

05

Определение реального радиуса кристалла из весового сигнала в процессе выращивания способом Степанова (EFG)

© С.Н. Россоленко, Д.О. Стрюков, В.Н. Курлов

Институт физики твердого тела РАН,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: strukov@issp.ac.ru

(Поступило в Редакцию 28 ноября 2014 г.)

Разработан способ определения из весового сигнала реального радиуса кристалла, выращиваемого по способу Степанова (EFG). При выращивании цилиндрического кристалла проведен переходной процесс по изменению его профиля, в ходе которого производился расчет изменяющегося радиуса кристалла. Проведено сравнение расчетного радиуса кристалла с выращенным его профилем.

Введение

Известны работы по определению реального радиуса кристалла из весового сигнала в ходе автоматизированного роста различными вариантами способа Чохральского [1,2]. При автоматизированном выращивании профилированных кристаллов способом Степанова (EFG) с использованием датчика веса [3] также необходимо не только поддерживать заданную функцию изменения программного веса, но и оценивать текущие размеры кристалла и мениска. В случае группового роста такой оценкой могут быть размеры одного воображаемого эквивалентного по скорости нарастания массы цилиндрического кристалла и соответственно кругового мениска.

Целью настоящей работы является определение текущего реального радиуса (эквивалентного) кристалла в автоматизированном процессе, которое основывается на показаниях датчика веса, знании геометрических параметров тепловой зоны, скорости вытягивания кристалла, скорости перемещения тигля.

Расчеты

На рис. 1 схематично изображена зона кристаллизации группового выращивания профилированных кристаллов способом Степанова (EFG) с обозначением необходимых геометрических параметров. Выращивание кристаллов производится из цилиндрического тигля.

Выражение для массы M_d , взвешиваемой датчиком веса, записывается следующим образом [4,5]:

$$M_d = \pi \rho_s \int V_c r_c^2 d\tau + \pi \rho_L r_c^2 h_m - \pi \rho_L a^2 r_c \sin \Theta + \pi \rho_L a^2 R_{d,c} \sin \Theta_d + \pi \rho_L R_{d,c}^2 H_d, \quad (1)$$

где

$$H_d = \frac{-b + \pi R_T^2 (H_{d,b,0} - \int V_T d\tau) - S_{d,c} (H_d + h_{d,c})}{\pi R_T^2 - S_d - S_{d,c}} + h_d + h_{d,c},$$

где

$$b = \frac{M_0 - M_d}{\rho_L} + h_m S_c + \frac{1}{2} a^2 (-\Gamma_c \sin \Theta_c + \Gamma_{d,c} \sin \Theta_d),$$

где r_c — реальный радиус (эквивалентного) кристалла, V_c — скорость вытягивания кристалла, V_T — скорость перемещения тигля (которая считается положительной при перемещении вверх, т.е. при надвигании тигля на формообразователь), ρ_s — плотность кристалла, ρ_L —

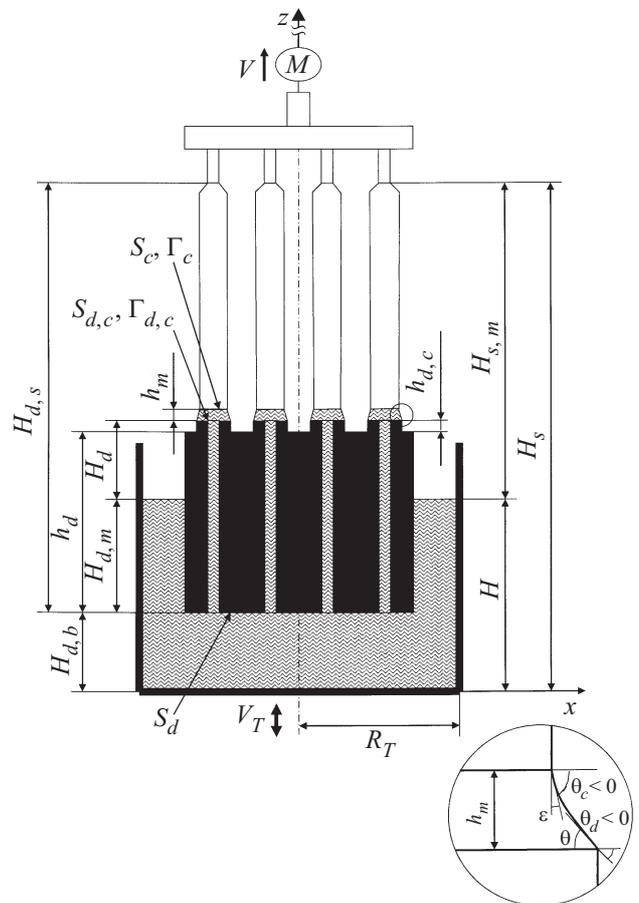


Рис. 1. Схема выращивания кристаллов по способу Степанова (EFG).

плотность расплава, h_m — средняя высота менисков кристаллов, $R_{d,c}$ — радиус (эквивалентных) рабочих кромок формообразователя, R_T — радиус тигля, H_d — внешнее статическое давление — разность между положением рабочих кромок формообразователя и положением уровня расплава ($H_d > 0$ — положительное значение H_d здесь принимается для удобства расчетов), S_c — площадь поперечного сечения растущих кристаллов на фронте кристаллизации, $S_{d,c}$ — площадь рабочих кромок формообразователя, S_d — площадь основания формообразователя с учетом капиллярных разрезов, a — капиллярная постоянная, Γ_c — длина контура поперечного сечения кристаллов на фронте кристаллизации, $\Gamma_{d,c}$ — длина контура поперечного сечения рабочих кромок формообразователя, ε — угол роста расплавленного материала, Θ_c — средний угол наклона менисков на трехфазной точке, Θ_d — средний угол контакта основания менисков с рабочей поверхностью формообразователя, $H_{d,b,0}$ — начальное значение величины, $H_{d,b}$ — начальное расстояние от основания формообразователя до дна тигля, h_d — высота формообразователя за вычетом высоты рабочих кромок, $h_{d,c}$ — высота рабочих кромок формообразователя, M_0 — начальная масса кристаллической шихты в тигле.

Дифференцируя выражение (1), находим скорость \dot{M}_d изменения измеряемого весового сигнала:

$$\dot{M}_d = \frac{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c})}{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}) - \pi R_{d,c}^2} g - u - w, \quad (2)$$

где

$$g = \pi \rho_S V_c r_c^2 + 2\pi \rho_L h_m r_c \dot{r}_c + \pi \rho_L r_c^2 \dot{h}_m - \pi \rho_L a^2 \dot{r}_c \sin \Theta_c - \pi \rho_L a^2 r_c \dot{\Theta}_c \cos \Theta_c + \pi \rho_L a^2 R_{d,c} \dot{\Theta}_d \cos \Theta_d,$$

$$u = \frac{\pi \rho_L a^2 S_c R_{d,c}^2 \dot{h}_m - \pi^2 R_{d,c}^2 R_T^2 V_T \rho_L}{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}) - \pi R_{d,c}^2},$$

$$w = \frac{\frac{1}{2} \pi \rho_L a^2 R_{d,c}^2 (-\dot{\Gamma}_c \sin \Theta_c - \Gamma_c \dot{\Theta}_c \cos \Theta_c + \dot{\Gamma}_{d,c} \sin \Theta_d + \Gamma_{d,c} \dot{\Theta}_d \cos \Theta_d)}{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}) - \pi R_{d,c}^2}.$$

Выражение (2) является в неявном виде дифференциальным уравнением второго порядка относительного реального радиуса r_c кристалла, которое и необходимо численно решать в реальном времени процесса роста кристаллов. Однако из-за существующих шумов в весовом сигнале, на который оказывают влияние процессы в зоне кристаллизации, это практически неосуществимо, так как вычисление и первой, и тем более второй производной реального радиуса только многократно усилит погрешности в расчетах.

Но при выращивании кристаллов способом Степанова (EFG) вследствие зацепления мениска за кромки формообразователя, как правило, высота и масса мениска малы при достаточно большой скорости вытягивания кристаллов. Поэтому влияние колебаний формы мениска

на общий весовой сигнал достаточно мало по сравнению с вкладом самого растущего кристалла. Кроме того, в автоматизированном процессе, если он хорошо оптимизирован, отклонения размеров мениска и кристалла от программных величин также достаточно малы. Поэтому тем более основной вклад в изменяющийся весовой сигнал вносит сам кристалл, а не мениск.

В силу вышесказанного уравнение (2) можно упростить до следующего выражения:

$$\dot{M}_d \approx \frac{\pi \rho_S V_c (\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}))}{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}) - \pi R_{d,c}^2} r_c^2 - \frac{\pi^2 R_{d,c}^2 R_T^2 V_T \rho_L}{\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c}) - \pi R_{d,c}^2}, \quad (3)$$

откуда находим выражение для квадрата реального радиуса

$$r_c^2 \approx \frac{(R_T^2 - \frac{1}{\pi} S_d) \dot{M}_d + \pi \rho_L R_T^2 S_{d,c} V_T}{\rho_S (\pi R_T^2 - (S_d - S_{d,c})) V_c}. \quad (4)$$

Как упоминалось выше, принимается $V_T > 0$ при движении тигля вверх.

Эксперимент

Чтобы проверить точность расчета реального радиуса с использованием выражения (4), был поставлен эксперимент, в ходе которого выращивался цилиндрический кристалл сапфира с переходными процессами, изменяющими радиус этого кристалла. Выращивание проводилось на установке индукционного нагрева НИКА, снабженной прецизионным датчиком веса.

Ранее проводился аналогичный эксперимент при выращивании кристалла ниобата лития диаметром 76 mm методом Чохральского [1]. В ходе автоматического роста в определенный момент времени проводилось небольшое скачкообразное увеличение мощности нагрева, что привело вначале к постепенному заужению кристалла, а затем автоматический регулятор вывел профиль кристалла на исходную форму. При этом рассчитывались реальный радиус кристалла, угол наклона профиля и высота мениска.

Как уже упоминалось выше, мениск при выращивании кристаллов способом Степанова (EFG), как правило, имеет очень малую высоту (для сапфира высота мениска расплава 200–300 μm). И при таком скачкообразном увеличении мощности возможно подплавление кристалла, несмотря на достаточно большую скорость вытягивания. И очевидно, что в этом случае нельзя использовать выражение (4) для расчета реального радиуса.

Поэтому был выбран иной путь. При стационарном росте кристалла был уменьшен программный радиус на 1 mm (с 6 до 5 mm). А затем, когда он был приблизительно достигнут, было произведено увеличение программного радиуса на 1 mm (с 5 до 6 mm).

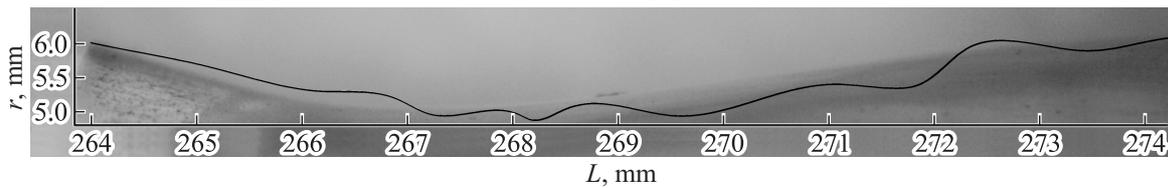


Рис. 2. Профиль переходного процесса на кристалле сапфира и расчетная кривая реального радиуса.

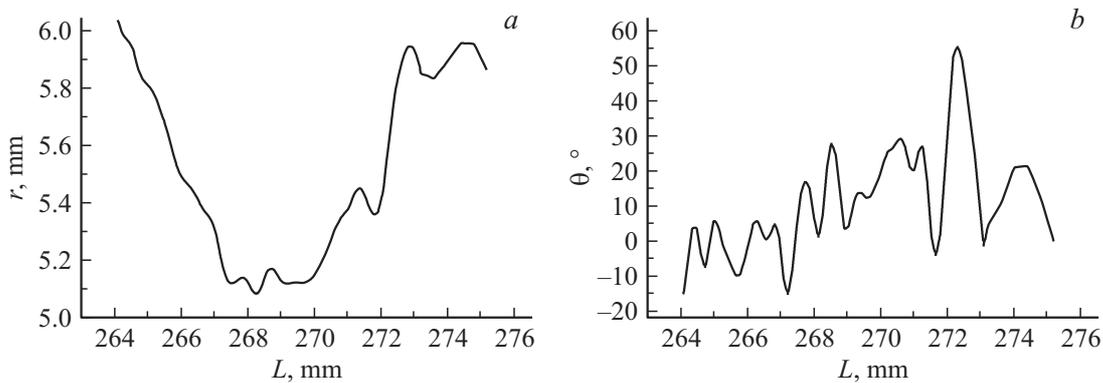


Рис. 3. Расчетные кривые: *a* — реального радиуса кристалла, *b* — угла наклона мениска в трехфазной точке.

Форма полученного кристалла и расчетная кривая реального радиуса представлены на рис. 2. Расчет реального радиуса производился согласно выражению (4), дополненному программным аналогом RC-фильтра с небольшим характеристическим временем фильтрации — 2 min. Как видно из рис. 2, выражение (4) удовлетворительно описывает форму кристалла. Небольшие отклонения расчетной кривой от формы кристалла обусловлены наличием шумов как в весоизмерительной системе, так и в самой зоне кристаллизации.

На рис. 3 эта же расчетная кривая реального радиуса дополнена расчетной кривой угла наклона профильной кривой мениска в трехфазной точке относительно вертикали (с учетом угла роста, который для сапфира составляет 13° [6,7]). Как видно, в этой кривой присутствуют большие шумы, так как угол наклона связан с производной расчетного радиуса. А вычисление производных в реальных процессах всегда приносит дополнительные шумы. При расчете угла наклона специально не производилась дополнительная фильтрация, чтобы не было большого отставания расчетной кривой от реальных значений угла наклона.

Заключение

Разработан способ определения реального радиуса (эквивалентного) кристалла из весового сигнала в процессе роста методом Степанова (EFG). Эксперимент с реализацией переходного процесса показал удовлетворительное качество оценивания формы растущего кристалла. Это позволяет анализировать состояние зоны кристаллизации без использования оптической системы,

что особенно необходимо при групповом выращивании кристаллов. Кроме того, знание реального радиуса кристалла в ходе роста может применяться в автоматизированной системе регулирования процессом выращивания в качестве источника информации о зоне кристаллизации.

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФИ № 13-03-01177.

Список литературы

- [1] Rossolenko S.N., Pet'kov I.S., Kurlov V.N. Red'kin B.S. // J. Crystal Growth. 1992. N 116. P. 185–190.
- [2] Winkler J. Ph. D. Thesis „Beitraege zur Regelung des Czochralski-Kristallzuechtungsprozesses zur Herstellung von Verbindungshalbleitern“, 2007. 155 P.
- [3] Kurlov V.N., Rossolenko S.N. // J. Crystal Growth. 1997. N 173. P. 417–426.
- [4] Rossolenko S.N. // J. Cryst. Growth. 2001. N 231. P. 306–315.
- [5] Россоленко С.Н., Стрюков Д.О., Курлов В.Н. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 6. С.
- [6] Satunkin G.A. // J. Cryst. Growth. 2003. N 255. P. 170–189.
- [7] Kuandykov L.L., Antonov P.I. // J. Cryst. Growth. 2001. N 232. P. 852–861.