

МЕТОДИ ТА ПРИЛАДИ КОНТРОЛЮ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ

УДК 621.307.13

ІНФОРМАЦІЙНА ТЕХНОЛОГІЯ КОНТРОЛЮ ПЕРЕГРІВУ РІДКОЇ ФАЗИ У ПРОЦЕСІ ЗОННОЇ ПЛАВКИ КРЕМНІЮ

Г.В. Порєв

*Національний університет ім. Т. Шевченка, вул. Володимирська, 64/13, м. Київ, 01601,
e-mail: prof@barvinok.net*

Обґрунтована інформаційна технологія контролю та представлені експериментальні результати щодо перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію. Представлені експериментальні графіки розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу на поверхні рідкої фази у сукупності послідовних виборок та побудовані відповідно до них графіки розподілу температури. Обґрунтовано аналітичний вираз для оцінки максимально можливого перегріву поверхні рідкої фази кремнію в ході плавки та отримане значення $\Delta T = 60$ К, яке можна використати як верхню оцінку температури перегріву.

Ключові слова: зонна плавка, контроль, перегрів, кремній, розподіл температури, яскравість.

Обоснована информационная технология контроля и представлены экспериментальные результаты по повышению температуры поверхности жидкой фазы над температурой плавления кремния. Представленные экспериментальные графики распределения яркости вдоль вертикальной оси кристалла на поверхности жидкой фазы в совокупности последовательных выборок и построены в соответствии с ними графики распределения температуры. Обосновано аналитическое выражение для оценки максимально возможного перегрева поверхности жидкой фазы кремния в ходе плавки и полученное значение $\Delta T = 60$ К, которое можно использовать как верхнюю оценку температуры перегрева.

Ключевые слова: зонная плавка, контроль, перегрев, кремний, распределение температуры, яркость.

The information technology of the evaluation along with the corresponding experimental results concerning the rise of the temperature of the liquid phase above the melting point of silicon, is substantiated. There are presented the experimental graphics of brightness distribution along the vertical axis of the crystal on the liquid surface in consecutive samples set. There are built the temperature distribution graphs according to the experimental graphics. There are grounded the analytical expression for the estimation of the maximum possible overheating of the liquid phase surface in the silicon melt and the resulting value $\Delta T = 60$ K, which can be used as an upper estimate temperature overheating.

Keywords: zoned melting, evaluation, overheat.

Вступ. Електронно-променева безтигельна зонна плавка, технологія якої полягає у створенні та переміщенні вздовж зразка вузької розплавленої зони, вважається сьогодні однією із найбільш перспективних технологій отримання нових матеріалів із заданими властивостями, в першу чергу надчистих напівпровідникових матеріалів. На сьогодні зонна плавка сформувалась у потужну галузь виробництва. Однак деякі важливі питання залишаються актуальними і до цього часу, в першу чергу, проблема достовірного контролю

температурного поля у процесі плавки. Зокрема, на сьогодні відсутні достовірні оцінки так званого “перегріву” поверхні рідкої фази кремнію в ході плавки. Головною причиною такого положення є особливості технології зонної плавки, які виключають можливість використання найбільш точних і технологічно досконалих контактних технічних засобів вимірювання температури.

Терміном “перегрів” визначається перевищення поточного значення температури поверхні рідкої фази над температурою

плавлення кремнію. Відомо, що перегрів, особливо локальний, негативно впливає на якість плавки, оскільки порушується оптимальний температурний градієнт. Тому значні технологічні зусилля спрямовуються на боротьбу з перегрівом.

Однак ефективність кожного з підходів можна перевірити тільки вимірюванням поточних значень перегріву. Навіть оціночні значення перегріву є одним з дискусійних питань в технології плавки. Наприклад, для електронно-променевої безтигельної зонної плавки кремнію в [1] вказується максимальне значення перегріву 55°C , автори роботи [2] вважають, що перегрів досягає 200°C .

Невирішеність вказаного питання стримує розвиток технології зонної плавки і ускладнює розв'язання однієї з найактуальніших проблем технічного розвитку України — становлення на якісно новому рівні вітчизняної напівпровідникової електроніки.

Метою даної роботи є обґрунтування методики та вибору засобу для оцінки перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію.

Особливості контролю параметрів зони розплаву. Електронно-променева зонна плавка з кільцевим катодом характеризується коефіцієнтом корисної дії біля 80%, малою споживаною потужністю, простотою реалізації та надзвичайно широким спектром застосування — від органічних речовин до тугоплавких металів. Плавка проводиться у вакуумній камері, в якій вертикально розміщений кристал (анод) і концентрично — джерело електронів (катод) у формі тора. Система фокусування забезпечує взаємодію електронного пучка з кристалом, в результаті чого кінетична енергія електронів, які проникають в матеріал кристалу приводить до виникнення зони розплаву (ЗР). В ході плавки ЗР проходить вздовж кристалу за рахунок переміщення кристалу відносно катода. Швидкість переміщення може бути як постійною, так і змінною, що визначається технологічними задачами та конструкцією камери (описані нижче експерименти проводились при швидкості від 0,1 см/год до 2 см/год).

Характер розподілу домішок після плавки (власне, якість плавки) залежить від коефіцієнту сегрегації, градієнту температури, висоти і форми зони плавки та деяких інших факторів [3].

Теоретичне моделювання температурних полів базується на розв'язанні диференційного рівняння теплопровідності, яке розв'язують

разом з рівняннями граничних умов (початкових та крайових). Очевидно, що коректність розв'язку залежить від достовірності крайових умов, тобто значень температурного поля при заданих аргументах. Відомі методики задання крайових умов при моделюванні температурного поля ЗР базуються на певних припущеннях або на емпіричних залежностях, встановлених для подібних задач [2]. Останні, в свою чергу, отримані для інтегральних характеристик температурного поля без урахування його розподілу в зоні впливу електронного пучка, оскільки існуючі інформаційні технології контролю температури ЗР також передбачають вимірювання тільки середніх значень температури. Отже, отримані таким чином результати є джерелом похибок, які складно оцінити.

Сучасні пірометричні прилади складають широкий і різноманітний за набором характеристик та методик застосування клас технічних засобів, значна частина яких базується на законі Планка, що встановлює зв'язок між спектральною яскравістю випромінювання $L_{\lambda}(T)$ і температурою T абсолютно чорного тіла. Оскільки в даній роботі розглядається реальний об'єкт зі спектральним коефіцієнтом випромінювальної здатності поверхні $\epsilon_{\lambda}(T) < 1$, а для всього діапазону змін λ і T зонної плавки кремнію $\lambda T < 3000$ мкм·К, то можливе використання наступної формули:

$$L_{\lambda}(T) = \epsilon_{\lambda}(T) \frac{C_1}{\lambda^5} \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T}\right), \quad (1)$$

де $C_1 = 3,74 \cdot 10^8$ Вт·мкм⁴·м⁻²; $C_2 = 1,44 \cdot 10^4$ мкм·К; λ — довжина хвилі випромінювання.

При формуванні вимог до точності вимірювання температури врахуємо результати роботи [1], де експериментально показано, що кристалізацію необхідно провадити при малих перегрівах розплаву з можливістю вимірювання градієнтів температури ЗР з похибкою не більше $\pm 5\text{K}$.

З іншого боку, аналіз широкомасштабних досліджень, спрямованих на вдосконалення інформаційної технології плавки кремнію, що виконувались в ІЕЗ ім. Є. О. Патона і результати яких були частково опубліковані в [4], дозволив зробити висновок про можливість зменшення похибки вимірювання температури принаймні до 3К при застосуванні телевізійних інформаційно-вимірювальних систем (ТІВС).

Експериментальне визначення перегріву поверхні зони розплаву. Процес плавки кремнію включає стадії розігріву, утворення і формування ЗР в об'ємі кристалу та робочу стадію. Потік випромінювання у вхідну апертуру ГІВС характеризується ефективною яскравістю, яка визначається згідно з принципом суперпозиції незалежних потоків.

У власному випромінюванні ЗР в робочій стадії умовно можна виділити такі складові яскравості: складову $L_\phi(\lambda_e, T_\phi)$, обумовлену випромінюванням при температурі фазового переходу T_ϕ ; складову $L_n(\lambda_e, T_n)$, обумовлену перевищенням температури поверхні над температурою фазового переходу (власне, перегрів) та складову $L_B(\lambda_e, T_d)$, утворену відбитим від поверхні ЗР випромінюванням електроду.

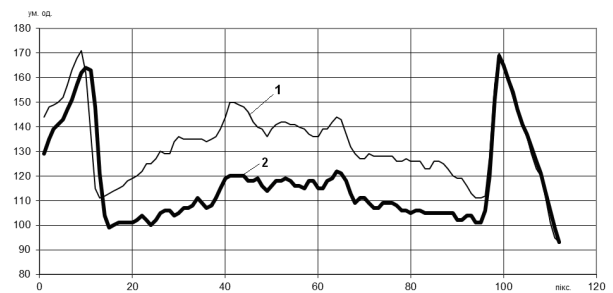
Очевидно, що значення теплового перегріву ділянки поверхні ЗР визначається щільністю електронного потоку, який падає на цю ділянку. Тобто температурні градієнти на поверхні ЗР в рідкій фазі визначаються, головним чином, законом розподілу щільності електронного потоку в перерізі пучка, який падає на поверхню ЗР.

Для експериментального визначення компонент ефективної яскравості скористаємось тією обставиною, що яскравість ЗР можна змінювати в широких межах, маніпулюючи напругами, які задають режим плавки. Змінюючи анодну напругу або напругу живлення електроду, змінимо щільність електронного потоку, отже змінимо складові випромінювання, яке попадає у вхідну апертуру.

Спеціально для технології зонної плавки кремнію в [4] розроблений метод вимірювання температури, алгоритм якого наступний. Вимкнувши анодну напругу, через деякий час повністю позбавимось теплового перегріву, а ефективна яскравість поверхні буде визначатись сумою компонент $L_\phi(\lambda_e, T_\phi)$ та $L_B(\lambda_e, T_d)$. Вимкнувши живлення електроду, через деякий час позбавимось компоненти $L_B(\lambda_e, T_d)$, отримаємо яскравість власного випромінювання поверхні при температурі фазового переходу «в чистому вигляді». Факт існування рідкої фази після виконання перерахованих вище процедур, підтверджений експериментально.

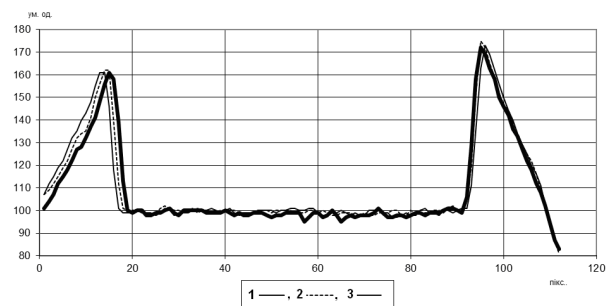
На рис. 1 і рис. 2 представлені експериментальні криві розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу у сукупності послідовних кадрів, які дають уявлення про

поле яскравості на поверхні кристалу кремнію та про те, як змінюється яскравість ЗР.



1 – робоча стадія, $t=t_0$; 2 – вимкнено напругу живлення катоду, $t=t_0+0,4$ с

Рисунок 1 – Розподіл яскравості на кристалі ЗР



1 – $t=t_0+0,8$ с; 2 – $t=t_0+1,2$ с, 3 – $t=t_0+1,6$ с

Рисунок 2 – Розподіл яскравості на поверхні кристалу

Розглянутий алгоритм дозволяє виокремити сигнал A , що несе інформацію тільки про власну температуру поверхні даної ділянки. Оскільки цей сигнал сформований при незмінній яскравості електроду, розрахункові співвідношення можуть використовуватись для визначення сигналу, який несе інформацію про температуру будь-якої ділянки поверхні в робочій стадії плавки.

Якщо в ході експерименту передбачаються технологічні зміни струму живлення електроду (отже, і зміни яскравості $L_B(\lambda_e, T_d)$), алгоритм виконується знову.

Для переходу від значення сигналу до відповідних значень температури рідкої фази можна використовувати формулу [4]

$$T = \frac{C_2}{\lambda_e} [\ln B - \ln A]^{-1}, \quad (2)$$

де $C_2=14400$ мкм·К; λ_e – ефективна довжина хвилі; B – параметр, який визначається для відомого значення температури поверхні,

враховує значення коефіцієнту випромінювальної здатності і параметри ТІВС.

За відому температуру T_0 рекомендовано вибирати температуру кристалізації кремнію: 1685 К.

Ефективна довжина хвилі визначається як умовне значення довжини хвилі λ_e монохроматичного випромінювання, дія якого з точки зору формування сигналу еквівалентна дії реального випромінювання, і обчислюється з використанням сигналів $A(\lambda_e, T)$ в спектральному діапазоні $\lambda_1 \dots \lambda_2$ при відомих температурах T_1 і T_2 [5].

На рис. 3 і рис. 4. представлені криві розподілу температури на поверхні рідкої фази, побудовані відповідно до кривих рис.1 та рис.2. З наведених рисунків можна зробити висновки щодо значень перегріву та щільності електронного пучка в вертикальному перерізі.

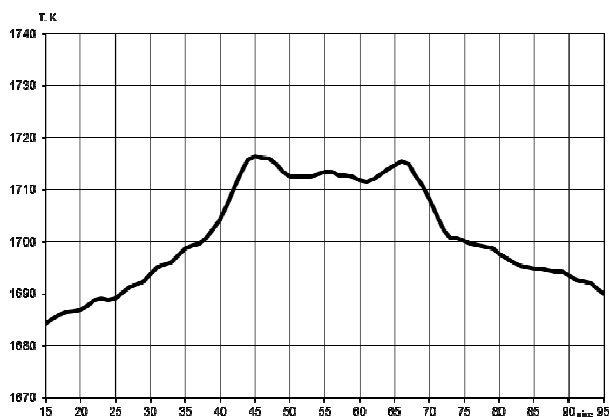


Рисунок 3 – Розподіл температури на поверхні ЗР відповідно до рис.1

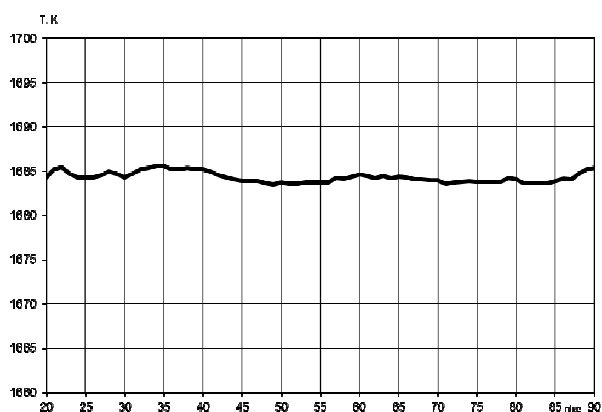


Рисунок 4 – Розподіл температури на поверхні ЗР відповідно до рис.2

З рис. 3 видно, що в даному експерименті в межах ЗР температура поверхні не перевищує

температури плавлення більше, ніж на 30°C.

Теоретична оцінка перегріву поверхні зони розплаву. На стадії розігріву внаслідок дії електронного пучка яскравість власного випромінювання поверхні кристалу в твердій фазі з часом зростає до максимально можливого значення $L_{T_{max}}$, яке визначається формулою

$$L(\lambda)_{T_{max}} = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_T(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_\phi}\right), \quad (3)$$

де T_ϕ – температура на межі фазового переходу.

При температурі поверхні T'_ϕ , яку називають температурою фазового переходу, відбувається перехід з твердої фази в рідку і яскравість миттєво зменшується до значення, яке визначається формулою

$$L(\lambda)_{P_{min}} = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_P(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T'_\phi}\right). \quad (4)$$

Візуально при фазовому переході картина розподілу яскравості поверхні кристалу змінюється — ділянка рідкої фази стає темнішою, відповідно зменшується і сигнал, який нею формується. Вказана обставина пояснюється зміною коефіцієнту випромінювальної здатності кремнію ($\varepsilon_T=0,64$ в твердому стані при температурі, близькій до температури фазового переходу, і $\varepsilon_P=0,46$ в рідкому [6]). Експериментально при фазовому переході зафіксована зміна сигналу $\Delta A = A_{max} - A_{min} = 38$ одиниць, що практично співпадає з розрахунковим значенням зміни сигналу, яке можна оцінити за формулою $\Delta A_p = A_{max}(1 - \varepsilon_P/\varepsilon_T) = 39$ одиниць.

При подальшому нагріві температура рідкої фази підвищується, а її яскравість в кожний момент часу визначається формулою

$$L(\lambda)_p = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_P(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_p}\right), \quad (5)$$

де T_p — поточне значення температури рідкої фази.

При цьому форма кривої яскравості поверхні рідкої фази відтворює розподіл щільності електронів у перерізі електронного пучка, а максимальне значення яскравості поверхні $L_{p_{max}}$ у рідкій фазі обмежене потужністю електронного пучка.

Представлені матеріали можна використати для оцінки максимально можливого перегріву. Скористаємось формулами (3) і (5) і уявимо, що

в деякий момент часу яскравості твердої і рідкої фаз зрівнялися, тобто справедливе співвідношення

$$\varepsilon_T(\lambda_e) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda_e T_T}\right) = \varepsilon_p(\lambda_e) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda_e (T_\phi + \Delta T_n)}\right), \quad (6)$$

де ΔT_n – різниця температур, обумовлена перегрівом.

Після нескладних перетворень, та врахувавши, що $T_\phi \approx T_T$, отримаємо формулу для оцінки максимально можливого перегріву

$$\Delta T_n = \frac{\lambda_e}{C_2} T_0^2 \ln \frac{\varepsilon_m(\lambda_e)}{\varepsilon_p(\lambda_e)}. \quad (7)$$

Оскільки $\varepsilon_T/\varepsilon_p = 1,39$, $T_0 = 1685$ К, $\lambda_e = 0,68$ мкм, то при однакових яскравостях ділянок твердої і рідкої фаз $\Delta T = 60$ К.

В жодному з численних циклів зонної плавки кремнію не було зафіксовано рівності яскравостей ділянок твердої та рідкої фаз, отже отримане значення можна використати як верхню оцінку температури перегріву.

ВИСНОВКИ

Обґрунтована методика експериментального визначення перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію в технології електронно-променевої зонної плавки.

Представлені експериментальні графіки розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу на поверхні рідкої фази у сукупності послідовних виборок та побудовані відповідно до них графіки розподілу температури.

Обґрунтовано аналітичний вираз для оцінки максимально можливого перегріву поверхні рідкої фази кремнію в ході плавки та отримане значення $\Delta T = 60$ К, яке можна використати як верхню оцінку температури перегріву.

1. Мильвидский М.Г. Картавых А.В., Раков В.В. Выращивание монокристаллов из расплавов в условиях космического полёта // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования—2001*, № 9.—С.17-35. 2. Аснис Е.А., Демченко В.Ф., Лесной А.Б. и др. Математическое моделирование тепловых и гидродинамических процессов при электронно-лучевой бестигельной зонной плавке монокристалла кремния в условиях микрогравитации // *Тези доповіді Другої Української конференції з перспективних космічних досліджень—Кацівелі: НККАУ.—2002.—С.115*. 3. Шиллер З., Гайзиг У., Панцер З. *Электронно-лучевая технология: Пер. с нем.—М.: Энергия, 1980.—528 с*. 4. Порев В.А. *Контроль температурного поля зоны плавки // Дефектоскопия—2001*, № 5—с.7-11. 5. Свет Д.Я. *Оптические методы измерения истинных температур—М.: Наука, 1982—296 с*. 6. Allen F.G. *Emissivity at 0.65 Micron of Silicon and Germanium at High Temperatures // Journal of Applied Optics.—1957.—№ 12—P. 1510-1511*.

Поступила в редакцію 03.11.2014р.

Рекомендували до друку: докт. техн. наук, проф. Тимчик Г.С. та докт. фіз.-мат. наук, проф. Галушак М.О.