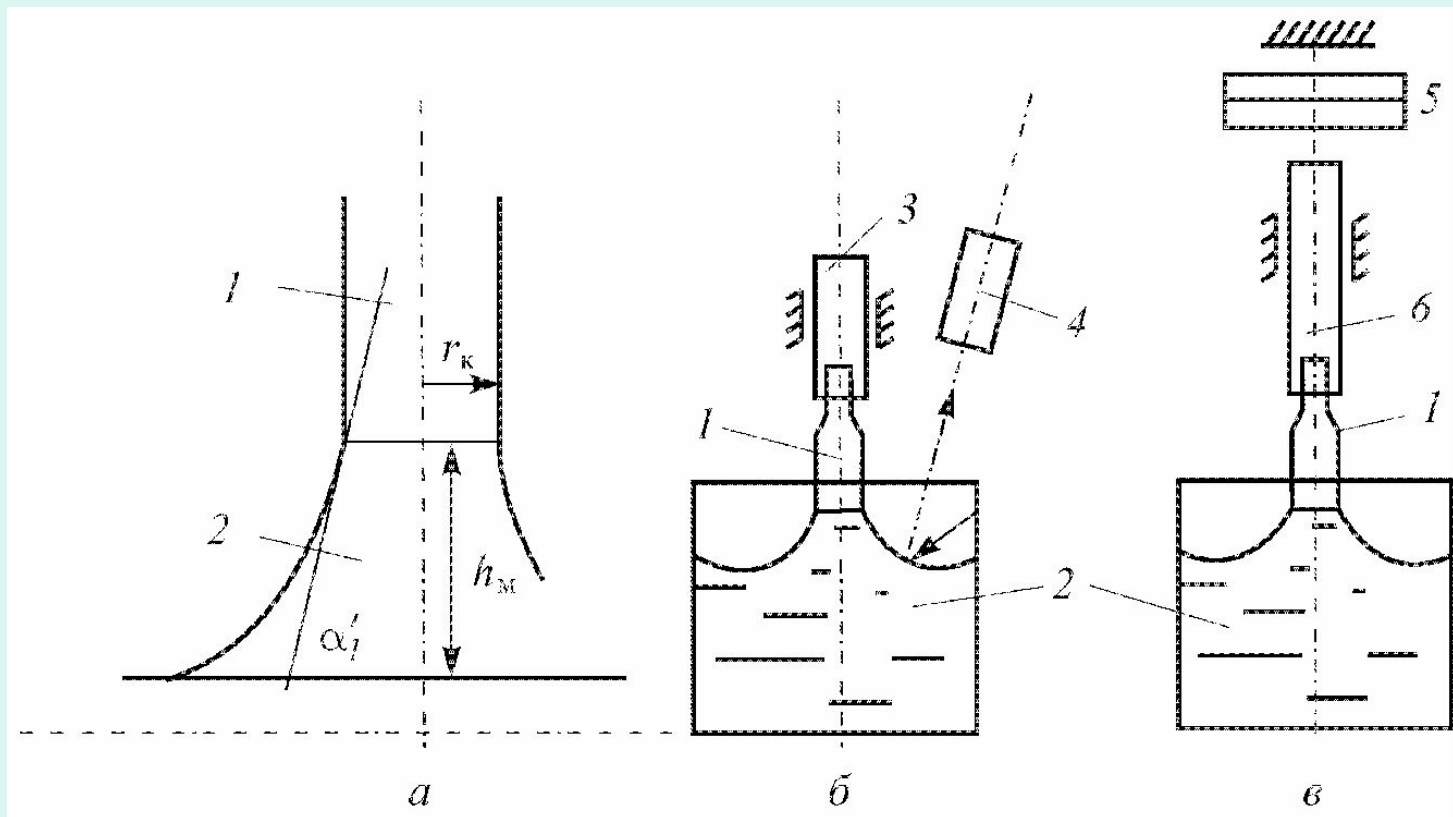
Надежные системы управления и автоматизации удастся создать путем оптического сканирования с использованием телевизионной системы, просвечиванием зоны кристаллизации рентгеновскими лучами, изучение характера изменения мениска расплава в инфракрасном и видимом диапазонах спектра с учетом изменений уровня расплава, а также веса кристалла (или тигля с расплавом).

Среди перечисленных способов регулирования существенное развитие получил способ учета формы мениска вблизи растущего монокристалла, поскольку установлена прямая связь между геометрическими характеристиками мениска и его физическим состоянием. Эта связь определяется на основании следующего уравнения:

$$h_M = \sqrt{\frac{2\sigma(1 - \cos \alpha'_l)}{\rho q} + \left(\frac{\sigma}{2R_{cm}\rho q}\right)^2} - \frac{\sigma}{2R_{cm}}$$

где h_M — высота столба мениска,

R_{cm} — радиус кривизны столба расплава на фронте роста, r_K — радиус кристалла, σ — поверхностное натяжение, α'_l — угол между касательной к мениску и горизонтальной плоскостью



Контроль процесса кристаллизации при выращивании монокристаллов методом Чохральского: а — форма мениска расплава вблизи монокристалла; б — контроль с помощью пирометра (или видеокамеры); в — весовой метод контроля. 1 — кристалл; 2 — расплав; 3 — механизм перемещения; 4 — пирометр (видеокамера); 5 — весовая ячейка; 6 — шток

Способ постоянного взвешивания монокристалла (либо тигля).

В этом случае не требуется наблюдение за фронтом роста. В настоящее время разработаны различные варианты датчиков, измеряющих массу растущего слитка или тигля с расплавом, и различные варианты электрических схем, преобразующих полученный сигнал в управляющий. В весовом методе известные трудности связаны со стыковкой датчика массы со штоком для вытягивания или нижним штоком. Точность контроля диаметра монокристалла при использовании весового датчика 2%.

Телевизионный метод контроля диаметра растущего монокристалла, основанный на учете свечения мениска

Метод базируется на изучении зависимости амплитуды и длительности видеосигнала от яркости и размеров наблюдаемого объекта. Передающая камера устанавливается перед окном кристаллизационного аппарата так, чтобы в поле зрения постоянно находились мениск и часть кристалла вблизи фронта роста. Точность измерения диаметра растущего монокристалла телевизионным методом $\pm 0,3\%$ и зависит от линейности развертки и точности измерения длительности видеосигнала.

Оптический способ управления процессом кристаллизации с использованием пирометра

- В этом методе, используется в качестве индикатора изменения диаметра растущего кристалла оптический сигнал от ореола, образующегося вокруг столбика растущего кристалла. Оптический пирометр визируется на узкую область вблизи столбика расплава. При определенном диаметре выращиваемого кристалла сигнал от оптического пирометра имеет максимальную величину. В этом случае точность автоматического поддержания диаметра монокристалла 1%.

Лучшие результаты дает комбинированный способ управления, при котором регулируются как скорость вытягивания, так и температура расплава. Программное изменение этих величин позволяет получить монокристаллы постоянного диаметра с малым содержанием дефектов.

Вакуумное оборудование ростовых установок

Поскольку вакуум - состояние газа при давлении значительно ниже атмосферного, то это понятие применимо обычно к газу, заполняющему ограниченный объем, в данном случае камеру печи.

Часто пользуются понятием о степени вакуума, характеризуя его приблизительно абсолютными значениями давления.

Обычно полагают, что область давлений от атмосферного до 100 Па относится к низкому вакууму, интервал от 100 до 10^{-1} Па соответствует среднему вакууму и интервал от 10^{-1} до 10^{-5} Па - высокому вакууму, область давлений $< 10^{-5}$ Па соответствует сверхвысокому вакууму.

Для оценки герметичности сосуда введено понятие натекание - количество газа, поступающее в закрытый объем через различные неплотности, соединения, вследствие десорбции газа из стенок сосуда или системы и т.д. в единицу времени. Измеряется натекание в $\text{Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$.

Вакуумные измерения

В процессе роста кристалла необходимо контролировать степень разрежения в камере. Приборы, предназначенные для этих целей, называются вакуумметрами.

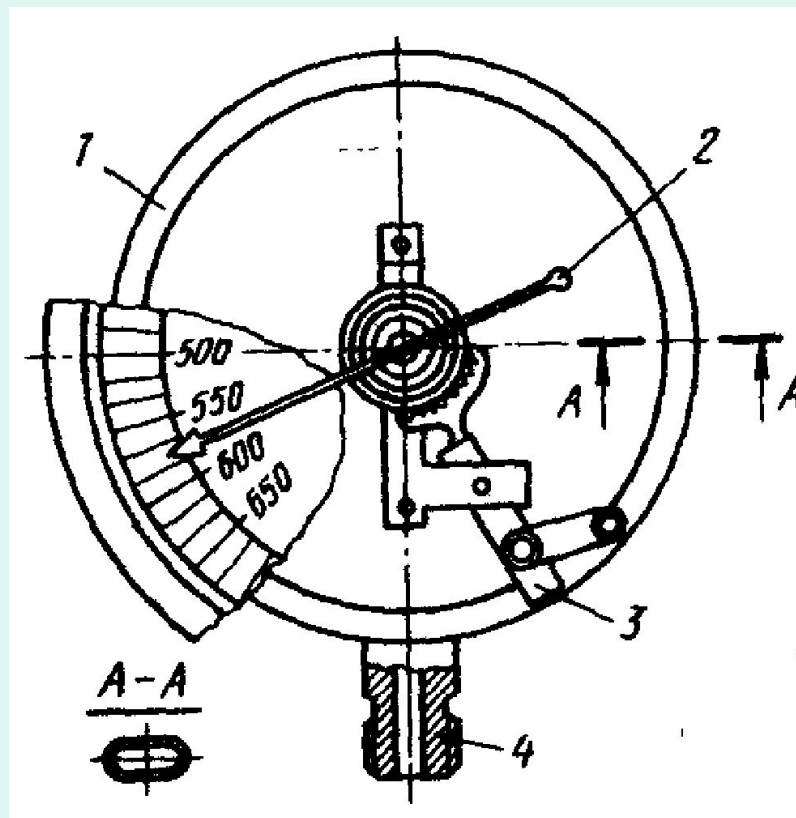
По принципу действия вакуумметры подразделяют на следующие виды:

- жидкостные, непосредственно измеряющие давление;
- компрессионные, действие которых основано на законе изотермического сжатия идеального газа;
- деформационные, в которых деформация чувствительного элемента (сильфона, мембраны и т.п.) служит мерой давления;
- тепловые вакуумметры, использующие зависимость теплопроводности газа от давления;
- ионизационные, измерения у которых основаны на ионизации газа (в свою очередь подразделяются на электроразрядные и электронные).

Все вакуумметры можно еще разделить на приборы прямого и косвенного действия.

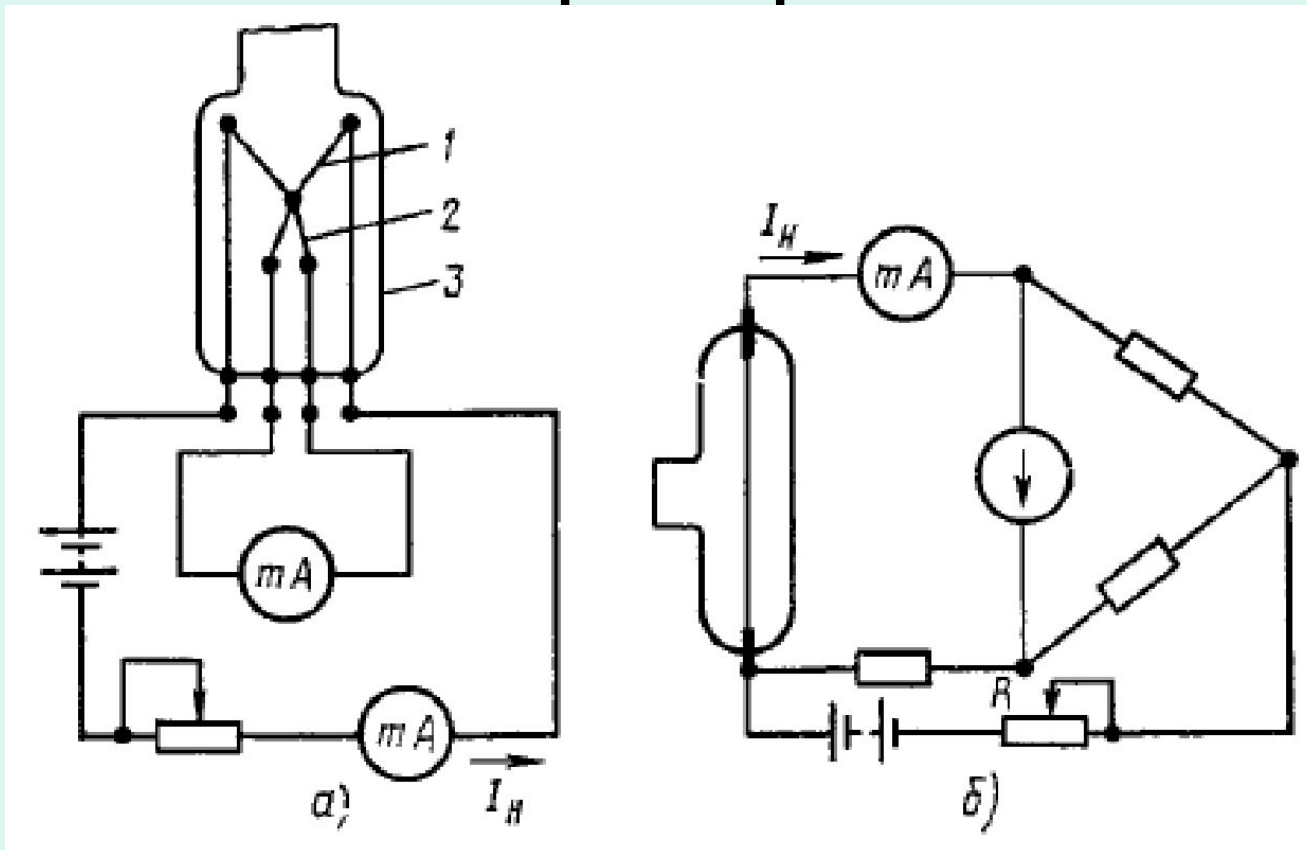
- К вакуумметрам прямого действия относятся жидкостные, компрессионные и деформационные. Отсчет давления у них не зависит от состава газа и его температуры. Эти приборы измеряют давление в интервале $1 \cdot 10^5 - 1 \cdot 10^{-3}$ Па; относительная погрешность тем меньше, чем выше давление.
- Вакуумметры косвенного действия измеряют не само давление, а некий параметр, величина которого зависит от давления, и состоят, как правило, из манометрического преобразователя и измерительного блока. Величина сигнала у вакуумметров косвенного действия зависит от состава газа и его температуры. Вакуумметрами косвенного действия тепловыми и ионизационными измеряют давление от атмосферного до 10^{-10} Па.

Деформационные вакуумметры



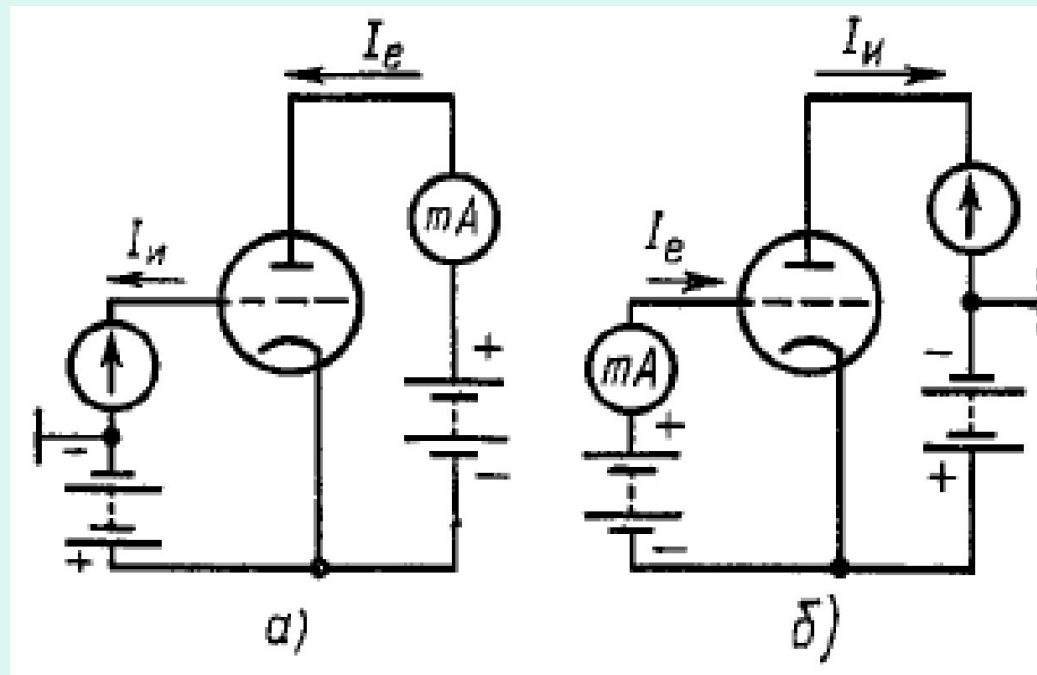
Трубчатый вакуумметр: 1 — трубка эллиптического сечения; 2 — стрелка; 3 — зубчатый сектор; 4 — штуцер

Тепловые преобразователи



Схемы тепловых преобразователей: а — термопарного, б — преобразователя сопротивления

Электронные преобразователи



Схемы электронных преобразователей:

а - с внутренним коллектором; б - с внешним коллектором

Вакуумные насосы

Для выполнения работ при низких давлениях разработано большое число вакуумных насосов. Какие насосы или их комбинации являются для решения поставленной задачи наиболее подходящими, зависит от различных факторов. При этом выбор насоса в первую очередь определяется родом и количеством пропускаемых насосом газов, а также диапазоном рабочих давлений.

Форвакуумные насосы

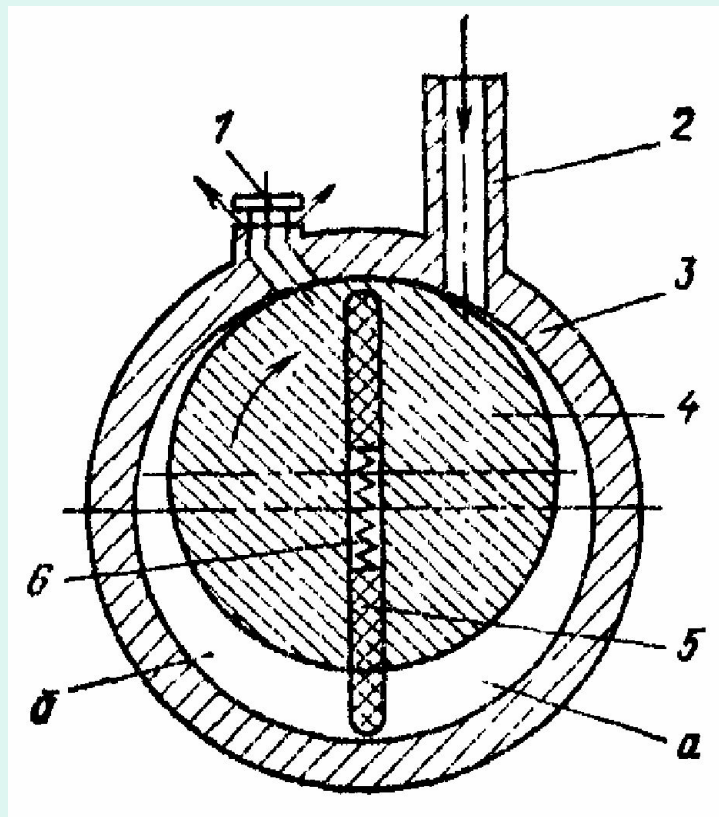


Схема пластинчато-роторного насоса

Высоковакуумные насосы

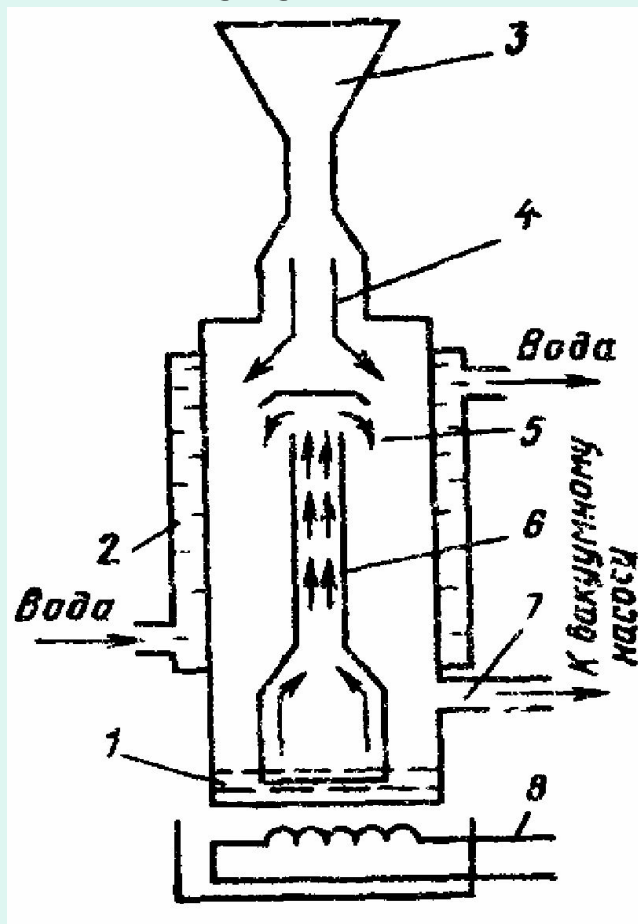


Схема пароструйного насоса

Высоковакуумные насосы

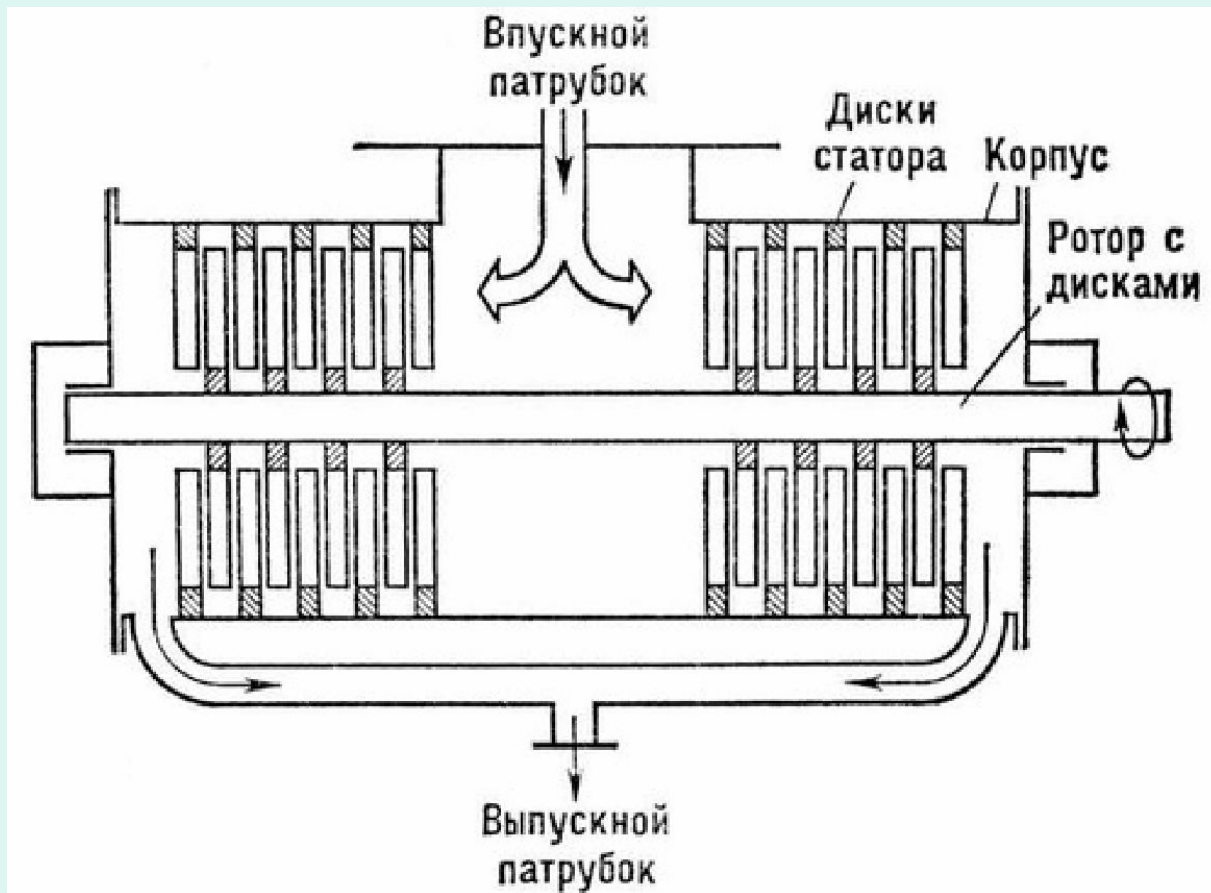


Схема турбомолекулярного насоса.

Эксплуатация и обслуживание ростового оборудования

Перед проведением технологического процесса рекомендуется составить последовательность технологических операций с указанием времени их проведения и режимами. Это позволит сократить время технологического процесса за счет подготовки изделий и параллельно проводимых операций. Обычно время проведения процесса составляет около 5% от времени его проектирования.

Сервисное обслуживание предполагает ежедневное и плановое в виде профилактик. Ежедневное обслуживание заключается в содержании установки в чистоте, обеспечении свободного доступа вокруг установки, осмотр внешнего вида на отсутствие посторонних предметов, проводов и инструментов на установке.

Плановые профилактические работы проводятся не реже 1 раз в год, как правило в период длительной остановки оборудования. В это время проверяется качество электропроводки, проводится опрессовка водопроводной сети, профилактика вакуумных затворов и т.д.

Сервисное обслуживание вакуумных камер

Вакуумную камеру следует содержать в чистоте. При разгерметизации вакуумная камера работает как пылесос. Пыль воздуха оседает в труднодоступных местах. Чистка вакуумных камер и отдельных элементов установок от летучих примесей, которые, испаряясь из расплава, осаждаются на холодных частях камеры должна проводиться по специальной технологии, разрешенной отделом техники безопасности.

Сервисное обслуживание приборов измерения вакуума

Чаще всего измерители вакуума выходят из строя из-за включения их на высоком давлении. В это время происходит перегорание катода, окисление электродов, уменьшение эмиссии, запредельная генерация тока ионов и т.д, что выводит из строя усилитель и датчик. Сервисное обслуживание (ремонт) аналоговой техники заключается в замене датчиков и замене элементов выходного каскада.

Профилактика вакуумной системы.

Профилактика вакуумной системы заключается в проверке уровня масла в механическом вакуумном насосе, проверке системы на герметичность. Герметичная вакуумная камера должна в течение 2-3 суток «натекать» от 1 до 5-7 Па за счет естественных газовыделений из материала камеры. Для повышения точности измерения давления проводят калибровку датчиков давления.

Ремонтное обслуживание вакуумных систем ростовых установок

Наиболее часто ростовые установки не работают из-за того, что не обеспечивается рабочий вакуум за определенное время. Первая причина – это отсутствие согласования системы по потоку газа (например, из-за течей), вторая – неработоспособность вакуумных насосов. Часто отдельные системы могут не включаться из-за износа контактов в реле или в концевых выключателях.

Контроль состояния изоляции

Изоляция электрооборудования может быть твердой, газообразной или жидкой. В процессе эксплуатации под воздействием температуры, влажности, механических или электрических напряжений изоляция высыхает, стареет, теряет свои качества. Особенно это касается изгибов на вводах, мест попадания солнечного света, пыли и грязи. Измерение сопротивления изоляции проводят мегаомметром.