

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение  
высшего образования  
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Институт космических и информационных технологий  
Кафедра «Системы автоматики, автоматизированное управление  
и проектирование»

УТВЕРЖДАЮ  
Заведующий кафедрой  
\_\_\_\_\_ С.В. Ченцов

«\_\_\_\_» \_\_\_\_ 2021 г.

## **БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

15.03.04 «Автоматизация технологических процессов и производств»

### **АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ УСТАНОВКОЙ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО**

Руководитель \_\_\_\_\_ 06.2021 г. О.В. Дрозд

Консультант \_\_\_\_\_ доцент, канд. техн. наук  
Д.В. Капулин

Выпускник \_\_\_\_\_ 06.2021 г. И.Ю. Ладченко

Нормоконтролер \_\_\_\_\_ 06.2021 г. Т.А. Грудинова

Красноярск 2021

## **РЕФЕРАТ**

Выпускная квалификационная работа по теме «Автоматизированная система управления установкой выращивания монокристаллического кремния методом Чохральского». Содержит 67 страниц текстового документа, 32 рисунка, 21 таблицу, 17 использованных источников, 0 приложений.

**ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ, ПЕЧЬ ЧОХРАЛЬСКОГО,  
МЕТОД ЧОХРАЛЬСКОГО, ФСА ПЕЧИ ЧОХРАЛЬСКОГО,  
МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ, SIMULINK, IFIX, SCADA.**

Цель данной работы заключается в обеспечение управления процессом выращивания монокристаллов в автоматизированном режиме с использованием программного имитатора технологического процесса. Для выполнения работы была произведена разработка АСУ блока насосной системы, печи Чохральского и функциональная схема автоматизации, а также создание математической модели в пакете *Simulink* и создание *SCADA*-системы.

При выполнении были задействованы следующие программные продукты: *Microsoft Visio 2013*, *Matlab R2020b*, *Proficy iFIX 5.8*.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	3
1 Описание технологического процесса автоматизации выращивания монокристаллов кремния.....	4
1.1 Общие сведения о материалах микроэлектроники .....	4
1.2 Классификация материалов микроэлектроники .....	5
1.3 Требования к полупроводникам материалам .....	6
1.3.1 Германий .....	8
1.3.2 Кремний.....	9
1.4 Полупроводниковые соединения.....	11
1.5 Материалы для легирования полупроводников и изготовления электродных выводов .....	13
1.5.1 Акцепторные элементы .....	13
1.5.2 Донорные элементы .....	16
1.6 Метод направленной кристаллизации из расплавов.....	18
1.7 Описание вакуумной системы откачки воздуха .....	29
2 Решение задач автоматизации технологического процесса.....	32
2.2 Описание системы автоматизированного управления установкой выращивания монокристаллов кремния методом Чохральского .....	32
2.3 Перечень контролируемых и управляемых параметров АСУ .....	35
2.4 Структурная схема АСУ установкой выращивания монокристаллов кремния .....	42
2.5 Методика расчета основных параметров процесса направленной кристаллизации расплава .....	43
3 Экспериментальные исследования предложенных средств автоматизации процесса.....	50
3.1 Примеры реализации процедуры расчета основных параметров технического процесса выращивания легированных монокристаллов .....	50
3.2 Результаты программирования процесса кристаллизации .....	59
Заключение .....	65
Список использованных источников .....	66

## **ВВЕДЕНИЕ**

Автоматизированные системы управления технологическими процессами (АСУ ТП) предназначены для выработки и реализации управляющих воздействий на технологический объект управления и представляют собой человеко-машинные системы, обеспечивающие автоматизированный сбор и обработку информации для оптимизации управления технологическим объектом в соответствии с принятыми критериями.

На данном этапе стремительного развития промышленной отрасли, металлургии проводников, нельзя обойтись без производства монокристаллов кремния. Он используется в производстве фотоэлектрических преобразователей и твердотельных электронных приборов. Производство такого незаменимого вещества будет нужно в больших масштабах ещё долгое время, но это будет невозможно без систем автоматики. Благодаря им возможно ускорить производство, уменьшить количество ошибок от человеческого фактора, увеличить количество отпускаемой продукции, и соответственно увеличить количество прибыли производства.

Цель данной работы заключается в обеспечение управления процессом выращивания монокристаллов в автоматизированном режиме с использованием программного имитатора технологического процесса. Задача сформирована следующим образом: необходимо разработать имитационную модель системы автоматизированной печи выращивания монокристаллического кремния методом Чохральского, математическая модель которого будет приближена к реальной системе. Также необходимо обеспечить связь модели и *SCADA*-системы с помощью *OPC*-сервера.

# **1      Описание технологического процесса автоматизации выращивания монокристаллов кремния**

## **1.1    Общие сведения о материалах микроэлектроники**

Полупроводник – это материал, который занимает по проводимости место между проводниками и диэлектриками, так же он отличается от проводников проводимостью, которая сильно зависит от концентрации содержащихся в веществе примесей, а так же температуры и возможном воздействии видов различного излучения. Главное свойство полупроводников – это увеличение электропроводности на повышенных температурах.

В Периодической таблице химических элементов, 12 из которых имеют полупроводниковые свойства: в 3 группе – бор; в 4 – углерод, кремний (используемая в качестве основного материала), германий (используемая в качестве основного материала), олово, в 5 - фосфор, мышьяк, сурьма, в 6 - сера, селен, теллур, в последней, 7 - йод.

Завышенные требования к материалам, связанным с электронными изделиями, с такими как интегральные микросхемы (далее ИС) или же различные приборы, в которых используются полупроводники, предъявляются из за его свойств. Полупроводники используются в устройствах, где важны точность и качество собираемой продукции. Возможность эксплуатации любого материала из серии полупроводников, а так же его пригодность зависит от его химических и физических свойств и параметров. Самые важные свойства для полупроводников, это: электропроводимость и её тип, концентрация, удельное сопротивление, а так же подвижность носителей заряда. Немаловажно уделить внимания к термоэлектрическим свойствам, а так же к теплоты и оптическим свойствам материала.

## 1.2 Классификация материалов микроэлектроники

Для микроэлектронных изделий и полупроводниковых приборов принято использовать материалы, которые по их свойствам и пригодности можно разделить на: основные, конструкционные, вспомогательные и технологические.

Основные материалы являются таких устройств, как: ИС, устройства имеющие электролюминесцентные свойства, солнечные батареи, лазеров, фотоаппаратов и различных изделий микроэлектроники.

Виды материалов, участвующих в производстве изделий микроэлектроники:

- абразивные, применяемые для обработки;
- легирующие, меняющие электрофизические свойства;
- защитные, используемые для защиты от окружающей среды;
- чувствительные, применяемые для изменения внешней структуры, для нанесения рисунка;
- химические, используемые в качестве травителей или растворителей;
- диффузанты, позволяющие создать определенную область диффузии

Вспомогательные материалы создающие условия, для окисления, герметизации, сушки, пайки и т.д.

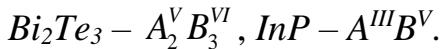
Конструкционные материалы используются как материал для изготовления корпусов, так же к ним относятся: стекло, металлы, пластмассы, керамика и клеи.

По своему химическому составу полупроводниковые материалы подразделяются на две основные категории, это: простые и сложные.

Первые – это химические элементы, основные из которых – кремний (*Si*) и германий (*Ge*), остальные материалы используются как добавки к более сложным соединениям: *C, B, Se, S*.

Вторые – это всевозможные химические соединения, включающие в себя два и более элементов. Такие элементы, как,  $Bi_2Te_3$ , (теллурид висмута)  $GaAs$  (арсенид галлия) и т.п. Наименование всех бинарных соединений называют элемент, чьи свойства выражены слабее. Например, все соединения, содержащие серу, называют сульфидами и т.д.

Буквами латинского алфавита с цифровыми индексами обозначаются объединённые сложные материалы. К таким соединениям относятся:



Индексы атомной доли элементов обозначают символы, входящих в твердые растворы полупроводниковых. К примеру,  $(Ge-Si) - Si_{1-x}Ge_x$  и  $(InAs-InP) - InAs_{1-x}P_x$ .

### 1.3 Требования к полупроводникам материалам

Полупроводниковые материалы имеют ряд требований.

Монокристаллическая структура. Пластины, являющиеся полупроводниковым материалом требуются для изготовления большинства устройств, в которых кристаллическая решетка тела слитка непрерывна и не имеет никаких нарушений по краям слитка. Так же, монокристаллические слитки в виде прутков круглого сечения возможно получить методом направленной кристаллизации расплавов.

Равномерность распределения легирующих добавок. Примеси сплава, способные изменить тип его проводимости (соответственно *p*-тип и *n*-тип проводимости) в полупроводниковых материалах, должны быть равномерно распределены по всему объему монокристаллического слитка. Это требование гарантирует идентичные параметры для всей партии пластин, изготовленных из слитка полупроводникового материала. Так же, это требование позволяет обеспечить производство интегральных схем и полупроводниковых приборов имеющих низкий разброс параметров.

**Атмосферостойкий.** Материалы, сильно устойчивые к воздействиям окружающей среды: кремний, карбид кремния, германий и т.д., но есть пара исключений, материалы, которые несут за собой проблемы, это нестабильные во влажной среде полупроводниковые материалы

**Температуростойкость.** Это свойство материалов, рабочая температура которых могут достигать высоких значений, например верхняя граница температуры, при которой кремний в ИС будет работать без проблем – 180–200°C А вот рабочая температура карбида кремния имеет намного большее значение, которое может достигать 700–800 °C.

**Немаловажным** требованием для транзисторов и ИС является предел частот, который определяется значением подвижности электроном и количеством дырок. Материалы с большим временем жизни носителей заряда для таких устройств подходит больше всего, потому что обладает акцепторными или донорными свойствами.

Эффект Холла используется для производства полупроводников, способных выдерживать большое холловское напряжение, что соответствует требованиям для транзисторов и ИС.

Так же для изготовления термоэлектрических приборов, способных достичь максимальных значений коэффициента эффективности отлично подходят полупроводниковые материалы с низкой теплопроводимостью и высокой электропроводностью.

Материалы с непродолжительным сроком службы неосновных носителей больше всего подходят для изготовления фоточувствительных элементов и фотопреобразователей, они уменьшают их инерцию и повышают эффективность.

Материалы для полупроводниковых лазеров должны быть идеально чистыми с идеальной структурой и иметь высокую подвижность при заданной концентрации заряда.

Главный материал для светодиода – полупроводники, способные излучать рекомбинацию. Поскольку излучаемый свет светодиода, в

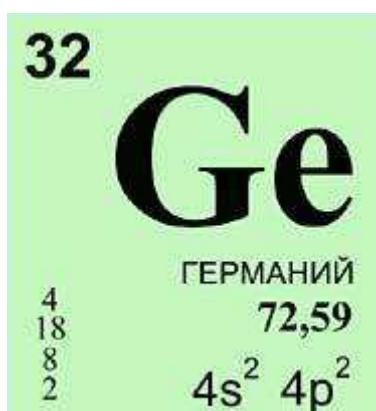
большинстве случаев должен быть видимым, значит спектр излучения очень маленький, нужна точная установка, способная дозировать примесь в идеальных пропорциях.

Количество типов полупроводниковых приборов и ИС очень велико. Поэтому всевозможных электрических параметров очень много, за каждом из них стоит определенное свойства полупроводникового материала.

### 1.3.1 Германий

Один из основных материалов используемый для изготовления монокристаллов – германий (*Ge*), элемент Периодической системы (рисунок 1). Атомная масса 72,58. Температура плавления 936 °C. Плотность при комнатной температуре 5,35 г/см<sup>3</sup>. При плавлении плотность германия скачкообразно увеличивается, что связано с переходом материала из твердого состояния в жидкое. В твердом состоянии германий обладает характерным блеском. Материал очень хрупкий, поэтому его обработка сильно затруднена и возможна только инструментом с алмазным напылением.

Основные технические требования к монокристаллическому германию в России регламентируются ГОСТ 16153-80.



(a)



(б)

Рисунок 1 – Основные свойства атома (а)  
и внешний вид поликристаллического германия (б)

Количество германия в земле очень мало (0,001%). Добыча возможна только в небольших количествах из-за сложности этого процесса, встречается в привычных нам отходах, таких как зола, сажа и угольная пыль.

При температуре, свыше 600°C, кристаллический германий окисляется а при комнатной температуре химически стабилен. Германий можно легко растворить во множестве кислот (смеси азотной и плавиковой, соляной, азотной). Расплавленный германий не взаимодействует с кварцем и графитом, тигли, лодочки, кассеты и другие устройства из кварца и графита широко используются в производстве полупроводников в различных термических операциях.

При производстве полупроводниковых приборов и микросхем используется германий электронного и дырочного типа электропроводности, который имеет удельное сопротивление от 0,0001 до 45 Ом • см (таблица 1).

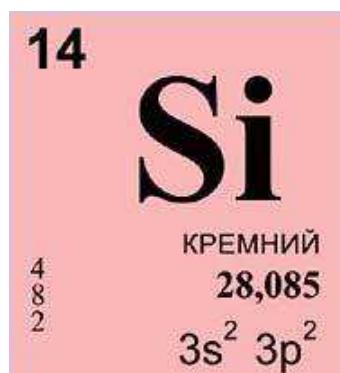
Таблица 1 – Свойства полупроводниковых пластин монокристаллического германия (*EL-CAT Inc.*, США)

Диаметр, мм	Материал	Кристаллическая ориентация	Толщина пластины, мк	Удельное сопротивление, Ом•см
2	<i>Ge:Sb n</i> -типа	[100]	325	1,00–9,00
2	<i>Ge:Ga p</i> -типа	[111]	317	0,01–0,02
3	<i>Ge</i>	[100]	325	>30
3	<i>Ge:Sb n</i> -типа	[100]	150	0,01–0,04
4	<i>Ge:Sb n</i> -типа	[100]	475	0,01–0,020
4	<i>Ge:Ga p</i> -типа	[100]	525	>30

### 1.3.2 Кремний

Это самый распространённый элемент на нашей земле, из рассмотренных в данной работе, основная часть которого содержится в горных породах и минералах. Наиболее распространенным соединением кремния является диоксид кремния SiO<sub>2</sub>, который встречается в природе в виде кварца. Чистый кремний никогда не встретится в природе, кремний имеет требования, регламентируемые в ГОСТ 19658-81.

Второй материал, который можно считать основным, это кремний (Si) – элемент Периодической системы (рисунок 2). Атомная масса кремния 28,08. Температура плавления 1420. Плотность твердого кремния при 20 составляет  $2,32 \text{ г / см}^3$ , а жидкого кремния -  $2,53 \text{ г / см}^3$ . Своей структурой , кремний сильно похож на алмаз, способен на ковалентную связь, которая прочнее германия. Так же, как и германий, элемент, при больших температурах ( $900 - 1200^\circ\text{C}$ ) может окисляться.



(a)



(б)

Рисунок 2 – Основные свойства атома (а)  
и внешний вид металлического кремния (б)

Такие материалы, как кварц и графит, при высоких температурах взаимодействуют с кремнием. При нагревании кремния до  $200 - 700^\circ\text{C}$ , он способен на реакцию с галогенами, тем самым образуя новое соединение – галогенид кремния, а если поднять температуру ещё выше, до  $1100^\circ\text{C}$ , то кремний соединяется с азотом и углеродом,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и  $\text{SiC}$ . Для обработки кремния используют смеси азотной и плавиковой кислот, а также  $\text{KOH}$ ,  $\text{NaOH}$ .

Таблица 2 – Свойства полупроводниковых пластин монокристаллического кремния (*EL-CAT Inc.*, США)

Диаметр, мм	Материал	Кристаллическая ориентация	Толщина пластины, мк	Удельное сопротивление, Ом·см
12,7	<i>Si</i>	[100]	127	>10000
25,4	<i>Si: P n</i> -типа	[100]	475	1900–2400
50,8	<i>Si: B p</i> -типа	[110]	279	>1000
76,2	<i>Si: B p</i> -типа	[110]	325	100–200
101,6	<i>Si: P n</i> -типа	[111]	1000	0,011–0,013
127	<i>Si: B p</i> -типа	[100]	635	>5000

#### 1.4 Полупроводниковые соединения

Соединения с взаимодействующими элементами из III группы с элементами из V группы создает структуру цинковой обманки.

Основные свойства соединений типа  $A^{III}B^V$  (таблица 3).

Таблица 3 – Свойства соединений типа  $A^{III}B^V$

Свойство	Соединение						
	<i>GaN</i>	<i>GaAs</i>	<i>GaP</i>	<i>InP</i>	<i>InAs</i>	<i>GaSb</i>	<i>InSb</i>
Постоянная решетки, нм	0,31	0,56	0,55	0,59	0,61	0,61	0,65
Плотность, г/см <sup>3</sup>	6,11	5,32	4,07	4,78	5,67	5,65	5,78
Температура плавления, °C	1700	1238	1467	1070	942	710	525
Ширина запрещенной зоны, эВ	3,4	1,43	2,26	1,35	0,36	0,72	0,18
Показатель преломления	2,4	3,6	3,4	3,4	3,5	3,8	4,0
Дизэлектрическая проницаемость	12,2	13,1	11,1	12,4	15,7	14,6	17,7
Подвижность, см <sup>2</sup> /(В·с)							
электронов	300	8800	200	4600	3000	5000	70 000
дырок	100	400	120	150	200	1000	1000

Соединения типа  $A^{II}B^{VI}$  представляют собой сульфиды, селениды и теллуриды некоторых металлов. Химическая связь носит смешанный

ковалентно-ионный характер. Атомы элементов *I* группы (медь, серебро, золото) могут замещать в кристаллической решетке полупроводникового соединения атомы металла (цинк, кадмий) и проявлять акцепторные свойства, а атомы элементов *III* группы (алюминий, галлий, индий) ведут себя как доноры. Соответственно акцепторные и донорные свойства проявляют атомы элементов *V* и *VII* групп, замещающие в решетке полупроводникового соединения атомы халькогенов. Основные свойства соединений типа  $A^{II}B^{VI}$  (таблица 4).

Таблица 4 – Свойства соединений типа  $A^{II}B^{VI}$

Свойство	Соединение					
	<i>CdS</i>	<i>CdSe</i>	<i>CdTe</i>	<i>ZnS</i>	<i>ZnSe</i>	<i>ZnTe</i>
Постоянная решетки, нм	0,58	0,6	0,64	0,54	0,56	0,61
Плотность, г/см <sup>3</sup>	4,8	5,8	5,8	4,1	5,4	6,1
Температура плавления, °C	1750	1264	1041	1780	1520	1239
Ширина запрещенной зоны, эВ	2,5	1,85	1,51	3,74	2,73	2,23
Подвижность, см <sup>2</sup> /(В·с)						
электронов	300	750	1200	140	260	500
дырок	70	20	60	5	15	30

Соединения типа  $A^{IV}B^{VI}$  представляют собой халькогены свинца *PbS*, *PbSe*, *PbTe*, имеющие кубическую кристаллическую решетку. Электрические свойства этих соединений в большой степени зависят от состава. Так, избыток атомов свинца или халькогена вызывает соответственно электронную или дырочную электропроводность. Атомы элементов *I* группы (медь, серебро) замещают в решетке атомы свинца и являются акцепторами, а атомы трехвалентного металла (например, висмута) замещают атомы свинца и являются донорами. Донорные свойства проявляют также атомы элементов *VII* группы (галогены). Основные свойства соединений типа  $A^{IV}B^{VI}$  (таблица 5).

Таблица 5 – Свойства соединений типа  $A^{IV}B^{VI}$

Свойство	Соединение		
	$PbS$	$PbSe$	$PbTe$
Постоянная решетки, нм	0,59	0,61	0,64
Плотность, г/см <sup>3</sup>	7,6	8,1	6,4
Температура плавления, °C	1114	1076	917
Ширина запрещенной зоны, эВ	0,39	0,27	0,32
Подвижность, см <sup>2</sup> /(В·с)			
электронов	600	1200	1800
дырок	600	1000	900

Соединения  $A^{III}B^V$  применяются в основном в изделиях электронной техники, работающих на сверхвысоких частотах. Соединения  $A^{II}B^V$  используются в качестве эффективных люминофоров в видимой области светодиодов, датчиков Холла, модуляторов и др. Соединения  $A^{III}B^V$ ,  $A^{II}B^{VI}$  и  $A^{IV}B^{VI}$  идут на изготовление источников и приемников, света, индикаторов и модуляторов излучений.

## 1.5 Материалы для легирования полупроводников и изготовления электродных выводов

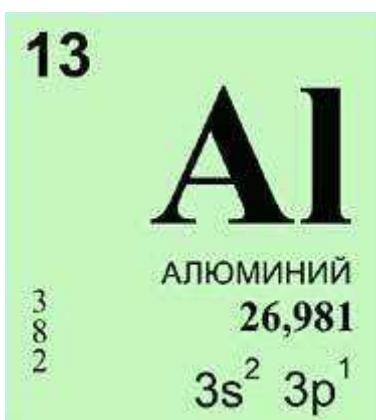
### 1.5.1 Акцепторные элементы

Полупроводниковые материалы после прохождения всех различных видов очистки от посторонних примесей легируют акцепторными или донорными элементами.

Акцепторными элементами для германия и кремния являются алюминий, галлий, бор и индий.

Алюминий Al – металл серебристо-белого цвета, обладающий хорошими механической прочностью и ковкостью, большой коррозионной стойкостью и высокими электро- и теплопроводностью (рисунок 3). Атомная масса 26,98. Плотность при 20 °C равна 2,7 г/см<sup>3</sup>, температура плавления

660 °C. Давление паров при 1200 °C равно 0,13 Па. Основной рудой алюминия являются бокситы.



(а)



(б)

Рисунок 3 – Основные свойства атома (а)  
и внешний вид среза слитка алюминия (б)

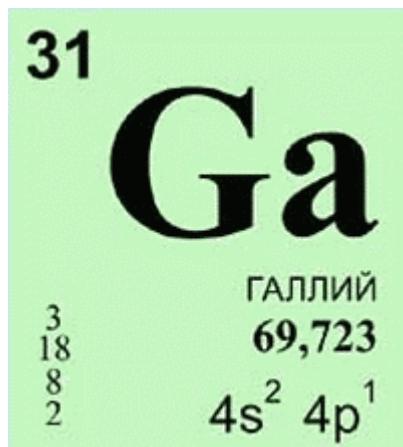
В отличие от предыдущих материалов, алюминий, легко окисляется на воздухе, образуя пленку на поверхности, служащая ему защитой.

Технический алюминий очень чистый (99,9 % ) разъедается соляной кислотой, на алюминий высокой чистоты (99,99 %) соляная кислота не действует. В остальных случаях кислота на алюминий особо не действует. Что бы заставить алюминий хорошо реагировать с металлами, достаточно его расплавить. При высоких температурах, около 1000 °C алюминий легко может сплавиться с такими элементами Периодической таблицы, как графит и кварц.

Галлий *Ga* – твердый и хрупкий блестящий материал с серо-зеленоватым оттенком, имеющий необычную для металлов ромбическую кристаллическую решетку (рисунок 4). Склонен переохлаждению и кристаллизации. Обычно содержится в алюминиевых и цинковых рудах. Атомная масса 69, 72. Плотность при 20 °C равна 5,9 г/см<sup>3</sup>. Температура плавления 30 °C. Давление паров при 572 °C равно  $1,3 \cdot 10^{-5}$  Па.

Как и большинство металлов, галлий не окисляется на воздухе, но только при комнатной температуре. Галлий устойчив в воде, растворяется в

кислотах, а в едких щелочах растворяется медленно. В полупроводниках галлий используется в качестве акцепторной примеси.

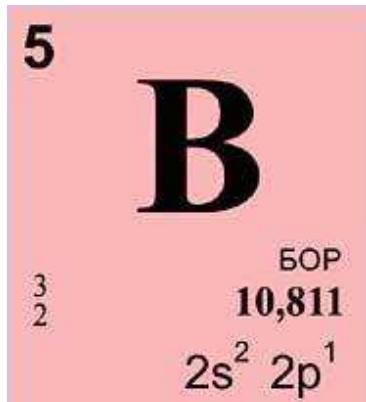


(а)



(б)

Рисунок 4 – Основные свойства атома (а) и внешний вид монокристаллического галлия (б)



(а)



(б)

Рисунок 5 – Основные свойства атома (а) и внешний вид смеси аллотропных форм элементарного бора (б)

Бор *B* бывает двух разновидностей: аморфный в виде порошка бурого цвета и кристаллический в виде кристаллов белого цвета (рисунок 5).

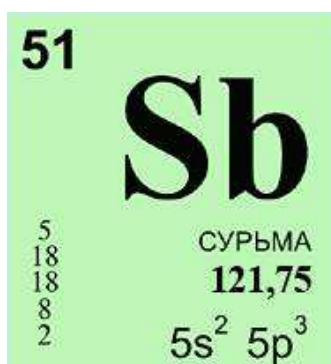
Атомная масса 10,81. Плотность аморфного бора 1,73 г/см<sup>3</sup>, а кристаллического – 2,34 г/см<sup>3</sup>. Температура плавления 2000–2500 °C. Давление паров при 1400 °C равно  $1,3 \cdot 10^{-6}$  Па.

При комнатной температуре бор инертен: не вступает в реакцию с водой, не окисляется на воздухе и не соединяется с другими элементами. При больших температурах, бор намного активнее и его способности к растворимости и окислению возрастают в разы.

### 1.5.2 Донорные элементы

Донорными элементами для германия и кремния являются сурьма, фосфор и мышьяк.

Сурьма *Sb* – хрупкое вещество, легко измельчающееся в порошок. В самородном состоянии встречается редко (рисунок 6). В природе наиболее распространен сурмяный блеск – минерал, из которого добывают сурьму. Атомная масса 121,75. Плотность 6,6 г/см<sup>3</sup>. Температура плавления равна 630 °C. Давление паров при 380 °C равно 1,3·10<sup>-3</sup> Па.



(a)



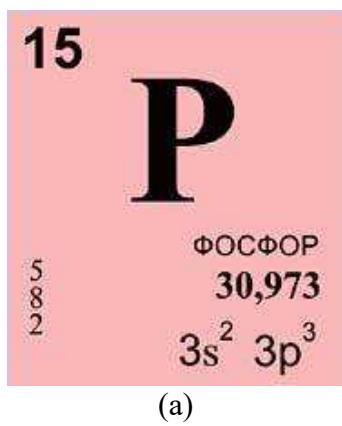
(б)

Рисунок 6 – Основные свойства атома (а)  
и внешний вид кристалла сурьмы (б)

При комнатной температуре сурьма не окисляется, а при нагревании сгорает. Неохотно растворяется во всех кислотах, кроме азотной. Ни в воде, ни в органических растворителях не растворяется. Имеет большое количество сплавов, что влияет на сопротивление к окислению.

Сурьму применяют для легирования германия и кремния. Предельная растворимость сурьмы в германии  $10^{19}$  см $^{-3}$ , а в кремнии  $5 \cdot 10^{19}$  см $^{-3}$ .

Фосфор *P* – элемент, имеющий в свободном состоянии несколько аллотропических форм (рисунок 7), из которых применяют две: красный фосфор и белый. При быстром охлаждении паров фосфора получается белый фосфор, который при хранении на свету самопроизвольно переходит в более устойчивую форму – красный фосфор. В свободном состоянии фосфор в природе не встречается, а содержится в различных минералах. Атомная масса 30,97. Плотность белого фосфора 1,8 г/см $^3$ , а красного 2,3 г/см $^3$ . Температура плавления белого фосфора 44 °С. Красный фосфор, не плавясь, переходит в пар.



(а)



(б)

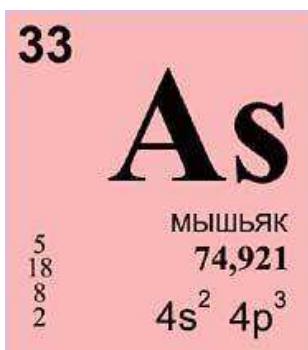
Рисунок 7 – Основные свойства атома (а) и внешний вид порошка красного фосфора (б)

В воде фосфор не растворяется. Наиболее характерен оксид фосфора, представляющий собой белый аморфный порошок без запаха, энергично поглощающий влагу. Поэтому его часто применяют в качестве осушителя.

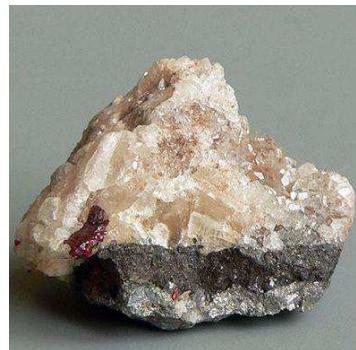
В производстве полупроводников красный фосфор, и его соединения. Фосфор имеет высокую предельную растворимость в германии ( $2 \cdot 10^{20}$  см $^{-3}$ ) и кремнии ( $2 \cdot 10^{21}$  см $^{-3}$ ). Высокая летучесть не позволяет вводить фосфор непосредственно в расплав полупроводника, поэтому используют сплавы.

Фосфор чаще всего используется в качестве основного легирующего донорного элемента для германия и кремния.

Мышьяк As – хрупкое кристаллическое вещество серо-стального цвета, имеющее на изломе металлический блеск, быстро тускнеющий на воздухе (рисунок 8). Атомная масса 74,92. Плотность – 5,7 г/см<sup>3</sup>. Температура плавления в запаянной ампуле приблизительно 820 °С. Давление паров при 300 °С равно 1,3 Па. При нагревании выше 600 °С при атмосферном давлении мышьяк возгоняется, не плавясь.



(a)



(б)

Рисунок 8 – Основные свойства атома (а)  
и внешний вид самородного мышьяка (б)

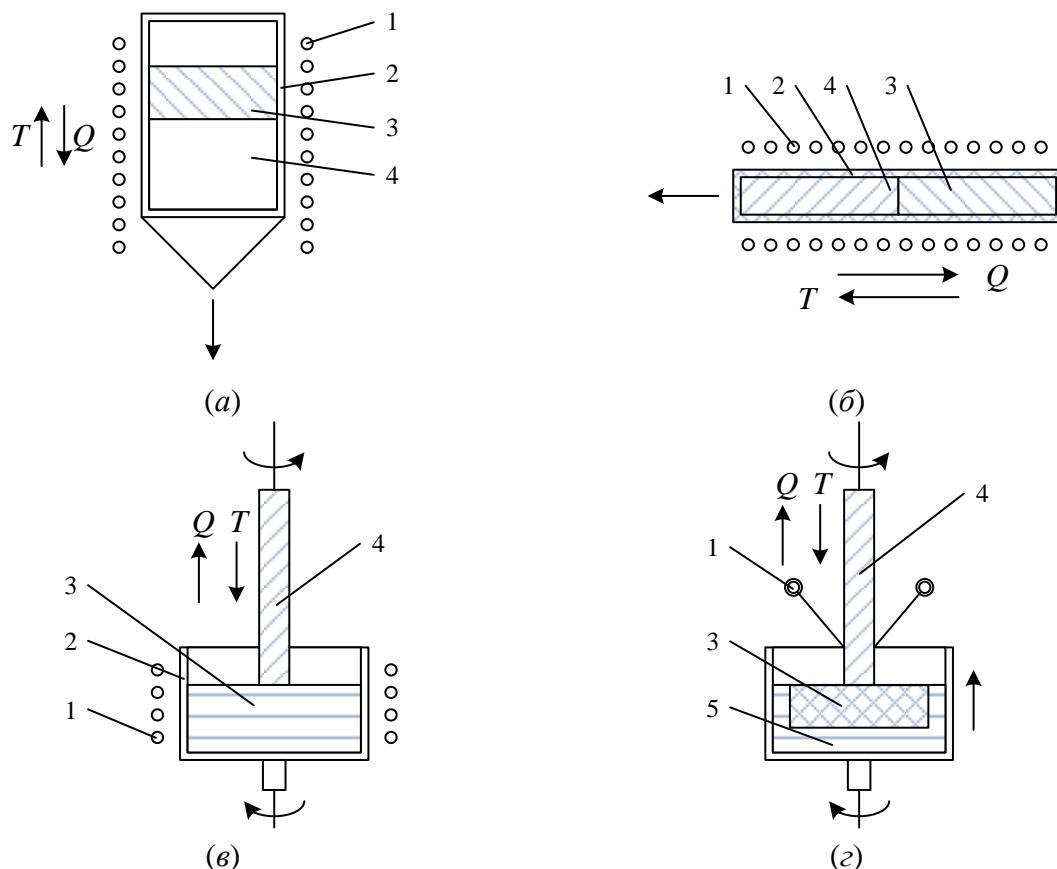
Данный элемент имеет среднюю химическую активность, используется как легирующий донор, поскольку высокой предельной растворимостью в германии ( $2 \cdot 10^{20}$  см<sup>-3</sup>) и кремнии ( $1,8 \cdot 10^{21}$  см<sup>-3</sup>).

## 1.6 Метод направленной кристаллизации из расплавов

К методам направленной кристаллизации, характеризующимся наличием в системе фазовой границы (фрона кристаллизации) и постоянным уменьшением объема расплава в процессе, относятся методы Бриджмена (1882–1961) и Чохральского (1885–1953), и направленной кристаллизации, выражющийся наличием в системе двухфазовой границы (фронт

криSTALLизации и фронт плавления), объем расплава во время протекания процесса называется зонной плавкой или же зонной перекристаллизацией.

Неконсервативная направленная кристаллизация – это система с фронтов кристаллизации в качестве фазовой границы, а консервативная имеет две фазовые границы.



*a, б – вертикальный и горизонтальный методы Бриджмена; в – метод Чохральского;  
 г – метод зонной плавки или перекристаллизации;*

1 – нагреватель (резистивный, высокочастотный, электронно-лучевой); 2 – контейнер (тигель, ампула, лодочка); 3 – расплав; 4 – кристалл; 5 – исходная загрузка

Рисунок 9 – Схемы неконсервативных и консервативных процессов направленной кристаллизации расплавов:

Процесс, без повторной загрузки слитка называется процессом направленной кристаллизации, а процесс, при котором можно несколько раз загрузить слиток – зонная плавка. С помощью зонной плавки добиваются

более чистой продукции, поскольку она позволяет не менять процесс с одно на другой.

Процесс выращивания монокристаллического слитка зачастую происходит с легированием донорной или акцепторной примеси.

Соединения типа  $A^{II}B^V$  образуются благодаря склеиванию чистых исходных веществ.

Полупроводниковые соединения по типу  $A^{II}B^{VI}$  производят при накаливании соответствующих веществ, таких как сера, теллура и селена с металлом.

Полупроводниковые соединения по типу  $A^{IV}B^{VI}$  создают с помощью синтеза, при котором, избыток свинца способен вызывать электронную электропроводность, а избыток  $Se, S, Te$  – дырочную.

Согласно методу Чохральского, монокристалл извлекается с помощью верхнего стержня, на котором закреплена затравка кристалла из ванны расплава, помещенной в тигель, соединенной опорой с нижним стержнем. Отсутствие контакта между растущим кристаллом и стенкой контейнера позволяет получать методом Чохральского ориентированные в требуемом кристаллографическом направлении большие, равномерно легированные и ориентированные в желаемом кристаллографическом направлении.

Система для выращивания монокристаллов полупроводников методом Чохральского должна обеспечивать:

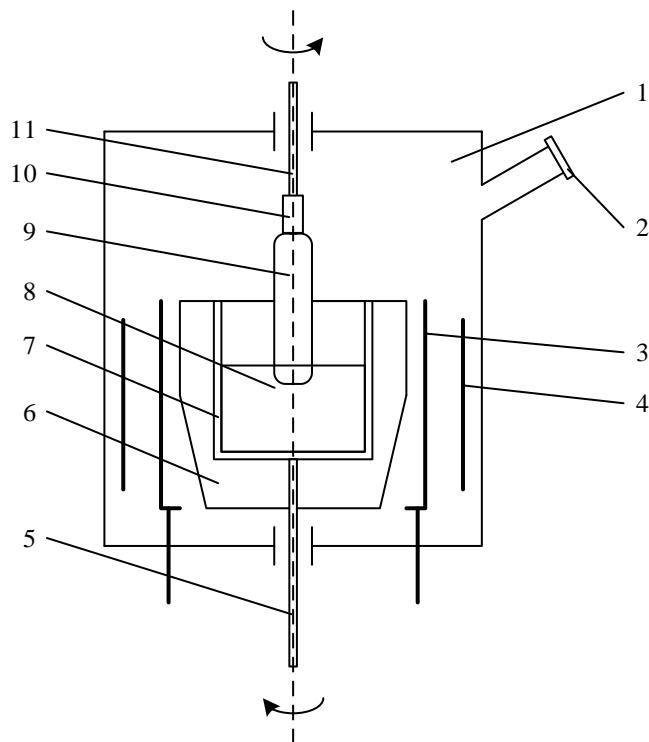
- поддержание в камере остаточного давления;
- стабильность тепловых условий;
- высокую точность поддержания выбранных скоростей перемещения
- отсутствие загрязнений расплава;
- возможность изменения основных параметров процесса;
- отсутствие вибраций.

Камеры в установки для реализации метода Чохральского могут быть газовыми или вакуумными. Газовые используют для работы при нормальном давлении, но возможно и установки с высоким давлением инертного газа.

Три главных части создания кристалла методом Чохральского – это два блока, питание и печь, а так же прилагающийся к нему пульт управления.

Устройство очистки газа и водяных смесей входят в комплект.

Схема установки для выращивания монокристаллов методом Чохральского показана на рисунке 10, примеры коммерчески доступных установок показаны на рисунке 11 и в таблице 6.



1 – рабочая камера, 2 – смотровое окно, 3 – нагреватель, 4 – экран, 5, 11 – штоки для вращения тигля и затравки, 6, 7 – графитовый и кварцевый тигли, 8 – расплав полупроводника, 9 – слиток монокристалла, 10 – затравка

Рисунок 10 – Схема установки для выращивания монокристаллов полупроводниковых материалов из расплава методом Чохральского:

Герметичный корпус печи создает свою атмосферу. Во время процесса выращивания стенки охлаждаются. Для особо любопытных, тут даже есть

окошко Для поддержания безопасности, основные механизмы вынесены за приделы камеры.



(а)



(б)

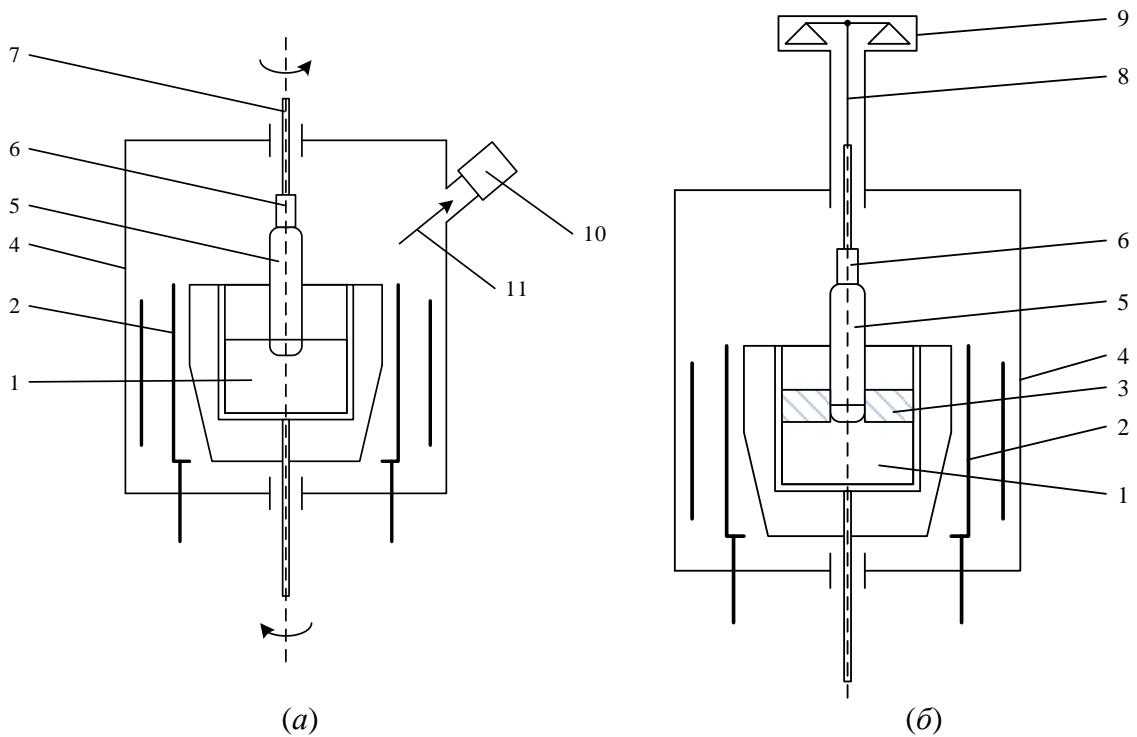
Рисунок 11 – Установки для выращивания монокристаллов полупроводниковых материалов из расплава методом Чохральского SC 22 (а) и SC 24 (б) (PVA TePla AG., ФРГ)

При помощи электропривода, расположенного вне камеры, шток вращается с постоянной частотой. При этом он может перемещаться вверх или вниз для обеспечения оптимального положения тигля с расплавом по отношению к нагревательному элементу. Через уплотнения, расположенные на верхнем конце камеры соосно с нижним штоком, в камеру вводится водоохлаждаемый шток 11. На нижнем конце штока при помощи цангового крепления фиксируется монокристаллическая затравка 10 кристаллизуемого материала. Шток 11 может также перемещаться вверх и вниз с заданной скоростью и вращаться с постоянной частотой. В процессе роста кристалл и тигель с расплавом вращаются в противоположных направлениях.

Таблица 6 – Основные технические характеристики установок для выращивания монокристаллов полупроводников методом Чохральского производства *PVA TePla AG.* (ФРГ)

Модель	<i>CGS-Lab</i>	<i>SC 22</i>	<i>SC 24</i>
Параметры горячей зоны			
Диаметр тигля	до 10 дюймов	до 22 дюймов	до 24 дюймов
Высота тигля	–	до 430 мм	до 430 мм
Начальная загрузка поликристаллическим кремнием	до 8 кг	до 140 кг	до 160 кг
Параметры выращиваемого кристалла			
Диаметр кристалла	до 100 мм	до 230 мм	до 230 мм
Длина кристалла	до 300 мм	до 2800 мм	до 2900 мм
Скорость подачи и вращения			
Скорость вытягивания кристалла		до 10 мм/мин.	
Вращение кристалла		до 35 об/мин.	
Скорость подъема тигля		до 2 мм/мин.	
Вращение тигля		до 35 об/мин.	
Размеры рабочей камеры			
Диаметр рабочей камеры	около 590 мм	около 930 мм	около 980 мм
Высота рабочей камеры	около 1 000 мм	около 1 520 мм	около 1 670 мм
Диаметр запорного клапана	–	304 мм	304 мм
Тип приемной камеры	дверь	замкнутая труба	замкнутая труба
Габаритные размеры			
Высота (открыта)	3 400 мм	8 780 мм	9 500 мм
Высота (закрыта)	3 200 мм	7 350 мм	7 900 мм
Ширина	4 500 мм	3 900 мм	3 700 мм
Глубина	2 100 мм	3 300 мм	4 200 мм
Вес	2 500 кг	8 500 кг	9 300 кг

Сигнал об изменении диаметра растущего монокристалла поступает в систему автоматического управления установкой от системы автоматического регулирования диаметра. Она может работать либо по оптическому принципу, либо по весовому (рисунок 12). Первый, используемый при выращивании монокристалла из открытого расплава, основан на изменении направления излучения от мениска столбика расплава. При изменении диаметра растущего монокристалла луч света от мениска отклоняется, что фиксируется чувствительным фотоэлектрическим датчиком (рисунок 12, а).



1 – тигель с расплавом; 2 – тепловой узел; 3 – флюс, 4 – рабочая камера установки;  
5 – растущий монокристалл; 6 – затравкодержатель; 7 – шток; 8 – гибкая подвеска;  
9 – весоизмерительная головка с динамометрическим датчиком; 10 – оптическая головка с  
фотоэлектрическим датчиком; 11 – направление луча света от мениска столбика расплава

Рисунок 12 – Схемы системы автоматического регулирования диаметра монокристалла полупроводника, выращиваемого методом Чохральского из расплава, имеющего открытую (а) и закрытую флюсом (б) поверхности:

Второй принцип применяется, в тех случаях, когда поверхность расплава покрыта слоем флюса. Растущий монокристалл непрерывно взвешивается с помощью чувствительных тензодатчиков, подключенных к затравочному держателю (рисунок 12, б).

Основная технологическая часть установки - печной агрегат. Он имеет каркас, на котором смонтирована камера с водяным охлаждением, содержащая нагревательный элемент, а также приводы для подъема и вращения затравкодержателя с растущим монокристаллом и тигель с расплавом.

Рабочие камеры установок для выращивания полупроводниковых монокристаллов с водяным охлаждением в большинстве случаев имеют цилиндрическую форму. В мощных установках для выращивания

моноокристаллов кремния основная рабочая камера дополняется шлюзовой камерой. С его помощью, не выключая нагрев тигля, выращенный моноокристалл может быть удален из рабочей камеры, и производить дегрузку в тигель исходного поликристаллического кремния, не нарушая герметичность пространства камеры и охлаждением тигель с остатком расплава. Однако шлюзовое устройство позволяет загружать в тигель только материал в виде стержней.

Тепловой узел, расположенный в камере печного блока, состоит из подставки, нагревателя, тигля и экранной системы. Подставка и нагреватель – графитовые. Материал экранов зависит от характера атмосферы в тепловом узле. Для вакуума экраны изготавливаются из полированных листов жаропрочного металла (например, молибдена), а для газовой атмосфере – из графита или непрозрачного (спеченного) кварца. Толщина дна и стенок подставки существенно влияет на градиенты температуры в расплаве и моноокристалле. Нагревательные элементы обеспечивают боковой и донно-боковой подвод тепла к расплаву в тигле. В первом случае над расплавом создается резкий осевой и плавный радиальный градиент температуры, во втором реализуется обратная задача.

Система создания вакуума создает в рабочей камере печного агрегата установки необходимый вакуум или давление инертного газа или его поток при заданной скорости, что особенно важно для кремниевой технологии, в которой моноокристалл находится при пониженном остаточном давлении циркулирующего инертного газа. Это обеспечивает удаление оксида кремния из зоны кристаллизации, попадание которого в расплав нарушает рост моноокристалла и ухудшает его структуру.

Основными стадиями роста моноокристаллов по методу Чохральского являются следующие (рисунки 13–15):

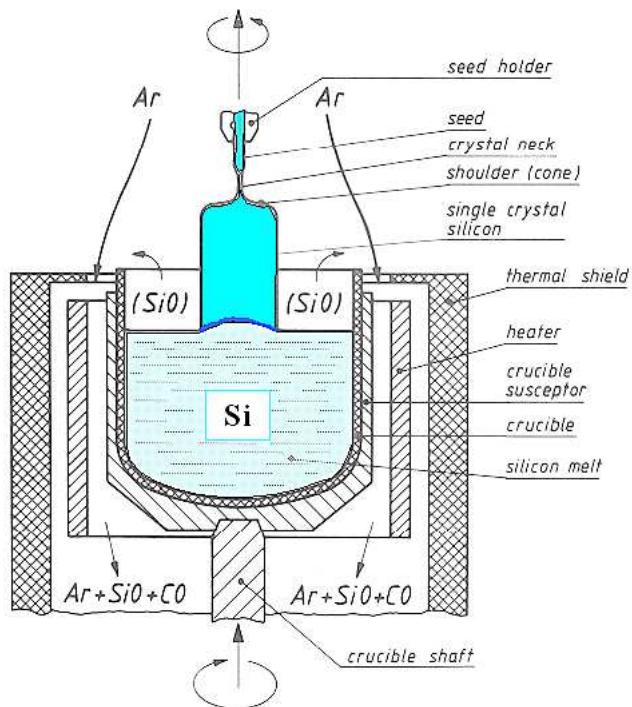


Рисунок 13 – Стадии роста монокристаллов методом Чохральского:  
затравливание выращиваемого монокристалла и выращивание шейки  
криスタлла

- 1) затравливание выращиваемого монокристалла погружением конца затравки в расплав и ее оплавления;
- 2) выращивание шейки кристалла;
- 3) выход монокристалла на диаметр;
- 4) рост цилиндрической части монокристалла;
- 5) формирование обратного конуса перед отрывом выращенного монокристалла от расплава;
- 6) отрыв монокристалла от расплава, понижение температуры нагревателя.

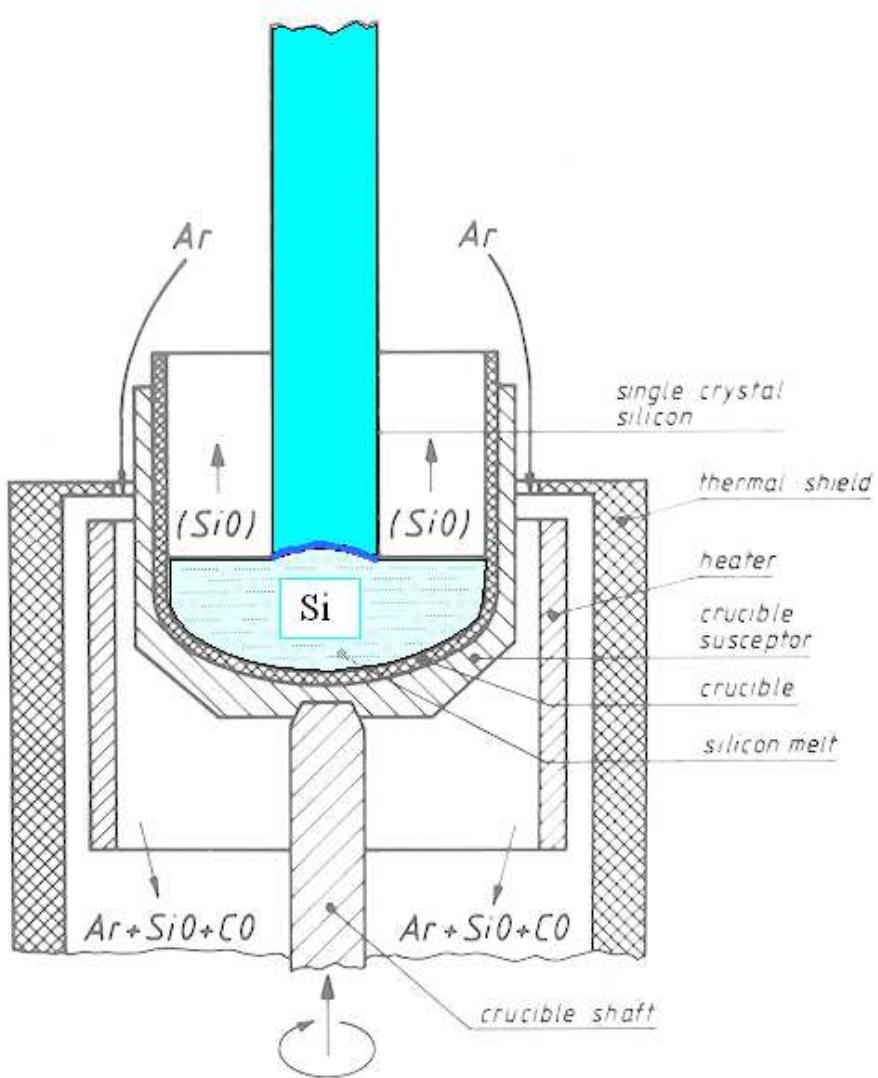


Рисунок 14 – Стадии роста монокристаллов методом Чохральского: выход монокристалла на диаметр и рост цилиндрической части монокристалла

Процесс происходит данным образом: детально протравленный, промытый и высушенный материал загружается в тигель, предварительно очищенную камеру, герметизируя и вакуумируя или продувая чистым инертным газом.

Тигель устанавливают на желаемой высоте относительно нагревателя и врачают. При постепенном увеличении мощности, подаваемой на нагреватель, материал плавится и некоторое время находится в перегретом состоянии.

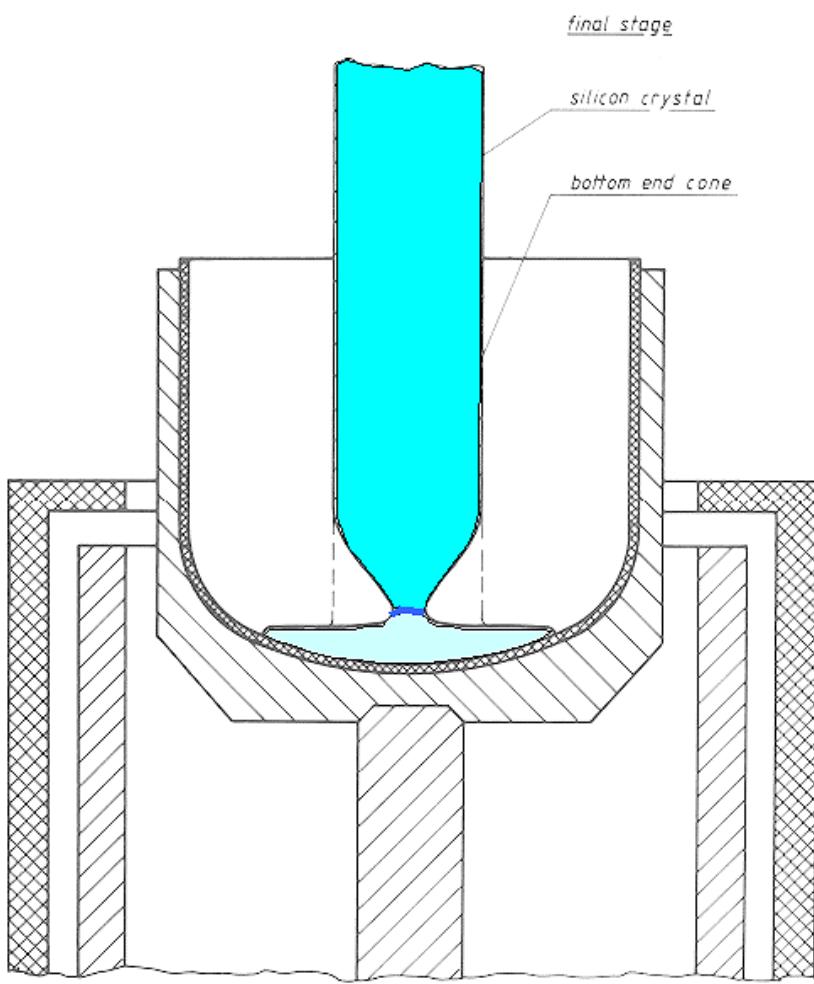


Рисунок 15 – Стадии роста монокристаллов методом Чохральского:  
формирование обратного конуса и отрыв монокристалла

Чтобы предотвратить осаждение летучих примесей на затравке, последняя подводится к зеркалу расплава в горячей зоне. Когда зеркало очищается, срабатывает автоматическая система контроля температуры, которая доводит температуру расплава до значения, немного выше температуры плавления материала. Затравочный материал медленно подводится к зеркалу, конец затравки опускается на 2-3 мм в расплав и шток останавливается. После нагревания затравки в течение 3-5 минут начинают выращивать монокристалл, вытягивая шток с затравкой.

## **1.7 Описание вакуумной системы откачки воздуха**

Высоковакуумные насосы используются вместе с механическими насосами с рабочим давлением системы 103 Торр и менее. Расположение элементов системы зависит от характеристик выполняемой очистки, включая чистоты, время цикла, уровень давления и т. д. В некоторой степени наличие и совместимость компонентов влияет на конструкцию системы. В определенных случаях экономия может определять выбор компонентов и конструкцию системы.

Для максимальной скорости откачки желательно сделать промежуточные соединительные каналы между камерой и входом насоса как можно шире и как можно короче. Количество требуемых ловушек, перегородок или дросселей зависит от желаемого уровня потока технологического газа, чистоты в камере, необходимого уменьшения обратного натекания и миграции пара рабочей жидкости или масла, а также возврата ранее откаченных газов.

Размер оборудования и коллекторов для предварительной откачки определяется длиной линии и минимальным уровнем давления, при котором насос должен работать эффективно, мощностью механического насоса. Кроме того, размер линии предварительного накачки определяется давлением предварительного разряжения и требованиями к уровню возврата в высоковакуумном насосе в условиях дегазации.

Потребность в форвакуумном насосе, который можно использовать для поддержания предвакуумного давления для высоковакуумного насоса, определяется несколькими факторами, включая характеристики предвакуумного давления высоковакуумного насоса, требования к продолжительности цикла, герметизация и конфигурации коллектора. Выбор производительности и типа механического насоса будет зависеть от желаемого рабочего цикла, требований к предвакуумной производительности

и к давлению насоса, а также от рабочих процедур, предлагаемых при откачки системы.

Как правило, в высоковакуумной системе, откаченной до 106 Торр менее чем за полчаса, выделение газа не будет значительным (по сравнению с максимальной производительностью насоса) в начальный период после открытия высоковакуумного клапана. На практике из-за отсутствия точного управления клапаном период между открытием клапана и точкой, в которой достигается давление на входе 0,001 Торр, может быть короче периода, рассчитанного с использованием уравнения. Это происходит из-за расширения воздуха через высоковакуумный клапан в пространство с более высоким вакуумом. Пространство в направлении потока (верхняя часть насоса, перегородка, ловушка, часть клапана) может быть большим по сравнению с объемом камеры. С другой стороны, когда идет значительное газовыделение, насос может быть перегружен на более длительные периоды времени. То же самое верно, если насос слишком мал для объема камеры. С этим можно столкнуться в печах с пористыми изоляционными материалами и в машинах для нанесения покрытий, где большие барабаны с тонкой пластиковой пленки находятся в вакуумной камере. В таких случаях может быть предпочтительным продлить период предварительного вакуумирования перед переключением на откачку высоковакуумного насоса. Когда поток газа почти постоянный, время откачки будет одинаковым независимо от того, прикрыт ли высоковакуумный клапан или полностью открыт. Как правило, высоковакуумные клапаны должны открываться медленно, чтобы минимизировать турбулентность и десорбцию частиц на входе. Движение обычных пневматических клапанов можно до определенной степени контролировать. Могут быть изготовлены специальные устройства управления клапанами либо для поддержания примерно постоянного потока газа при первоначальном открытии, либо для включения / выключения прерывания работы. Когда клапан почти закрыт, он действует как перегородка.

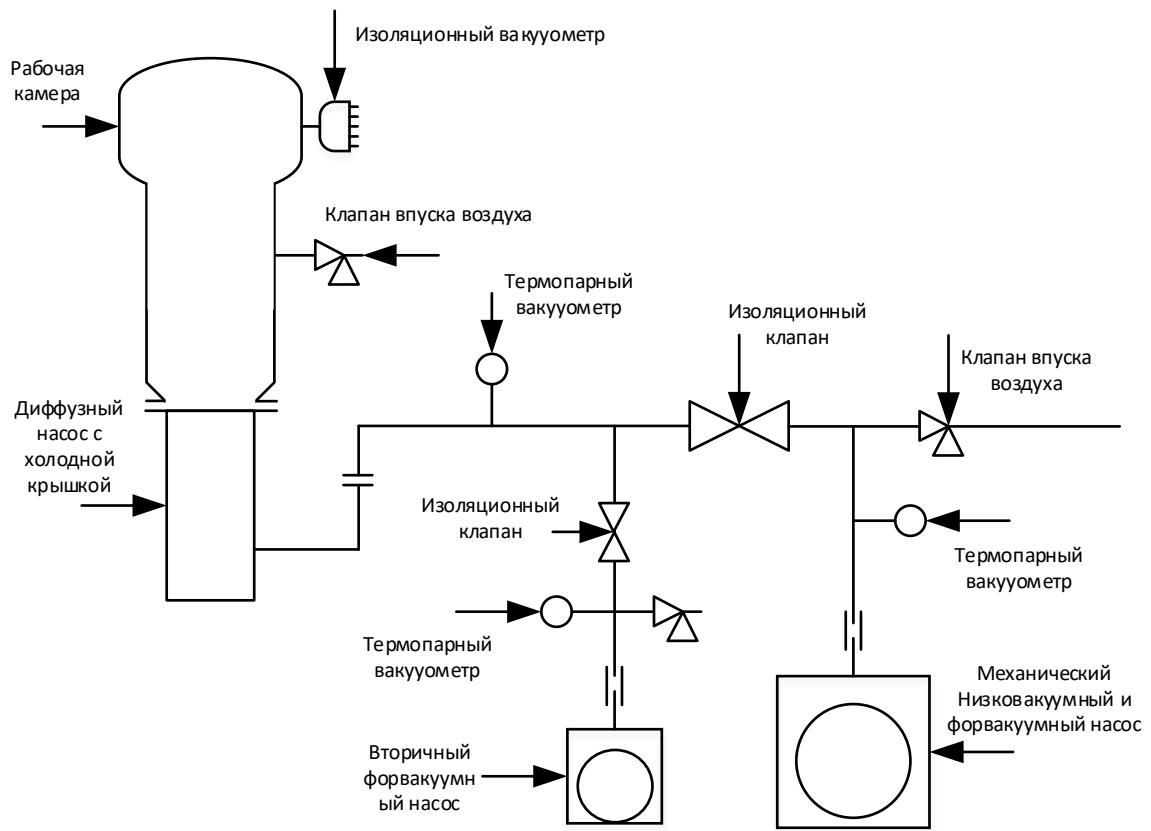


Рисунок 16 – Схема бесклапанной вакуумной системы

На рисунке 16 изображена схема бесклапанной вакуумной системы использующаяся в большинстве печей Чохральского.

## **2      Решение задач автоматизации технологического процесса**

### **2.2    Описание системы автоматизированного управления установкой выращивания монокристаллов кремния методом Чохральского**

Что бы реализовать обмен данными, между рабочем местом оператора, и его дальнейшей автоматизации, и *SCADA*-системой, воспользуемся любой доступной в свободном доступе программой по реализации *SCADA*-систем.

Очень хорошим решением будет воспользоваться демонстрационным вариантом программным обеспечением *Proficy iFIX 5.8*, работающая без всяких ограничений по функционалу, кроме ограничений по времени.

С помощью утилиты *Intellution WorkSpace*, среды *Proficy iFIX 5.8*, создаем графический интерфейс оператора (рисунок 17)

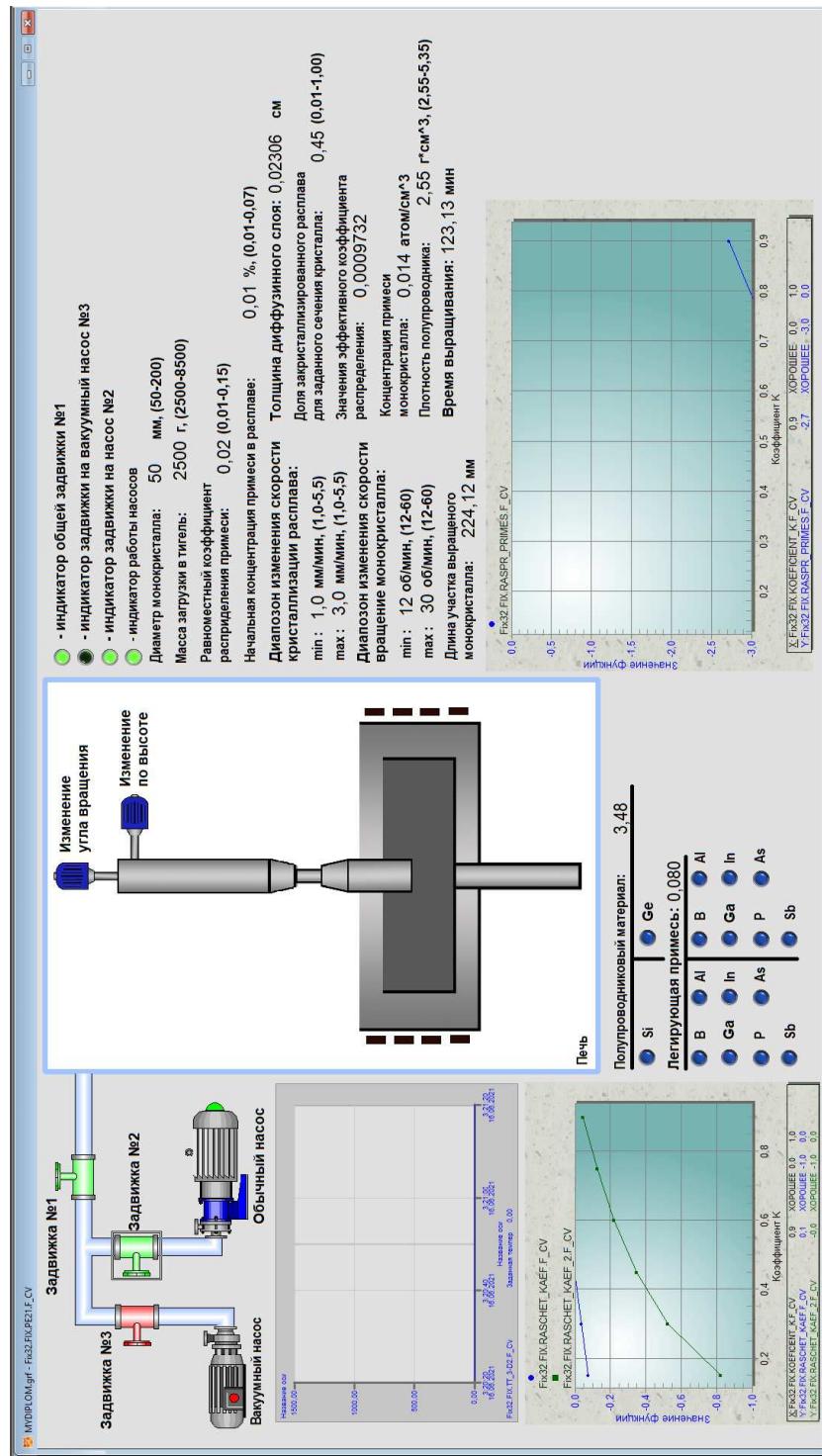


Рисунок 17 – Интерфейс установки выращивания монокристаллов кремния

Функциональная схема автоматизации является основным техническим документом, определяющим функциональную структуру и объем автоматизации технологического процесса выращивания.

На функциональной схеме (рисунок) изображен процесс выращивания монокристаллов кремния с соответствующими приборами и средствами автоматизации

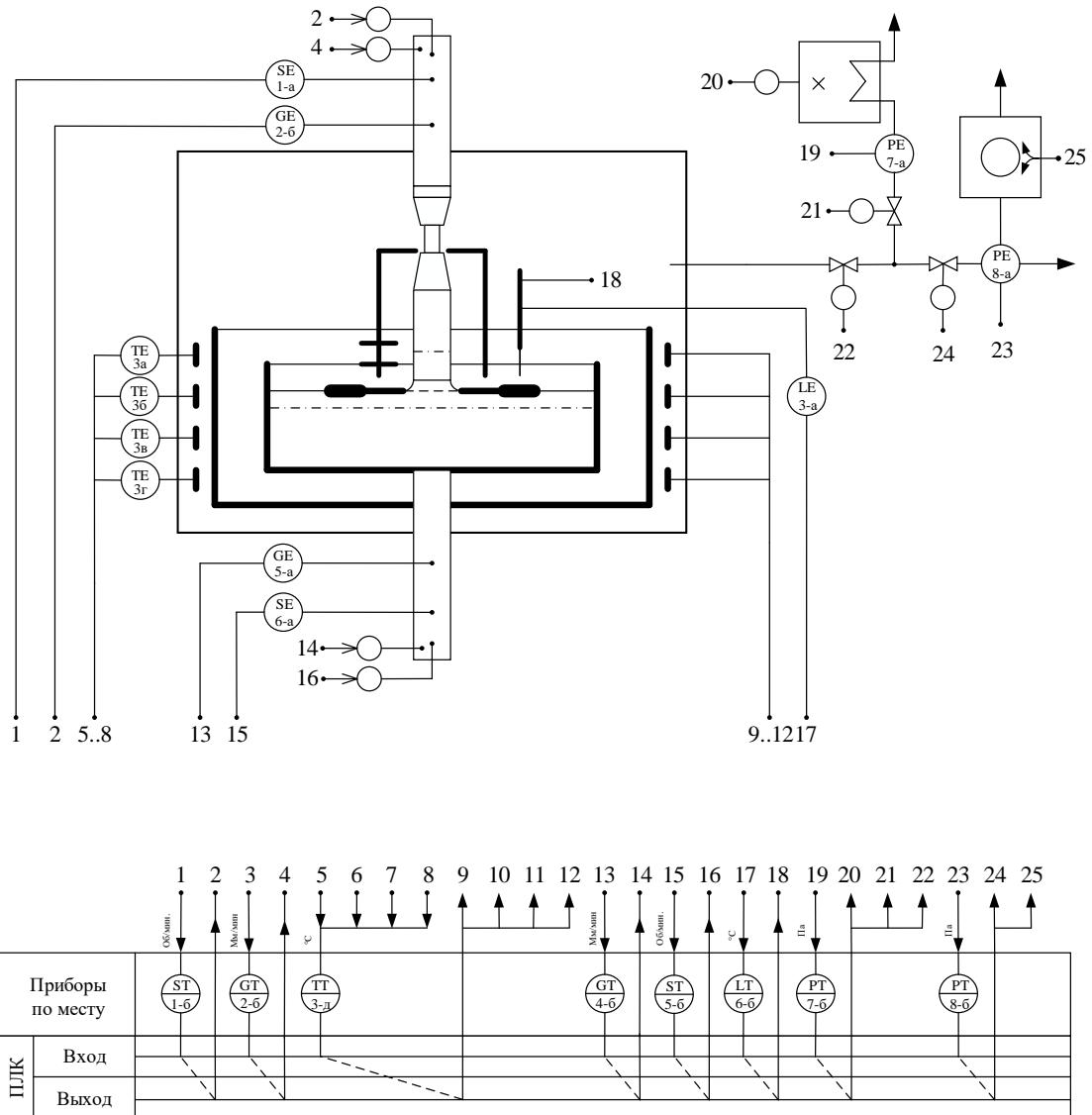


Рисунок 18 – Функциональная схема автоматизации

Для реализации температуры используется следующие технические средства: (3 а – д) – нагревательный элемент, для реализации перемещения тигля: (1 а – б) и (6 а – б) двигатель вертикального перемещения, (2 а – б) и

двигатель вращения (5 а – б), управление насосной станцией (7 а – б) и (8 а – б), контроль уровня роста (3 а – б).

### **2.3 Перечень контролируемых и управляемых параметров АСУ**

С помощью инструмента программного обеспечения *Proficy iFix 5.8*, для создания и управления базами данных воспользуемся утилитой *Database Manager*. Эта программа позволяет редактировать, экспортить, импортировать и открывать базу данных *SCADA*-узлов.

База данных представляет собой электронную таблицу, с возможностью её редактирования в привычном на программном обеспечении *Microsoft Excel*, эта таблица представляет собой набор строк, каждая из которых соответствует единице информации, которая хранится в базе данных, иначе – блоку, а колонка – полю.

Каждый из блоков имеет тип, используемые в работе: *AI* – аналоговый ввод, *AO* – аналоговый вывод.

Что бы добавить новый блок в базу данных, воспользуемся командой «Добавить» или двойным щелчком по свободному полю вызовем диалоговое окно «Выбор типа блока» (рисунок 19). Где увидим список всех доступных типов блоков.

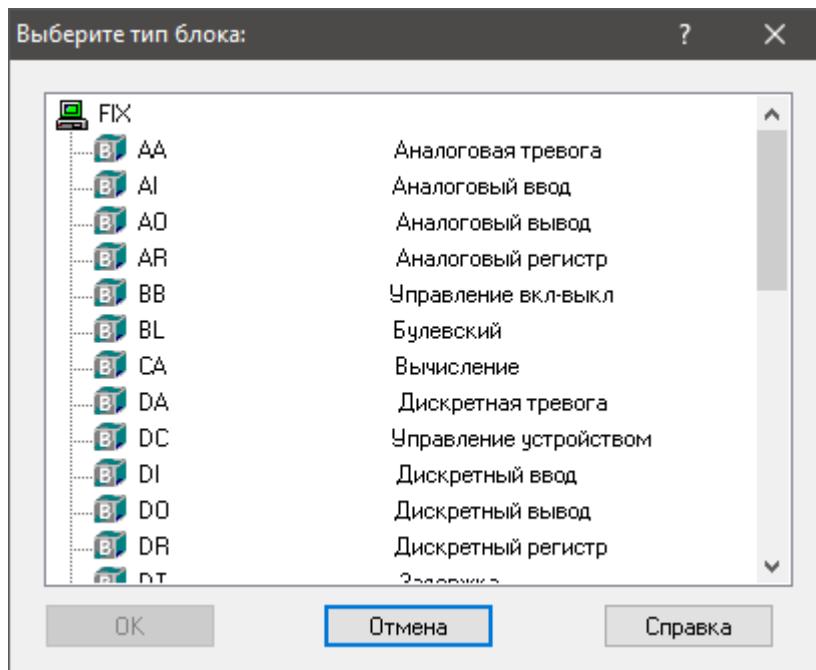


Рисунок 19 – Диалоговое окно «Выбор типа блока»

Для рассматриваемой системы средствами *iFix 5.8* была создана база данных, состоящая из 32 блока (таблица 7). Включающая в себя 29 блоков типа *AO* (аналоговый вывод) и 3 блока типа *AI* (аналоговый ввод).

Таблица 7 – База данных системы диспетчеризации автоматизированной системы управления печью

Тип	Имя тега	Описание	Минимальное значение	Максимальное значение
AI	PE24	Задвижка №3	0	1
AI	PE22	Задвижка №1	0	1
AI	PE21	Задвижка №2	0	1
AO	GT_2-B2	Пройденное расстояние стержня	0	100,00
AO	ST_1-B2	Сколько градусов прошёл стержень	0	3 600,00
AO	TT_3-D2	Заданная температура нагревателя	0	1 500,00
AO	KNOPKA	Кнопка включения автоматической откачки	0	1
AO	ST_1-B1	Скорость вращения стержня	0	10

Продолжение таблицы 7

Тип	Имя тега	Описание	Минимальное значение	Максимальное значение
AO	TT_3-D1	Задаваемая температура нагревателя	0	1 500,00
AO	GT_2-B1	Скорость перемещение заготовки	0	10
AO	DIAMENT	Диаметр тигля	50	250
AO	DLINA	Длина тигля	0	1 400,00
AO	K0	Равновесный коэффициент распределения примеси	0,01	0,15
AO	C0	Начальная концентрация примеси в расплав	0,01	0,07
AO	MATERIAL _POLUPRO VOD	Полупроводниковый материал	0	100
AO	LEG_PRIME S	Легирующая примесь	0	100
AO	MIN_SKOR _KRIST	min скорости кристаллизации расплава	1,0	5,5
AO	MAX_SKOR _KRIST	max скорости кристаллизации расплава	1,0	5,5
AO	MIN_SKOR _VRASCH	min скорости вращения монокристалла	12	60
AO	MAX_SKOR _VRASCH	max скорости вращения монокристалла	12	60
AO	MASSA_ZA G_V_TIG	Масса загрузки в тигель	2500	8500
AO	DELTA	Толщина диффузного слоя	0	100
AO	VIVOD_K	Значения эффективного коэффициента распределения	0	10
AO	VIVOD_L	Длина участка выращенного монокристалла	0	999
AO	IN_N	Концентрация примеси монокристалла	0	1
AO	IN_G	Доля закристаллизованного расплава для заданного сечения кристалла	0	1

Окончание таблицы 7

Тип	Имя тега	Описание	Минимальное значение	Максимальное значение
AO	VIVOD_T	Время выращивания	0	4000
AO	IN_YKR	Плотность проводника	0	1
AO	RASPR_PRI MES	Вывод распределения примеси	-5	1
AO	KOEFICIEN T_K	Коэффициент K	0	1
AO	RASCHET_ KAEF	Расчет коэффициентов при идеальных условиях	-5	5
AO	RASCHET_ KAEF_2	Вывод распределения примеси со значением концентрации	-5	5

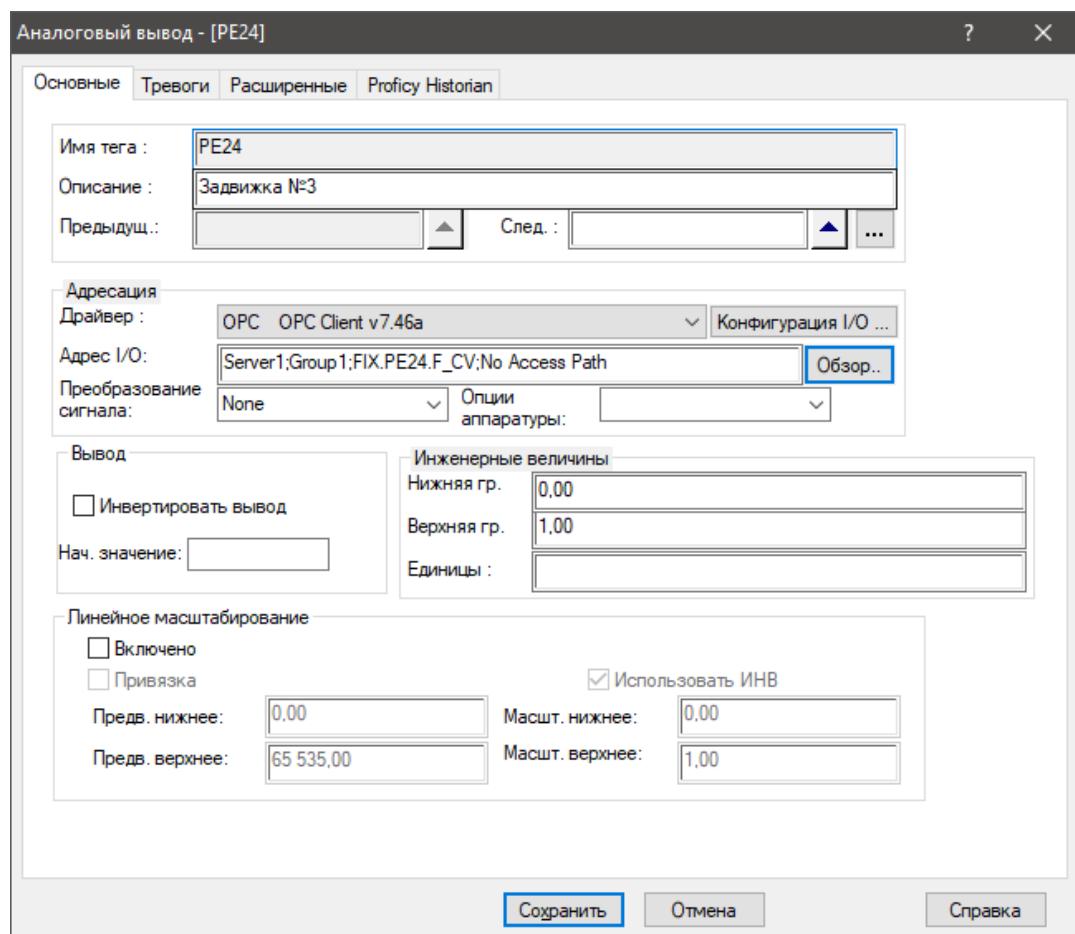


Рисунок 20 – Диалоговое окно «настройка параметров блока»

После выбора типа блока и его добавления, откроется окно «Настройка параметров» (рисунок 20)

В данном окне мы можем задать нижнюю и верхнюю границу наших блоков базы данных, добавить описание и изменить имя тега.

Затем, добавили на схему MATLAB Simulink блок «OPC Config» для настройки связи с iFIX (рисунок 21).

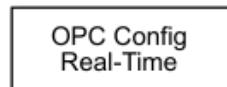


Рисунок 21 – Блок «OPC Config»

Выполнили настройку блока «OPC Config» (рисунок 22).

Переходя к окну «OPC Client Manager» и убедились в возможности стабильного подключения к серверу (рисунок 23).

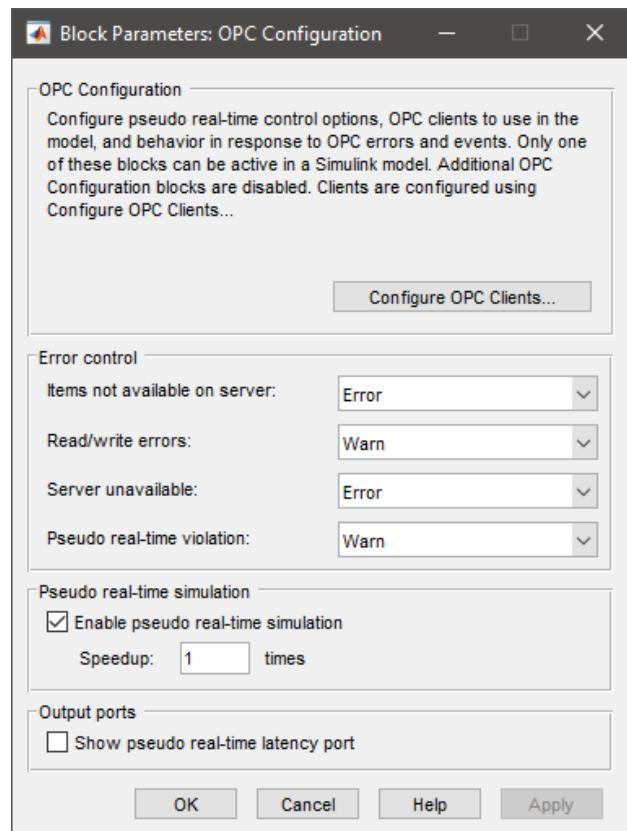


Рисунок 22 – Блок настройки «OPC Config»

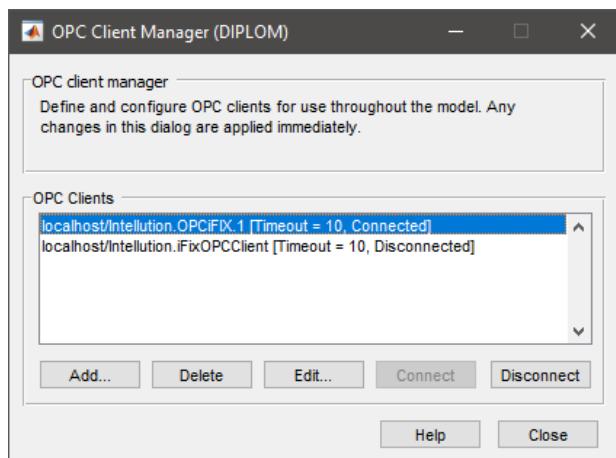


Рисунок 23 – Блок «OPC Client Manager»

При стабильном подключении к серверу, увидим статус «Connected»

Следующим действием было создание тегов базы данных на OPC-сервере (рисунок 24)

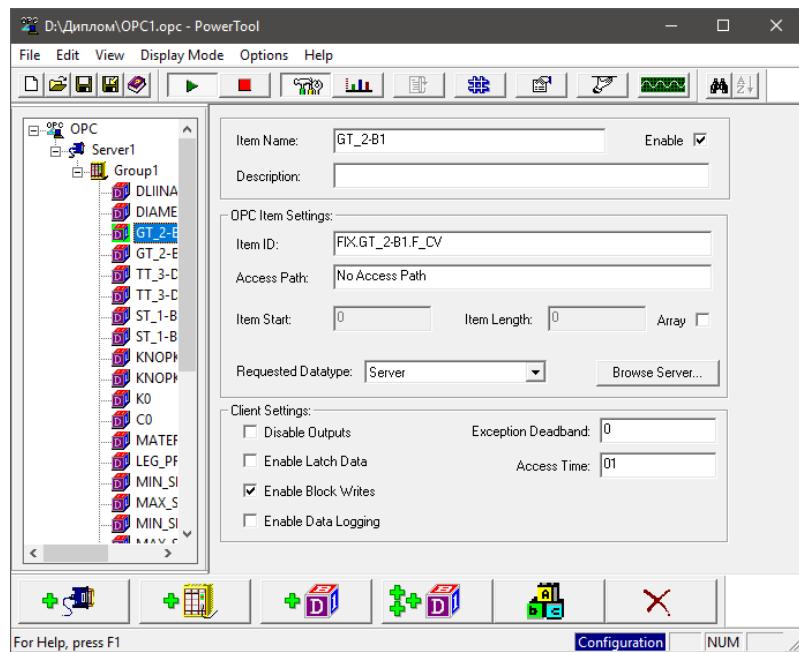


Рисунок 24 – Окно управление OPC-сервером

Для корректной работы ставим галочки в параметров «Enable» и «Enable Block Writes» и добавляем соединение между базой данных в iFix и нашими тегами на сервере (рисунок 25)

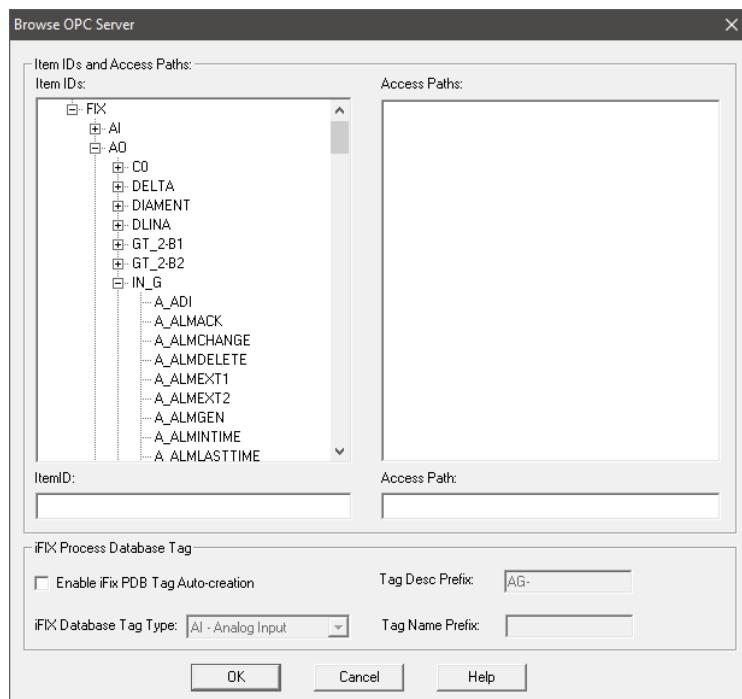


Рисунок 25 – Окно соединения базы данных и тегов

## 2.4 Структурная схема АСУ установкой выращивания монокристаллов кремния

Целью функционирования любой АСУ ТП является оптимизация работы объекта управления, что подразумевает под собой поддержание технологического процесса или отдельных его переделов в режимах максимально приближенных к оптимальным путем соответствующего выбора управляющих воздействий.

В данном разделе представленная структурная схема, конструктивно показывающая все элементы управления.

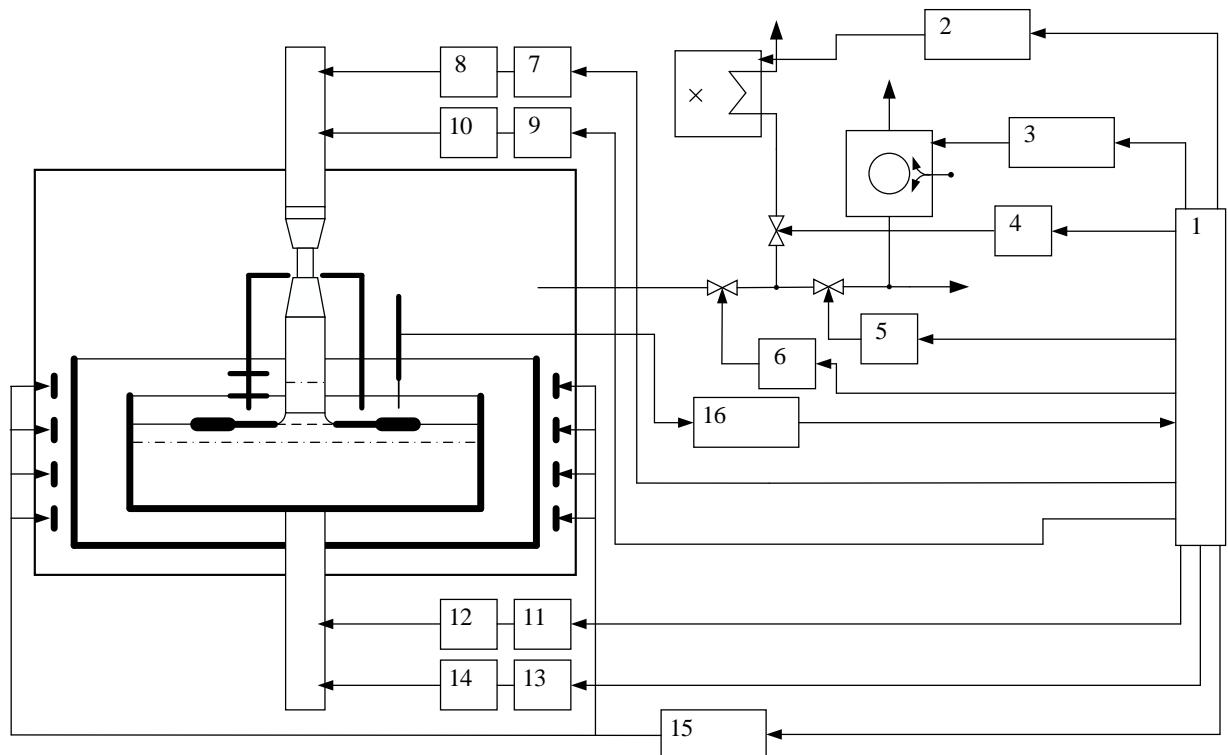


Рисунок 26 – Структурная схема печи

Структурная схема системы управления установкой выращивания монокристаллического кремния методом Чохральского, с помощью которой возможно понять к чему относятся каждый из блоков: 1 – контроллер ведущий; 2 – двигатель насоса; 3 – двигатель вакуумного насоса; 4 – задвижка

на насос; 5 – задвижка на вакуумный насос; 6 – задвижка на систему откачки воздуха; 7 – привод перемещения затравки; 8 – двигатель перемещения затравки; 9 – привод вращения затравки; 10 – двигатель вращения затравки; 11 – привод вращения тигля; 12 – двигатель вращения тигля; 13 - шаговый привод перемещения тигля; 14 - шаговый двигатель; 15 - управляемый регулятор температуры с источником нагрева нагревателя; 16 – датчик уровня расплава;

## 2.5 Методика расчета основных параметров процесса направленной кристаллизации расплава

Распределение примеси по длине выращиваемого из рабочего (кристаллизуемого) расплава кристалла определяется различными параметрами кристаллизационного процесса. Их можно разделить на три основные группы. В первую, физико-химическую группу входят параметры, носящие термодинамический ( $k_0$ ) и кинетический ( $D_{ж}$ ,  $\gamma$ ,  $\alpha$ ) характер, где:

- $k_0$  – равновесный коэффициент распределения;
- $D_{ж}$  – коэффициент диффузии примеси в расплаве,  $\text{м}^2/\text{с}$ ;
- $\gamma$  – кинематическая вязкость расплава,  $\text{см}^2/\text{с}$ ;
- $\alpha$  – коэффициент испарения,  $\text{см}/\text{с}$ .

Во вторую, технологическую группу входят такие параметры, как время процесса  $t$ , с, скорость кристаллизации  $f$ ,  $\text{см}/\text{с}$ , сечение кристалла  $S$  и поверхность контакта расплава с атмосферой  $F$ ,  $\text{см}^2$ . К ней относятся также параметры, характеризующие условия перемешивания расплава, определяющие толщину диффузионного слоя  $\delta$ , см, на фронте кристаллизации. В свою очередь эти параметры зависят от относительной скорости вращения кристалла  $\omega$ , об/мин, формы контейнера с расплавом, способа его нагрева (резистивный, высокочастотный и т. п.) и других факторов.

К числу технологических параметров следует отнести и характер граничащей с кристаллизуемым расплавом среды. Она может представлять

собой инертный газ, пары легирующей примеси, имеющие различное давление, или вакуум.

В третью, так называемую методическую группу, входит параметры, определяемые используемым методом направленной кристаллизации расплава (методы Чохральского, с применением двойного тигля, зонная плавка и др.). Это – параметр подпитки  $A$ , представляющий собой долю материала, переходящего из начальной массы кристаллизуемого рабочего расплава в выращенный кристалл:

$$A = \frac{gM_{po}}{M_{kp}} = \frac{gM_{po}}{gM_{po} + M_n} = \frac{M_{kp} - M_n}{M_{kp}},$$

или, пренебрегая объемными изменениями при плавлении,

$$A = \frac{gV_{po}}{V_{kp}} = \frac{gV_{po}}{gV_{po} + V_n} = \frac{V_{kp} - V_n}{V_{kp}},$$

где  $M_{po}$  и  $V_{po}$  – начальные масса, г, и объем, см<sup>3</sup>, рабочего расплава;

$M_n$ ,  $V_n$ ,  $M_{kp}$  и  $V_{kp}$  – текущие, т. е. на данный момент времени масса, г, и объем, см<sup>3</sup>, подпитывающего материала и выращенного кристалла соответственно;

$g$  – доля закристаллизованной начальной массы или объема рабочего расплава.

Изменение концентрации примеси в рабочем расплаве:

$$dC = \frac{(AC - kC)dg}{1 - g},$$

где  $AC$  – масса примеси в объеме рабочего расплава;

$kC$  – масса примеси с эффективным коэффициентом распределения  $k$ , захватываемой объемом  $dg$  растущего кристалла;

$C$  – текущая концентрация примеси в рабочем расплаве, атом/см<sup>3</sup>;

$(1 - g)$  – остаток рабочего расплава.

Физико-химические параметры в расчетах распределения примеси по длине и расчетах выращивания однородно легированных кристаллов непосредственно не используются. Однако в совокупности с технологическими параметрами они служат основой новых, носящих комплексный характер параметров кристаллизационного процесса. Так, равновесный коэффициент распределения  $k_0$ , коэффициент диффузии примеси в расплаве  $D_{\text{ж}}$ , кинематическая вязкость расплава  $\gamma$  входят в выражение для эффективного коэффициента распределения (уравнение Бартона–Прима–Слихтера (БПС)):

$$k = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp\left(-\frac{f\delta}{D_{\text{ж}}}\right)},$$

где  $\delta$  – толщина диффузионного слоя, см;

$f$  – скорость кристаллизации расплава, см/с.

Эффективный коэффициент распределения, иногда называемый по имени первого из авторов уравнения бартоновским, отражает взаимодействие расплава с кристаллом:

$$k = N/C,$$

где  $N$  и  $C$  – концентрации примеси в кристалле и расплаве соответственно, атом/см<sup>3</sup>, т. е., определяет с учетом массы кристалла количество переходящей в него из кристаллизуемого расплава примеси.

Коэффициент испарения  $\alpha$ , см/с, входит в выражение эффективного коэффициента испарения:

$$k_u = \frac{\alpha \cdot F}{f \cdot S},$$

где  $f$  – скорость кристаллизации расплава, см/с;

$S$  – площадь сечения кристалла, см<sup>2</sup>;

$F$  – поверхность контакта расплава с атмосферой, см<sup>2</sup>.

Суммируя эффективные коэффициенты распределения, отражающие взаимодействие расплава с кристаллом и контактирующей с ним атмосферой  $k_{ii}$ , можно получить обобщенный коэффициент распределения примеси в кристаллизационном процессе, проводимом в вакууме:

$$K = k + k_u = k + \frac{\alpha \cdot F}{f \cdot S}.$$

Концентрации примеси в двух сечениях кристалла, расположенных в начальной  $N_1$  и конечной  $N_2$  его частях, могут быть выражены уравнениями:

$$N_1 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_1)^{k-1}, N_2 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_2)^{k-1},$$

где  $C_0$  – начальная концентрация примеси в расплаве, атом/см<sup>3</sup>;

$g_1$  и  $g_2$  – доли закристаллизованного расплава для сечений кристалла  $N_1$  и  $N_2$  соответственно.

Аналитически эффективный коэффициент распределения может быть найден по уравнению Бартона–Прима–Слихтера. Для этого необходимо знать толщину диффузионного слоя, так как остальные члены уравнения БПС в большинстве случаев известны. Толщина диффузионного слоя зависит от величины коэффициента диффузии, вязкости расплава и условий его перемешивания. Практически она не зависит от скорости кристаллизации.

Для процесса выращивания монокристалла по методу Чохральского толщина диффузионного слоя может быть рассчитана по эмпирическому уравнению:

$$\delta = 1,6 \cdot D_{\text{ж}}^{1/3} \cdot v^{1/6} \cdot \omega^{-1/2},$$

где  $D_{\text{ж}}$  – коэффициент диффузии примеси в расплаве,  $\text{см}^2/\text{с}$ ;

$v$  – кинематическая вязкость расплава,  $\text{см}^2/\text{с}$ ;

$\omega$  – угловая скорость вращения кристалла,  $\text{рад}/\text{с}$ .

Значения кинематической вязкости большинства расплавов полупроводников лежат в пределах одного порядка, т. е. существенно не отличаются друг от друга. Так, для германия  $v = 1,35 \cdot 10^{-3}$ , а для кремния  $v = 3,48 \cdot 10^{-3}$   $\text{см}^2/\text{с}$ .

Точно так же значения коэффициентов диффузии лежат в пределах одного порядка, что можно видеть из приведенных ниже данных для некоторых легирующих примесей в расплавленных германии и кремнии при температурах их плавления:

Таблица 8 – Значения коэффициента диффузии в расплаве полупроводников

	<i>B</i>	<i>Al</i>	<i>Ga</i>	<i>In</i>	<i>P</i>	<i>As</i>	<i>Sb</i>
$D_{Ge} \cdot 10^4, \text{см}^2/\text{с}$	3,0	–	0,75	–	–	1,26	0,55
$D_{Si} \cdot 10^4, \text{см}^2/\text{с}$	2,4	0,23	4,8	6,9	2,3	2,4	1,5

Для приближенных расчетов можно принимать коэффициент диффузии донорных легирующих примесей, равным  $(1 \div 2) \cdot 10^{-4}$  а акцепторных  $(2 \div 3) \cdot 10^{-4} \text{ см}^2/\text{с}$ .

Следует иметь в виду, что эффективный коэффициент распределения очень чувствителен к изменению условия перемешивания расплава, которые существенно зависят от геометрии содержащего расплав контейнера, конструкции теплового узла установки и других факторов. Поэтому значения эффективного коэффициента распределения одной и той же примеси, экспериментально определенные на однотипных установках, при изменении перечисленных факторов могут быть различными.

Эффективный коэффициент распределения  $k$  является частью обобщенного коэффициента распределения  $K$ , отражающего изменение концентрации примеси в процессе кристаллизации расплава, легированного летучей примесью.

Таблица 9 – Практические значения равновесного коэффициента распределения примесей в распространенных полупроводниках

Примесь	Si	Ge
Бор	$8 \cdot 10^{-1}$	17
Алюминия	$3 \cdot 10^{-3}$	$7,3 \cdot 10^{-2}$
Галлий	$8 \cdot 10^{-3}$	$8,7 \cdot 10^{-2}$
Индий	$4 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Фосфор	$3,5 \cdot 10^{-2}$	$8 \cdot 10^{-2}$
Мышьяк	$3,0 \cdot 10^{-1}$	$2 \cdot 10^{-2}$
Сурьма	$2,3 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-3}$

Уравнение БПС, помимо определения дискретных значений эффективного коэффициента распределения, дает возможность построить его скоростную зависимость, необходимую для расчетов выращивания однородно легированных кристаллов. Для этого известные значения равновесного ( $k_0$ ) и эффективного ( $k$ ) коэффициентов распределения примесей в полупроводнике подставляют в уравнение БПС в форме

$$\frac{\delta}{D_{sc}} = \frac{\lg \left[ \frac{(k_0/k - k_0)}{(1 - k_0)} \right]}{f \lg e}.$$

Затем полученное значение  $\delta/D_{sc}$  подставляют в уравнение БПС и решают последнее для различных значений скорости кристаллизации  $f$ .

Остаток примеси в расплаве после проведения процесса по методу Чохральского определяют по уравнению, полученному путем умножения левой и правой частей уравнения Галливера на  $(1 - g)$ :

$$C(1-g) = C_0(1-g)(1-g)^{k-1},$$

где  $C$  и  $C_0$  – текущая и начальная концентрации примеси в расплаве, атом/см<sup>3</sup>;

$g$  – доля закристаллизованного расплава.

Масса примеси в расплаве в начале ( $g = 0$ ) процесса выращивания кристалла

$$m_h = C_0(1-0)^k = C_0,$$

а в момент выращивания доли  $g$  кристалла

$$m_k = C_0(1-g)^k.$$

Подставив значения  $m_h$  и  $m_k$  в уравнение, получим:

$$\frac{m_k}{m_h} = (1-g)^k.$$

### **3 Экспериментальные исследования предложенных средств автоматизации процесса**

#### **3.1 Примеры реализации процедуры расчета основных параметров технического процесса выращивания легированных монокристаллов**

Рассмотрим пример расчета технологических параметров... Для этого воспользуемся одним из вариантов, представленным в таблице 10

Таблица 10 – Вариант примера

Параметр	Значение
1. Равновесный коэффициент распределения примеси ( $K_0$ )	0,04
2. Начальная концентрация примеси в расплаве, % ( $C_0$ )	0,02
3. Полупроводниковый материал	<i>Ge</i>
4. Легирующая примесь	<i>Sb</i>
5. Диаметр монокристалла ( $d$ ), мм	30
6. Масса загрузки в тигель ( $M_p$ ), г	1000
7. Диапазон изменения скорости кристаллизации расплава ( $f$ ), мм/мин	3,0–1,0
8. Диапазон изменения скорости вращения монокристалла ( $\omega$ ), об/мин	30–80

Рассчитаем значения концентрации примеси в кристалле  $N$  для доли закристаллизованного расплава  $g = 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9$  по уравнению нормальной направленной кристаллизации:

$$N_1 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_1)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0)^{0,04-1} = 8,00 \cdot 10^{-4}\%, \lg(N_1) = -3,00,$$

$$N_2 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_2)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,1)^{0,04-1} = 8,85 \cdot 10^{-4}\%, \lg(N_2) = -3,05,$$

$$N_3 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_3)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,3)^{0,04-1} = 1,13 \cdot 10^{-3}\%, \lg(N_3) = -2,95,$$

$$N_4 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_4)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,45)^{0,04-1} = 1,42 \cdot 10^{-3}\%, \lg(N_4) = -2,85,$$

$$N_5 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_4)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,5)^{0,04-1} = 1,56 \cdot 10^{-3}\%, \lg(N_4) = -2,81,$$

$$N_6 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_5)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,7)^{0,04-1} = 2,54 \cdot 10^{-3}\%, \lg(N_5) = -2,60,$$

$$N_7 = k \cdot C_0 \cdot (1 - g_6)^{k-1} = 0,04 \cdot 0,02 \cdot (1 - 0,9)^{0,04-1} = 7,30 \cdot 10^{-3}\%, \lg(N_6) = -2,14,$$

где  $C_0$  – начальная концентрация примеси в расплаве, атом/см<sup>3</sup>;  
 $k$  – равновесный коэффициент распределения;  
 $g_{1-6}$  – доли закристаллизованного расплава для сечений кристалла  $N_{1-6}$ .  
Найденные значения  $N$  и  $\lg N$  записываем в таблицу 1 и в координатах:  
 $\lg N - g$  строим график распределения примеси по длине слитка (рисунок 20).

Таблица 11 – Рассчитанные значения концентрации примеси

$g$	0	0,10	0,30	0,45	0,50	0,70	0,90
$N, \%$	$8,00 \cdot 10^{-4}$	$8,85 \cdot 10^{-4}$	$1,13 \cdot 10^{-3}$	$1,42 \cdot 10^{-3}$	$1,56 \cdot 10^{-3}$	$2,54 \cdot 10^{-3}$	$7,30 \cdot 10^{-3}$
$\lg N$	-3,00	-3,05	-2,95	-2,85	-2,81	-2,60	-2,14

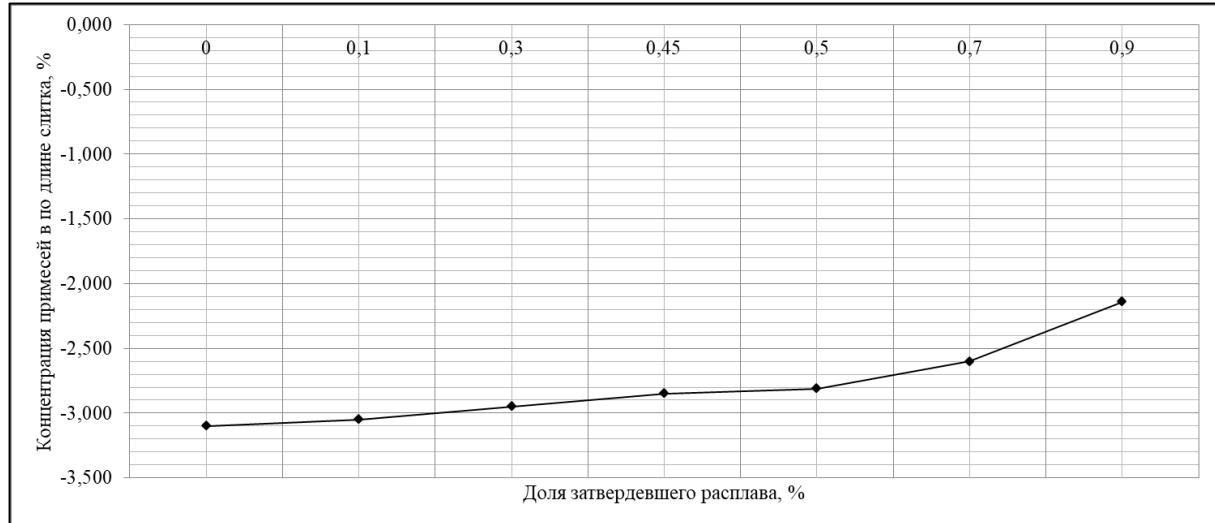


Рисунок 27 – Распределение примеси по длине слитка

Рассчитаем эффективный коэффициент распределения при направленной кристаллизации

Строим зависимость  $x = \lg k$ . Задаем значения  $k = 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0$  и находим значения  $x$ :

$$\begin{aligned}k &= 0,10, x = \lg(0,10), x = -1,00, \\k &= 0,25, x = \lg(0,25), x = -0,60, \\k &= 0,50, x = \lg(0,50), x = -0,30, \\k &= 0,75, x = \lg(0,75), x = -0,12, \\k &= 1,00, x = \lg(1,00), x = 0.\end{aligned}$$

Строим зависимость  $y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{N}{C_0} \cdot (1-g)\right] - k \lg(1-g)$ . Задаем значения  $k = 0,1; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0$  и находим значения функции  $y$ .

$$\begin{aligned}k &= 0, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 0 \cdot \lg(1-0,45) = -0,41, \\k &= 0,10, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 0,10 \cdot \lg(1-0,45) = -0,39, \\k &= 0,25, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 0,25 \cdot \lg(1-0,45) = -0,35, \\k &= 0,50, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 0,50 \cdot \lg(1-0,45) = -0,28, \\k &= 0,75, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 0,75 \cdot \lg(1-0,45) = -0,22, \\k &= 1, y = \varphi(k) = \lg\left[\frac{0,014}{0,02} \cdot (1-0,45)\right] - 1,00 \cdot \lg(1-0,45) = -0,15,\end{aligned}$$

где  $N$  – концентрация примеси в монокристалле:

$C_0$  – начальная концентрация примеси в расплаве, атом/см<sup>3</sup>;

$k$  – равновесный коэффициент распределения;

$g$  – доля закристаллизованного расплава для заданного сечения кристалла.

Полученные значения  $x$  и  $y$  записаны в таблице 2. Необходимо построить график (рисунок 2) функций  $x = f(k)$  и  $y = \varphi(k)$  для разных значений  $k$  (0; 0,1;

$0,25; 0,5; 0,75$  и  $1$ ) при заданных значениях  $N$ ,  $C_0$  и  $g$ . Абсцисса точки пересечения графиков будет соответствовать значению эффективного коэффициента распределения  $k_{\text{эфф}} \approx 0,56$ .

Таблица 12 – Рассчитанные значения концентрации примеси

$k$	0	0,10	0,25	0,50	0,75	1,00
$x$	–	-1,00	-0,60	-0,30	-0,12	0
$y$	-0,41	-0,39	-0,35	-0,28	-0,22	-0,15

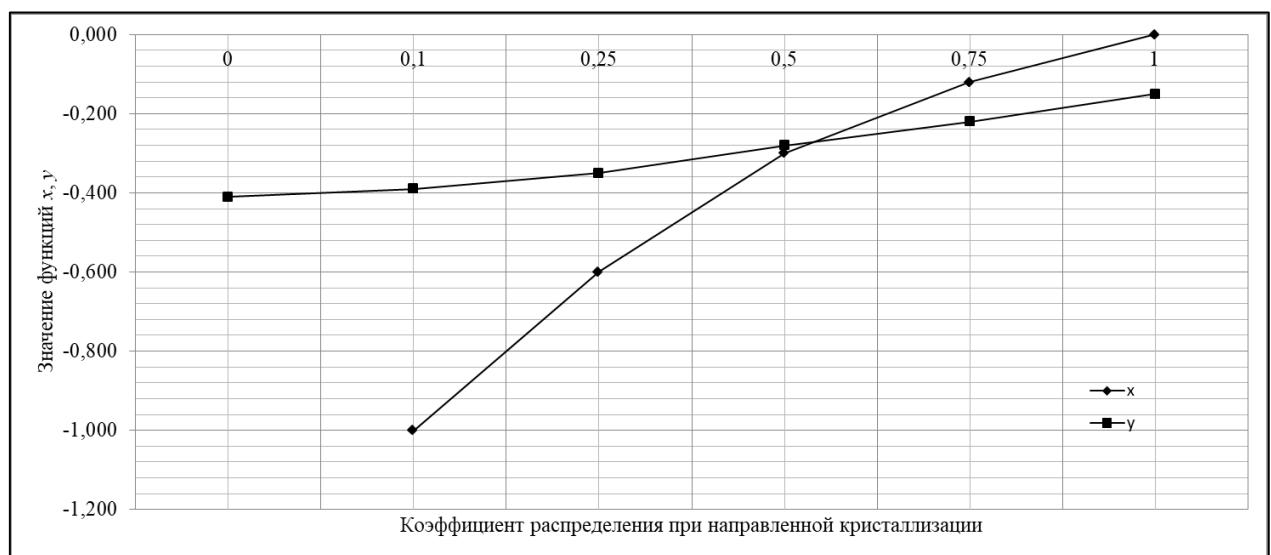


Рисунок 28 – Схема графического метода определения эффективного коэффициента распределения при направленной кристаллизации

Спрограммируем процесс кристаллизации  
Назначаем граничные условия проведения процесса выращивания монокристалла:

- 1)  $f = 3$  мм/мин,  $\omega = 30$  об/мин (условие 1);
- 2)  $f = 3$  мм/мин,  $\omega = 80$  об/мин (условие 2);
- 3)  $f = 1$  мм/мин,  $\omega = 30$  об/мин (условие 3);
- 4)  $f = 1$  мм/мин,  $\omega = 80$  об/мин (условие 4).

Рассчитываем значения эффективного коэффициента распределения для граничных условий, используем для этого уравнения Бартона–Прима–Слихтера и толщины диффузационного слоя:

$$\delta = 1,66 \cdot D_{жc}^{1/3} \cdot v^{1/6} \cdot \omega^{-1/2},$$

$$k = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp\left(-\delta \frac{f}{D_{жc}}\right)},$$

где  $\delta$  – толщина диффузационного слоя, см;

$k_0$  – равновесный коэффициент распределения примесей в расплаве, равновесный коэффициент распределения сурьмы в германии  $K_0 = 3 \cdot 10^3$ ;

$f$  – скорость кристаллизации расплава, см/с;

$D_{ж}$  – коэффициент диффузии примеси в расплаве, см<sup>2</sup>/с, коэффициент диффузии сурьмы в расплаве германия  $D_{ж} = 0,55 \cdot 10^{-4}$  см<sup>2</sup>/с;

$v$  – кинематическая вязкость расплава, см<sup>2</sup>/с, для расплава германия  $v = 1,35 \cdot 10^{-3}$  см<sup>2</sup>/с;

$\omega$  – угловая скорость вращения кристалла, рад/с.

Для условия 1:

$$-f = 3 \text{ мм/мин} = 0,005 \text{ см/с}, \omega = 30 \text{ об/мин} = 3,14 \text{ рад/с}$$

$$\delta_1 = 1,66 \cdot (0,55 \cdot 10^{-4})^{1/3} \cdot (1,35 \cdot 10^{-3})^{1/6} \cdot 3,14^{-1/2} = 0,012 \text{ см},$$

$$k_1 = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{3 \cdot 10^{-3} + (1 - 3 \cdot 10^{-3}) \exp\left(-0,012 \frac{0,005}{0,55 \cdot 10^{-4}}\right)} = 7,4 \cdot 10^{-3}.$$

Для условия 2:

$$-f = 3 \text{ мм/мин} = 0,005 \text{ см/с}, \omega = 80 \text{ об/мин} = 8,37 \text{ рад/с}$$

$$\delta_2 = 1,66 \cdot (0,55 \cdot 10^{-4})^{\frac{1}{3}} \cdot (1,35 \cdot 10^{-3})^{\frac{1}{6}} \cdot 8,37^{-\frac{1}{2}} = 0,007 \text{ см},$$

$$k_2 = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{3 \cdot 10^{-3} + (1 - 3 \cdot 10^{-3}) \exp\left(-0,007 \frac{0,005}{0,55 \cdot 10^{-4}}\right)} = 5,65 \cdot 10^{-3}.$$

Для условия 3:

$$-f = 1 \text{ мм/мин} = 0,0017 \text{ см/с}, \omega = 30 \text{ об/мин} = 3,14 \text{ рад/с}$$

$$\delta_3 = 1,66 \cdot (0,55 \cdot 10^{-4})^{\frac{1}{3}} \cdot (1,35 \cdot 10^{-3})^{\frac{1}{6}} \cdot 3,14^{-\frac{1}{2}} = 0,012 \text{ см},$$

$$k_3 = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{3 \cdot 10^{-3} + (1 - 3 \cdot 10^{-3}) \exp\left(-0,012 \frac{0,0017}{0,55 \cdot 10^{-4}}\right)} = 4,3 \cdot 10^{-3}.$$

Для условия 4:

$$-f = 1 \text{ мм/мин} = 0,0017 \text{ см/с}, \omega = 80 \text{ об/мин} = 8,37 \text{ рад/с}$$

$$\delta_4 = 1,66 \cdot (0,55 \cdot 10^{-4})^{\frac{1}{3}} \cdot (1,35 \cdot 10^{-3})^{\frac{1}{6}} \cdot 8,37^{-\frac{1}{2}} = 0,007 \text{ см},$$

$$k_4 = \frac{3 \cdot 10^{-3}}{3 \cdot 10^{-3} + (1 - 3 \cdot 10^{-3}) \exp\left(-0,007 \frac{0,0017}{0,55 \cdot 10^{-4}}\right)} = 3,7 \cdot 10^{-3}.$$

Составим сводную таблицу значений граничных условий проведения процесса выращивания монокристалла.

Таблица 13 – Условия проведения процесса выращивания монокристалла

$f$	$\omega$	$k$
3 мм/мин	30 об/мин	$7,40 \cdot 10^{-3}$
3 мм/мин	80 об/мин	$5,65 \cdot 10^{-3}$
1 мм/мин	30 об/мин	$4,30 \cdot 10^{-3}$
1 мм/мин	80 об/мин	$3,70 \cdot 10^{-3}$

По найденным значениям  $k$  определяем теоретический выход монокристалла с равномерным распределением примеси по длине:

$$B = 1 - \frac{k_k}{k_h} = 1 - \frac{0,0037}{0,0074} = 0,5,$$

где  $k_h$  и  $k_k$  – начальное и конечное значение эффективного коэффициента распределения легирующей примеси.

Рассчитываем три варианта программ.

Вариант I:

- начало кристаллизации  $f = f(t)$ ,  $\omega = const$ ;
- окончание процесса  $\omega = f(t)$ ,  $f = const$ ;

Вариант II:

- одновременное изменение  $f = f(t)$ ,  $\omega = f(t)$ ;

Вариант III:

- начало кристаллизации  $\omega = f(t)$ ,  $f = const$ ;
- окончание процесса  $f = f(t)$ ,  $\omega = const$ .

Вариант I. При программировании по первому варианту из доли монокристалла с равномерным распределением примеси ( $B = 0,5$ ) часть расплава будет закристаллизована при росте кристалла с изменением скорости роста  $g_{fl}$ , а остальная часть – при изменении скорости вращения кристалла  $g_{\omega l}$ :

$$g_{fl} = 1 - \frac{k_3}{k_1} = 1 - \frac{4,3 \cdot 10^{-3}}{7,4 \cdot 10^{-3}} = 0,42, g_{\omega l} = B - g_{fl} = 0,5 - 0,42 = 0,08.$$

Вариант II:

$$g_{II} = B = 0,5.$$

Вариант III:

$$g_{fIII} = 1 - \frac{k_2}{k_1} = 1 - \frac{5,65 \cdot 10^{-3}}{7,4 \cdot 10^{-3}} = 0,24, g_{\omega III} = B - g_{RI} = 0,5 - 0,24 = 0,26.$$

Длину участка выращенного монокристалла, равномерно легированного сурьмой определяем по уравнению

$$L = 1,27 \cdot \frac{M_p \cdot g}{\gamma_{kp} \cdot d^2},$$

где  $M_p$  – масса расплава, г;

$g$  – доля закристаллизованного расплава;

$\gamma_{kp}$  – плотность полупроводника, г/см<sup>3</sup> ( $\gamma_{kp} = 5,35$  г/см<sup>3</sup> для германия,  $\gamma_{kp} = 2,55$  г/см<sup>3</sup> для кремния);

$d$  – диаметр монокристалла, см.

Вариант I.

$$L_{fl} = 1,27 \cdot \frac{1000 \cdot 0,42}{5,35 \cdot 3^2} = 11,08 \text{ см} = 110,8 \text{ мм},$$

$$L_{\omega I} = 1,27 \cdot \frac{1000 \cdot 0,08}{5,35 \cdot 3^2} = 2,11 \text{ см} = 21,1 \text{ мм}.$$

Вариант II.

$$L_{II} = 1,27 \cdot \frac{1000 \cdot 0,5}{5,35 \cdot 3^2} = 10,38 \text{ см} = 103,8 \text{ мм}.$$

Вариант III.

$$L_{fIII} = 1,27 \cdot \frac{1000 \cdot 0,24}{5,35 \cdot 3^2} = 4,98 \text{ см} = 49,8 \text{ мм},$$

$$L_{\omega III} = 1,27 \cdot \frac{1000 \cdot 0,26}{5,35 \cdot 3^2} = 5,4 \text{ см} = 54 \text{ мм}.$$

Определяем время выращивания

$$t = -\frac{2,303 \cdot L}{f_h - f_k} \cdot \lg\left(\frac{f}{f_h}\right),$$

где  $f$  – текущее, т. е. любое промежуточное значение скорости, для которого определяются время программы выращивания кристалла;  
 $f_h$  и  $f_k$  – начальное и конечное значения скорости, см/с;  
 $L$  – текущая длина участка выращенного монокристалла, см.

Вариант I.

$$t_{fI} = -\frac{2,303 \cdot 110,8}{3-1} \cdot \lg\left(\frac{1}{3}\right) = 60,8 \text{ мин}, t_{\omega I} = \frac{21,1}{1,0} = 21,1 \text{ мин},$$

$$t_I = 60,8 + 21,1 = 81,9 \text{ мин.}$$

Вариант II.

$$t_{II} = -\frac{2,303 \cdot 103,8}{3-1} \cdot \lg\left(\frac{1}{3}\right) = 56,9 \text{ мин.}$$

Вариант III.

$$t_{fIII} = -\frac{2,303 \cdot 54}{3-1} \cdot \lg\left(\frac{1}{3}\right) = 29,6 \text{ мин}, t_{\omega III} = \frac{49,8}{3} = 16,6 \text{ мин},$$

$$t_{III} = 16,6 + 29,6 = 46,2 \text{ мин.}$$

Из расчёта следует, что в зависимости от выбора программы время кристаллизации одинаковой максимальной доли расплава  $B$  будет различным. Наиболее предпочтительным следует признать третий вариант, где большая часть расплава кристаллизуется при постоянной скорости роста кристалла в условиях изменяющейся скорости его вращения.

Соотношение времени выращивания однородного легированного по длине монокристалла по различным программам

### 3.2 Результаты программирования процесса кристаллизации

Возьмем несколько вариантов, для того, чтобы показать функционал программы.

Таблица 14 – Варианты расчета

Параметр	Вариант	
	1	2
Полупроводниковый материал	<i>Si</i>	
Легирующая примесь	<i>B</i>	<i>In</i>
Диаметр монокристалла, мм	50	100
Масса загрузки в тигель, г	2500	4500
Равновесный коэффициент распределения примеси	0,01	0,07
Начальная концентрация примеси в расплаве, %	0,01	0,04
Диапазон изменения скорости кристаллизации расплава, мм/мин	1,0–3,0	1,5–5,5
Диапазон изменения скорости вращения монокристалла, об/мин	12–30	25–60
Полупроводниковый материал	<i>Ge</i>	
Легирующая примесь	<i>Sb</i>	<i>As</i>
Диаметр монокристалла, мм	50	100
Масса загрузки в тигель, г	2500	4500
Равновесный коэффициент распределения примеси	0,01	0,07
Начальная концентрация примеси в расплаве, %	0,01	0,04
Диапазон изменения скорости кристаллизации расплава, мм/мин	1,0–3,0	1,5–5,5
Диапазон изменения скорости вращения монокристалла, об/мин	12–30	25–60

## Результаты программирования для связки Si – В.

Таблица 15 – Условия проведения процесса выращивания монокристалла для связки  $Si - B$

	$f$ , мм/мин	$\omega$ , об/мин	$\delta$ , см	$k$
Условие 1	3	12	0,01153	$1,329*10^{-2}$
Условие 2	3	30	0,00729	$9,54*10^{-4}$
Условие 3	1	12	0,01153	$1,104*10^{-4}$
Условие 4	1	30	0,00729	$4,568*10^{-5}$

Рассчитаем коэффициент  $B = 0,997$  для условия  $Si - B$ .

Графики результатов работы программы при условии для первого варианта работы. (рисунок 29-30)

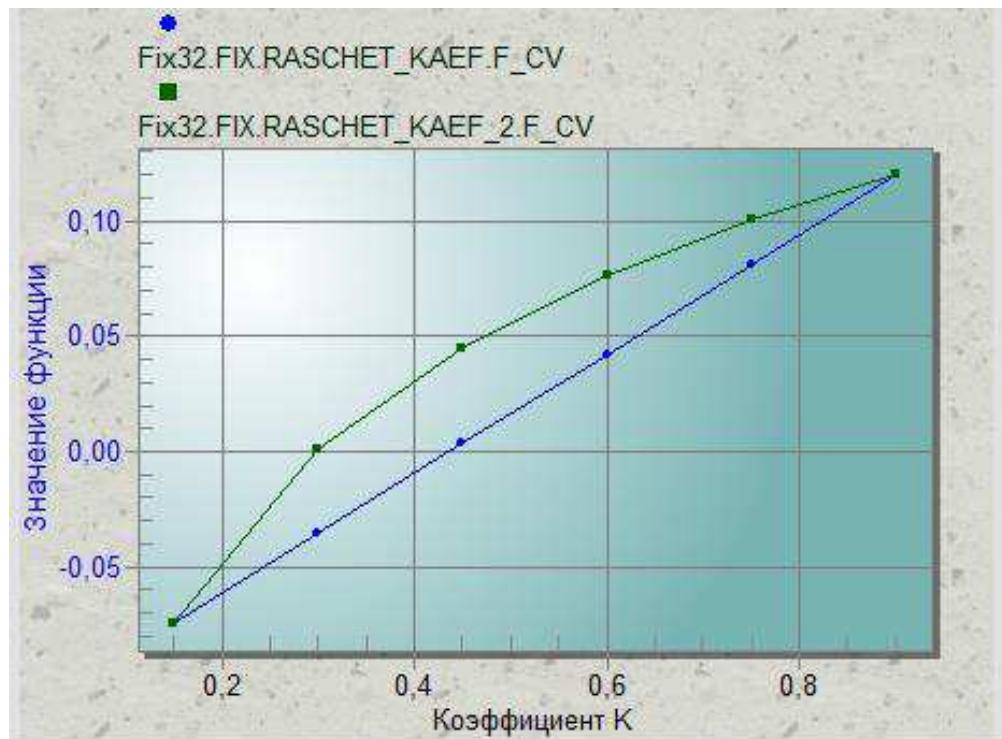


Рисунок 29 – Схема графического метода определения эффективного коэффициента распределения при направленной кристаллизации для первого варианта

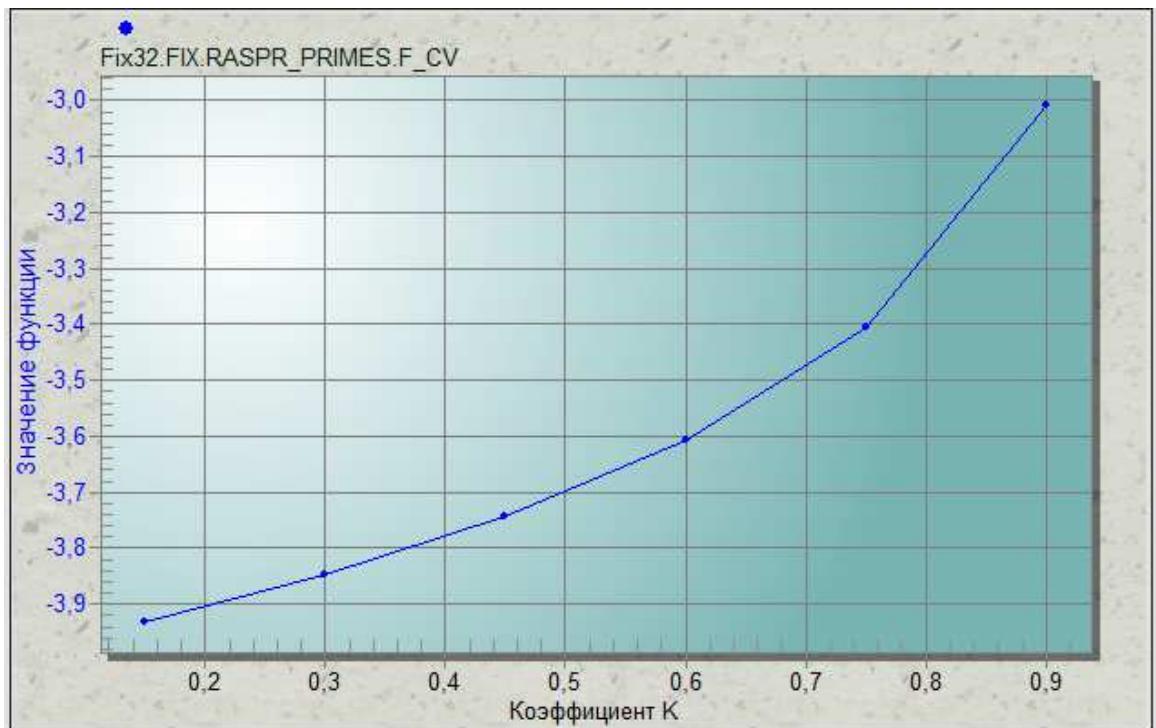


Рисунок 30 – Распределение примеси по длине слитка для первого варианта

Результаты программирования для связки  $Si - In$ .

Таблица 16 – Условия проведения процесса выращивания монокристалла для связки  $Si - In$

	$f$ , мм/мин	$\omega$ , об/мин	$\delta$ , см	$k$
Условие 1	5,5	25	0,06340	$8,095 \cdot 10^{-5}$
Условие 2	5,5	60	0,04092	$7,688 \cdot 10^{-5}$
Условие 3	1,5	25	0,06340	$7,283 \cdot 10^{-5}$
Условие 4	1,5	60	0,04092	$7,181 \cdot 10^{-5}$

Рассчитаем коэффициент  $B = 0,113$  для условия  $Si - In$ .

Графики результатов работы программы при условии для первого варианта работы. (рисунок 31-32)

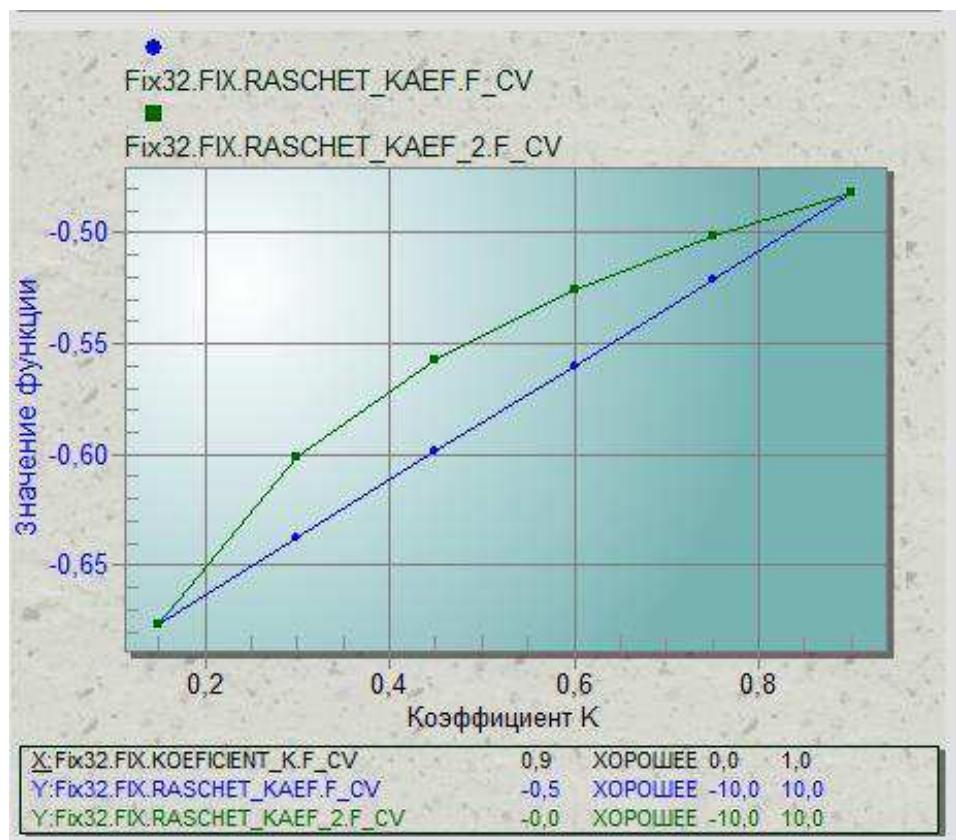


Рисунок 31 – Схема графического метода определения эффективного коэффициента распределения при направленной кристаллизации для первого варианта

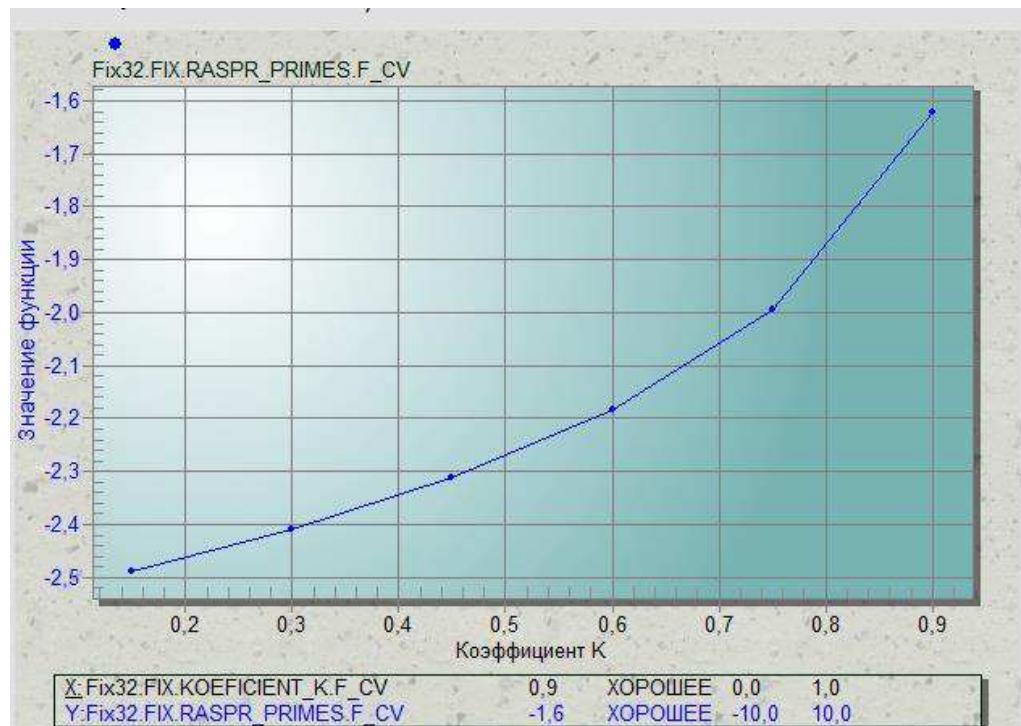


Рисунок 32 – Распределение примеси по длине слитка для первого варианта

Результаты программирования для связки  $Ge - Sb$ .

Таблица 17 – Условия проведения процесса выращивания монокристалла для связки  $Ge - Sb$

	$f$ , мм/мин	$\omega$ , об/мин	$\delta$ , см	$k$
Условие 1	3	12	0,03296	$1,732 \cdot 10^{-5}$
Условие 2	3	30	0,02084	$1,415 \cdot 10^{-5}$
Условие 3	1	12	0,03296	$1,201 \cdot 10^{-5}$
Условие 4	1	30	0,02084	$1,123 \cdot 10^{-5}$

Рассчитаем коэффициент  $B = 0,352$  для условия  $Ge - Sb$ .

Результаты программирования для связки  $Ge - As$ .

Таблица 18 – Условия проведения процесса выращивания монокристалла для связки Ge – As

	$f$ , мм/мин	$\omega$ , об/мин	$\delta$ , см	$k$
Условие 1	5,5	25	0,00926	$4,851*10^{-3}$
Условие 2	5,5	60	0,00598	$1,082*10^{-3}$
Условие 3	1,5	25	0,00926	$2,227*10^{-4}$
Условие 4	1,5	60	0,00598	$1,477*10^{-4}$

Рассчитаем коэффициент  $B = 0,970$  для условия  $Ge - As$ .

Таблица 19 – Первый вариант программы кристаллизации для связки

Параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3	Вариант 4
$g_{II}$	0,992	0,100	0,307	0,954
$g_{\omega I}$	0,005	0,013	0,045	0,016
$L_{fI}$	494,05 мм	22,41 мм	72,88 мм	101,91 мм
$L_{\omega I}$	2,49 мм	2,91 мм	10,68 мм	1,71 мм
$t_{fI}$	840,34 мин	16,79 мин	123,96 мин	76,34 мин
$t_{\omega I}$	4,24 мин	2,18 мин	18,17 мин	1,28 мин
$t_I$	844,58 мин	18,97 мин	142,13 мин	77,62 мин

Таблица 20 – Второй вариант программы кристаллизации для связки

Параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3	Вариант 4
$g_{II}$	0,997	0,113	0,352	0,970
$L_{II}$	496,55 мм	25,33 мм	83,56 мм	103,62 мм
$t_{II}$	844,58 мин	18,97 мин	142,13 мин	77,62 мин

Таблица 21 – Третий вариант программы кристаллизации для связки

Параметр	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3	Вариант 4
$g_{III}$	0,928	0,050	0,183	0,777
$g_{\omega III}$	0,069	0,063	0,169	0,193
$L_{fIII}$	462,18 мм	11,21 мм	43,44 мм	83,00 мм
$L_{\omega III}$	34,36 мм	14,12 мм	40,12 мм	20,62 мм
$t_{fIII}$	786,13 мин	8,39 мин	73,89 мин	62,17 мин
$t_{\omega III}$	58,45 мин	10,48 мин	68,24 мин	15,44 мин
$t_{III}$	844,58 мин	18,87 мин	142,13 мин	77,61 мин

## **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

В результате выпускной квалификационной работы создана имитационная модель системы управления установкой выращивания монокристаллического кремния методом Чохральского, разработано автоматизированное рабочее место оператора и выполнена интеграция разработанных компонентов в единый программный комплекс с использованием протокола *OPC*.

В качестве среды моделирования выбран программный комплекс *MATLAB*, включающий инструмент визуального моделирования *Simulink*, средство обеспечения связи с *OPC* сервером *OPC Toolbox*. Рассматриваемая *SCADA*-система – *Proficy iFIX*.

Выполнены все поставленные цели и задачи, а именно:

- 1) проведен анализ технологического процесса;
- 2) осуществлена разработка структурной и функциональной схемы автоматизации технологического процесса;
- 3) разработана имитационная модель;
- 4) разработан графический интерфейс оператора;
- 5) установлена связь через *OPC*-сервер между математической моделью и интерфейсом оператора;
- 6) проведён модельный эксперимент с подтверждением соответствия предложенных технических решений.

В качестве доказательств предоставлены графики сравнений *MATLAB* *Simulink* и *Proficy iFIX*.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Волчекевич, Л. И. Автоматизация производственных процессов / Л. И. Волчекевич. – Москва : Машиностроение, 2007. – 380 с.
- 2 Крапухин, В. В. Технология материалов электронной техники / В. В. Крапухин, И. А. Соколов, Г. Д. Кузнецов. – Москва : МИСИС, 1995. – 754с.
- 3 Кузнецов, М. М. Автоматизация производственных процессов / М. М. Кузнецов, Л. И. Волчекевич, Ю. П. Замчалов. – Москва : Высшая школа, 1976. – 431 с.
- 4 Мильвидский, М. Г. Полупроводниковые материалы в современной электронике / М. Г. Мильвидский. – Москва : Наука, 1986. – 114с.
- 5 Нашельский, А. Я. Расчёты процессов выращивания легированных монокристаллов / А. Я. Нашельский, С. В. Гнилов. – Москва : Металлургия, 1981. – 92 с.
- 6 Нашельский, А. Я. Технология полупроводниковых материалов / А. Я. Нашельский. – Москва : Металлургия, 1981. – 336с.
- 7 Пасынков, В. В. Материалы электронной техники: учебники для вузов / В. В. Пасынков, В. С. Сорокин. – Санкт-Петербург : Лань, 2003. – 368 с.
- 8 Порохов, А. М. Физический энциклопедический словарь / А.М. Порохов. – Москва : Советская энциклопедия, 1983. – 944с.
- 9 Романенко, В. Н. Получение однородных полупроводниковых кристаллов / В. Н. Романенко. – Москва : Металлургия, 1966. – 182 с.
- 10 Саханский, С. П. Основные математические соотношения контактного метода управления выращиванием монокристаллов по способу Чохральского / С. П. Саханский // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М. Ф. Решетнева. 2005. – Вып. 7. – С. 85–88.
- 11 Саханский, С. П. Новый «контактный метод» управления площадью выращиваемых монокристаллов по способу Чохральского / С. П. Саханский //

НТИ-2002 г.: материалы региональной научной конференции (5-8 декабря 2002 г, Новосибирск) ; НГТУ. – Новосибирск : 2002. – 80-85 с.

12 Саханский, С. П. Определение величины коррекции сигнала управления по диаметру, от изменения высоты столбика мениска кристалла, при контактном методе управления выращиванием монокристаллов способом Чохральского / С. П. Саханский, В. Д. Лантенок // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М. Ф. Решетнева. 2005. - Вып. 7. – С. 89–90.

13 Саханский, С. П. Определение величины колебания расплава и чувствительности при контактном методе управления выращиванием монокристаллов по способу Чохральского / С. П. Саханский // Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М. Ф. Решетнева. 2006. - Вып. 1(8). – С. 103-104.

14 Саханский, С. П. Выращивание монокристаллов в закрытой тепловой оснастке по способу Чохральского на основе контактного метода управления диаметром кристалла / С. П. Саханский // Автоматизация и современные технологии. - 2007. - № 1. – 38 – 41 с.

15 Случинская И. А. Основы материаловедения и технологии полупроводников / И. А. Случинская. – Москва : Изд-во Мир, 2002. – 376 с.

16 Таиров, Ю. М. Технология полупроводниковых и диэлектрических материалов. Учебник для вузов / Ю. М. Таиров, В. Ф. Цветков. – Санкт-Петербург : Изд-во Лань, 2003. – 424с.

17 Таиров, Ю. М. Технология получения полупроводниковых и диэлектрических материалов / Ю. М. Таиров, В. Ф. Цветков. – Москва : Высшая школа, 1990. – 423с.

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение  
высшего образования  
**«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт космических и информационных технологий  
Кафедра «Системы автоматики, автоматизированное управление  
и проектирование»

УТВЕРЖДАЮ  
Заведующий кафедрой  
С.В. Ченцов

«17» 06 2021 г.

### **БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА**

15.03.04 «Автоматизация технологических процессов и производств»

### **АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ УСТАНОВКОЙ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО**

Руководитель Дрозд 17.06.2021 г. О.В. Дрозд

Консультант Капулин 17.06.2021 г. доцент, канд. техн. наук  
Д.В. Капулин

Выпускник Ладченко 17.06.2021 г. И.Ю. Ладченко

Нормоконтролер Грудинова 17.06.2021 г. Т.А. Грудинова

Красноярск 2021