

## АНАЛІТИЧНЕ ТА ЕКОЛОГІЧНЕ ПРИЛАДОБУДУВАННЯ

УДК 621.307.13

### ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСУ ФОРМУВАННЯ ЗОНИ РОЗПЛАВУ В ТЕХНОЛОГІЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ КРЕМНІЮ

Порєв В. А., Порєв Г. В.

Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут»  
м. Київ, Україна  
[prof@barvinok.net](mailto:prof@barvinok.net)

Проведено узагальнення експериментального матеріалу щодо особливостей формування поля яскравості зони розплаву кремнію на різних стадіях плавки. Експериментально встановлені особливості формування поля яскравості зони плавки. Запропоновано алгоритми адаптивного пошуку меж зони розплаву. Для поточного контролю висоти зони розплаву введено фактор розкиду значень висоти. Обґрунтовано принцип визначення відносної зміни рівня сигналу, який покладено в основу процедури виділення контуру зображення зони розплаву. Представлені аналітичні вирази для розрахунку яскравості власного випромінювання поверхні рідкої фази кремнію в функції поточного значення температури.

**Ключові слова:** зона розплаву, зонна плавка, контроль.

#### Вступ

Зонна плавка (zone melting) як один з методів перекристалізації речовини знаходить широке застосування в наукових дослідженнях, в технології очищення кристалів, металів, органічних речовин і надчистих напівпровідників, які є основою сучасної мікроелектроніки та інших важливих галузей науки і техніки. Зокрема, електронно-променева безтигельна зонна плавка по праву вважається однією із найбільш перспективних технологій отримання матеріалів із заданими властивостями.

Очевидно, що належна якість продукції може бути забезпечена тільки при дотриманні технологічних вимог щодо найважливіших параметрів плавки – температури та висоти зони розплаву (ЗР), що крім досконалої технології плавки вимагає адекватних методів і технічних засобів контролю. Такі методи і технічні засоби повинні забезпечити вимірювання параметрів плавки на рівні сучасних вимог протягом всього циклу плавки, а також створити умови для накопичення експериментального матеріалу щодо перебігу плавки, який буде використаний для розробки як методології контролю, так і подальшого вдосконалення самої технології.

Після проведення плавки концентрація домішок в кристалі змінюється і визначається кривою розподілу, на якій виділяють ділянку зменшеної концентрації та ділянку збільшеної концентрації. Очевидно, що найбільш повно переваги зонної плавки проявляються при багатократному повторенні процесу.

Найважливішими параметрами зонної плавки, що визначають її якість, є висота і форма зони та розподіл температури по її поверхні. Зміни висоти ЗР та градієнтів температури впливають на форму та розмір ділянки кристалізації, що створює передумови для погіршення якості кристалу через виникнення локаль-

них ділянок перенасичення домішками.

При виконанні експериментальних досліджень в ІЕЗ ім. Є. О. Патона проводилась реєстрація цифрових зображень кристалу кремнію на різних стадіях плавки і було накопичено великий обсяг матеріалу, що дало можливість зробити ряд важливих висновків про характер формування поля яскравості ЗР.

Мета даної роботи—узагальнення експериментального матеріалу щодо особливостей формування поля яскравості ЗР кремнію для використання при створенні методів і засобів контролю параметрів електронно-променевої безтигельної плавки.

### Формування зони розплаву в об'ємі кристалу

Процес плавки кремнію триває зазвичай 2...2.5 години і включає стадії розігріву, утворення рідкої фази на поверхні, формування ЗР в об'ємі кристалу, робочу стадію, яка полягає в переміщенні ЗР вздовж кристалу з наступною кристалізацією на межі рідкої і твердої фаз. На рис.1 показано цифрове зображення кристалу на стадії розігріву перед появою першої ділянки рідкої фази. В твердій фазі підвищення температури поверхні супроводжується збільшенням її яскравості. Формування рідкої фази на поверхні кристалу починається з утворення мікроділянки розплаву (рис. 2), яскравість якої миттєво зменшується.

Вказана обставина пояснюється зміною коефіцієнту випромінювальної здатності кремнію ( $\epsilon_T=0.64$  в твердому стані при температурі, близькій до температури фазового переходу, і  $\epsilon_P=0.46$  в рідкому [1]). Розрахункове падіння сигналу можна оцінити за формулою  $\Delta A = A_{\max} \cdot (1 - \epsilon_P / \epsilon_T) = 39$  ум. од.



Рис. 1. Стадія розігріву перед появою першої ділянки рідкої фази.



Рис. 2. Поява першої ділянки рідкої фази (права сторона кристалу)

Використання телевізійних засобів для дослідження оптичних полів та розробка спеціалізованого апаратно-програмного комплексу дозволили зробити суттєвий крок в напрямку вирішення проблеми вимірювання параметрів ЗР. Спеціально для технології зонної плавки кремнію нами обґрунтований метод вимірювання температури, який базується на тому, що коефіцієнти випромінювальної здатності кремнію в твердій та в рідкій фазах постійні і при цьому їх значення відомі [2]. За відому температуру  $T_0$  вибираємо температуру плавлення кремнію – 1685 К.

Подальша передача тепла в об'єм кристалу приводить до повного проплав-

лення – в тілі кристалу утворюється об’ємна ЗР (рис. 3).

Звертаємо увагу на незначне радіальне зміщення верхньої (над ЗР) частини кристалу по відношенню до нижньої, що має місце через незначні відхилення в конструкції верхнього і нижнього фіксаторів кристалу.

### Фактор розкиду значень висоти зони розплаву

В загальному випадку висота зони  $h_z$  обчислюється як різниця між координатами точок, що визначають нижню та верхню межі зони, наприклад, вздовж осі  $Y$  (рис.4).

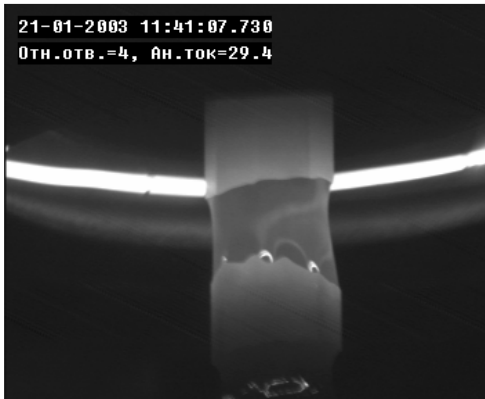


Рис. 3. Повне проплавлення

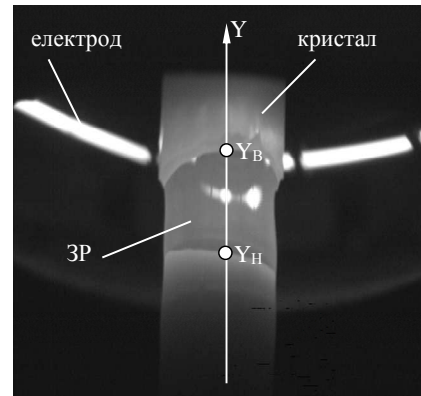


Рис. 4. Робоча стадія плавки

В той же час поняття межі ЗР потребує уточнення, оскільки в реальних умовах межа ЗР, як видно з рис. 4, має складну форму. Отже, надалі межу зони можна визначати або для фіксованої координати  $X$  по периметру зони, або як середнє значення всіх координат  $Y$  для вказаного діапазону координат  $X$ . Така невизначеність є джерелом похибок вимірювання висоти ЗР.

Специфіка формування вимірювального сигналу в даній задачі полягає також в тому, що сигнал  $A_B$ , утворений пікселом, який розташований на зображенні верхньої межі ЗР, є випадковим і в ході плавки безперервно змінюється. У кожний момент часу його значення знаходиться в інтервалі  $A_P < A_B < A_T$ , де  $A_P$  і  $A_T$  – середні значення сигналів піксел, «розташованих» повністю в межах зображення рідкої і твердої фаз відповідно. Аналогічно формується сигнал  $A_H$  нижньої межі. Оскільки лінія межі ЗР може довільно перетинати піксел, що є причиною виникнення випадкових похибок, то максимальна абсолютна похибка визначення координати  $\Delta Y$  дорівнює розміру піксела  $\Delta_{pix}$  у вздовж цієї координати.

Використовуючи залежність вихідного сигналу піксела від співвідношення між його ділянками з різними освітленістями та враховуючи лінійний характер змін яскравості в перехідній області, можна збільшити точність визначення координати межі ЗР. Виходячи з оцінки сигналів, які формуються при переході з твердої фази в рідку і навпаки, можна стверджувати, що із заданою імовірністю в межах піксела можна розрізнити  $N > 1$  ділянок. З цього випливає, що при лінійному розмірі піксела  $\Delta_{pix}$  можлива ідентифікація положення межі ЗР з точністю до ділянки розміром  $\Delta_{pix}/N$ .

На рисунках 5,а, 5,б, 5,в показано можливі варіанти перетину піксела зображенням однієї з меж ЗР для випадку  $N=3$ , а на рисунках 5,г, 5,д, 5,е відповідні діаграми сигналів. Аналогічна ситуація може скластися на іншій межі. Зрозуміло, що точність вимірювання висоти в першу чергу залежить від точного виділення контуру межі. Точне виділення контуру важливе як при визначенні висоти ЗР для будь-якої координати, так і при визначенні середнього значення висоти по периметру. Виділення контурів меж ЗР реалізується алгоритмами адаптивного пошуку, блок схема яких зображена на рис. 6.

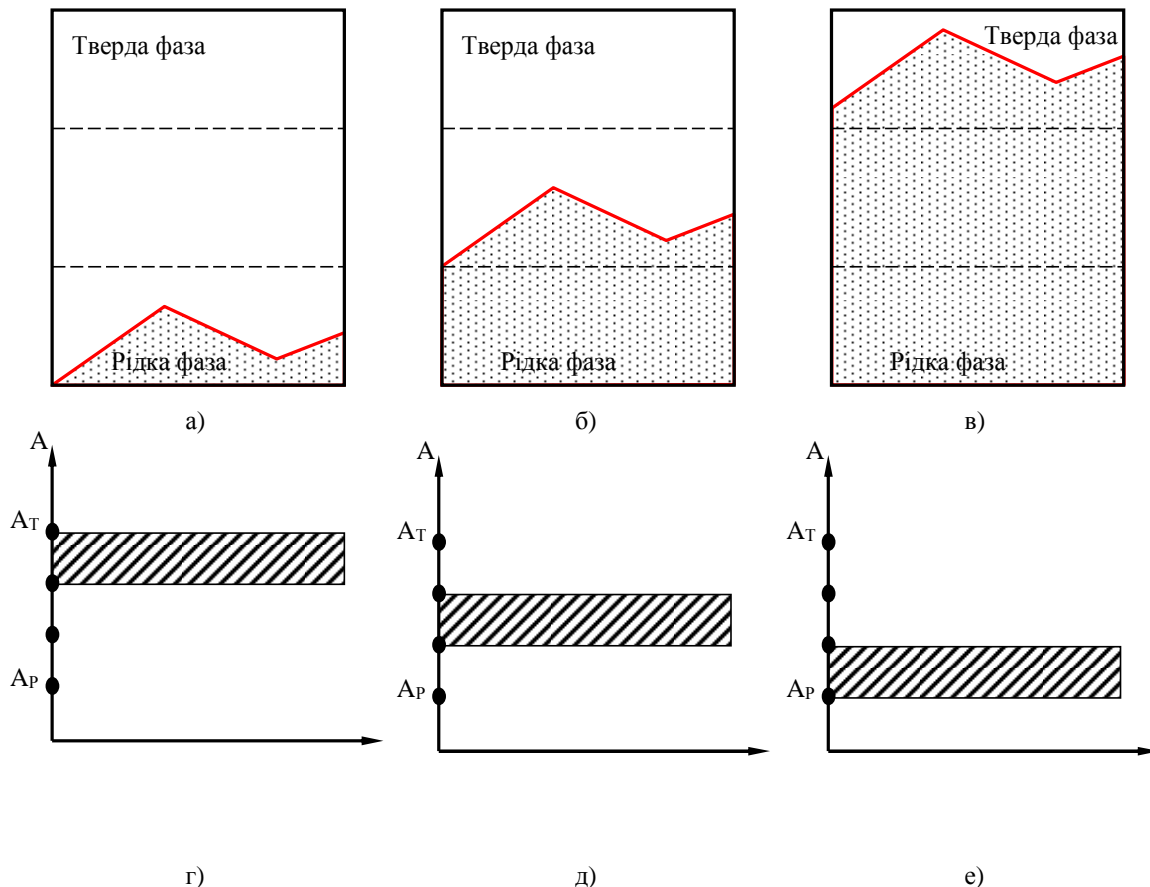


Рис. 5. Варіанти перетину піксела ( $i; j$ ) зображенням межі (а, б, в) та відповідні діаграми сигналів (г, д, е)

В основі процедури виділення контуру покладено принцип визначення відносної зміни рівня сигналу. В зображенні виділяється окрема строчка, на якій послідовно від початку з кроком 1 піксел умовно формується маркер Mark певної довжини (procedure DetectBord, рис. 6,б). Маркер поділяється на дві рівні за довжиною частини та обчислюються середні рівні сигналів Rlevel та Llevel на кожній з цих частин (procedure ProcMarker, рис. 6,а). Якщо різниця цих середніх рівнів Dlevel перевищує певну задану величину, вважаємо, що середина маркера знаходиться на межі. Якщо потрібно визначити не одну межу, вводять додатковий самостійний маркер, який просувається з кінця строчки. Таке саме визначення провадиться для кожної строчки зображення.

Алгоритм, що зображено на рис.6,в, формує масив відстаней до меж Border та знаходить максимальну відстань  $Dpos_{max}$  та номер строчки Dline, що їй відповідає. Масив відстаней може бути переданий до інших частин програми для додаткових обчислень.

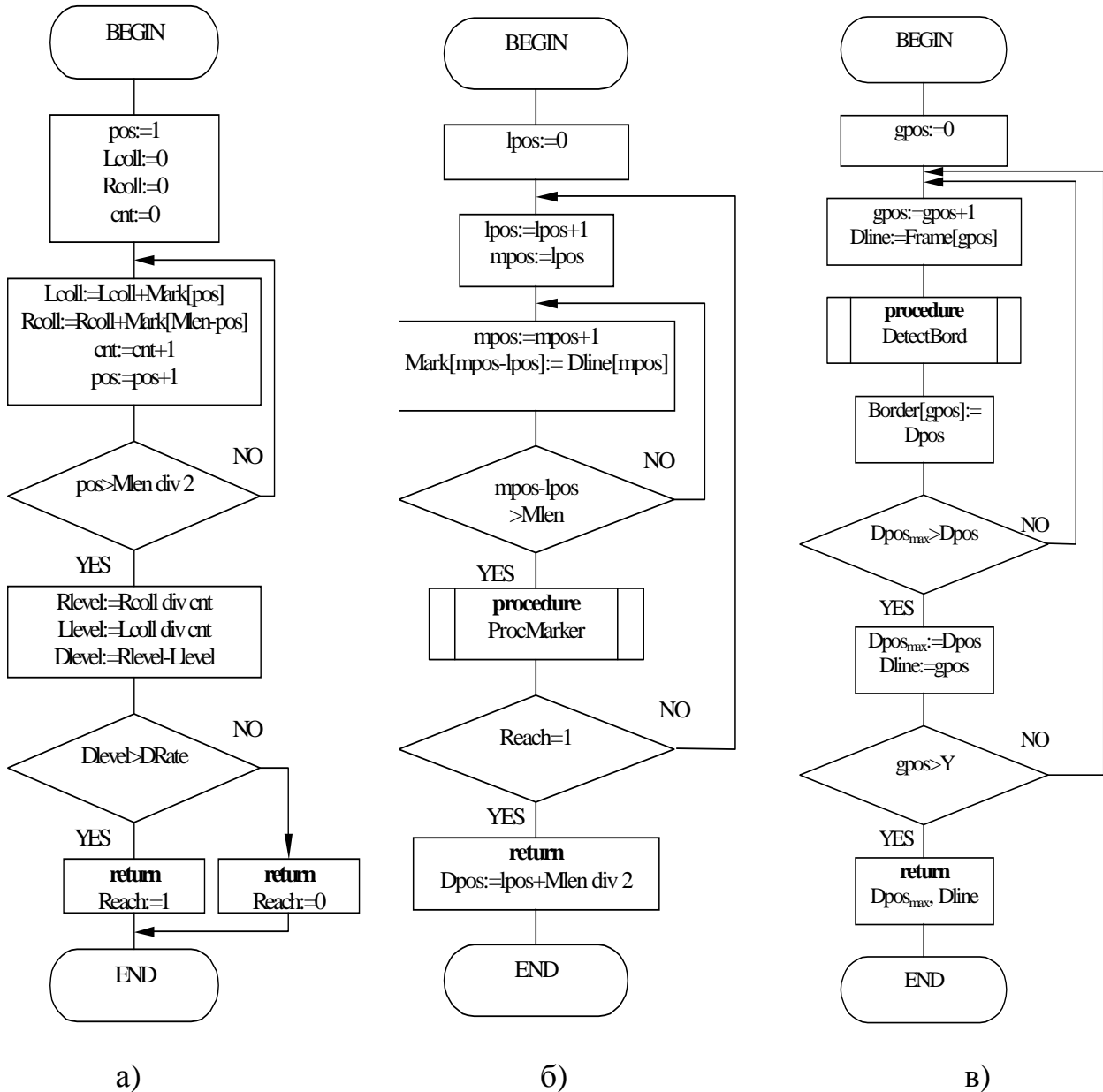


Рис. 6. Алгоритми процедури адаптивного пошуку меж, де: а) алгоритм прийняття рішення окремим маркером **ProcMarker**, б) алгоритм проходження лінії растра **DetectBord**, в) алгоритм проходження растра та формування масиву відстаней

Аналіз експериментальних результатів та особливостей роботи комплексу дозволив зробити висновок про те, що для будь-якої температури існує значення висоти, підтримання якого в процесі плавки забезпечує відповідність розрахункового і реального режимів плавки.

Певним чином форму зони плавки характеризує форма ділянки

кристалізації, де відбувається перемішування речовини в рідкій фазі з подальшою кристалізацією, чим, власне, і визначається рівномірність розподілу домішок. Для кожного кристалу існує певне максимальне значення висоти  $h_{\max}$ , при якому зона може бути стабільною. Отже,  $h_{\max}$  повинно бути віднесено до критичних параметрів, які підлягають постійному контролю. Стабільність висоти зони є однією з головних умов, при дотриманні якої може бути забезпечений, наприклад, високий ступінь очистки.

З огляду на практику для кількісної характеристики доцільно ввести фактор розкиду значень висоти ЗР по периметру, визначивши його у такий спосіб

$$\xi_h = 1 - \frac{h_{\min}}{h_{\max}}, \quad (1)$$

де  $h_{\min}$ ,  $h_{\max}$  — мінімальне та максимальне значення висоти.

Вочевидь, для кожного кристалу існує максимально допустиме значення  $\xi_{\max}$ , при перевищенні якого ЗР вироджується в пляму на поверхні кристалу. При проведенні особливо відповідальних операцій або якщо в процесі плавки передбачається апробація нового режиму, імовірно пов'язаного з руйнуванням рідкої фази, доцільно запровадити постійний контроль поточного значення  $\xi_h$  та його порівняння з максимально допустимим значенням  $\xi_{\max}$ .

### Формування поля яскравості поверхні зони плавки

Принциповою особливістю зонної плавки кремнію з точки зору формування поля яскравості є наявність двох рознесених у часі діапазонів зміни яскравості (рис. 7).

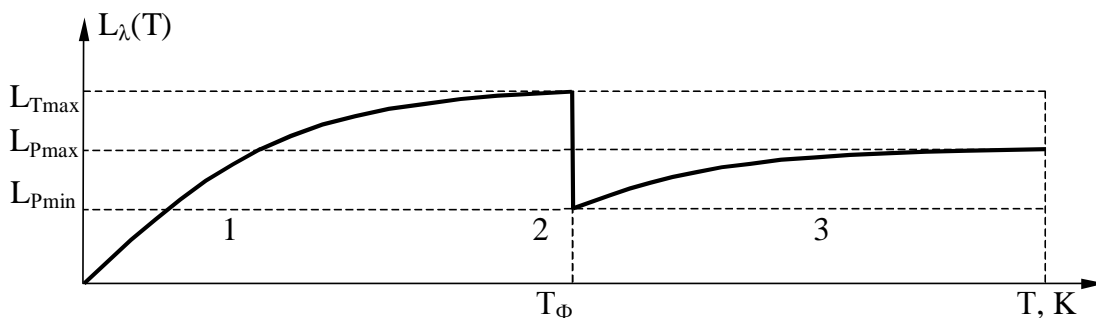


Рис. 7. Зміни яскравості поверхні ЗР, де: 1 – тверда фаза, 2 – фазовий перехід, 3 – рідка фаза.

Перший – визначає поле яскравості в твердій фазі в межах дії електронного пучка і при збільшенні температури характеризується зміною яскравості власного випромінювання до значення  $L_{T_{\max}}$ , яке визначається за формулою

$$L(\lambda)_{T_{\max}} = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_T(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_\phi}\right), \quad (2)$$

де  $C_1 = 3.74 \cdot 10^8$  Вт·мкм<sup>4</sup>·м<sup>-2</sup>;  $C_2 = 1.44 \cdot 10^4$  мкм·К;  $\lambda$  – довжина хвилі випромінювання;  $T_\phi$  – температура фазового переходу.

Прийнявши  $\varepsilon_T(\lambda)=0.64$ , а  $\lambda=0.68$  мкм, отримаємо  $L_{T_{\max}}=1.22 \cdot 10^7$  Вт/мкм·м<sup>2</sup>.

При температурі поверхні  $T_{\Phi}$  відбувається перехід із твердої в рідку фазу і яскравість миттєво зменшується до значення, яке визначається за формулою

$$L(\lambda)_{P_{min}} = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_P(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T'_{\Phi}}\right), \quad (3)$$

де  $T'_{\Phi}$  – початкова температура рідкої фази.

Прийнявши  $\varepsilon_P(\lambda)=0.46$ , та з врахуванням того, що  $T_{\Phi} \approx T'_{\Phi}$ , отримаємо  $L_{P_{min}}=0.88 \cdot 10^7$  Вт/мкм $\cdot$ м $^2$ . При подальшому нагріві температура рідкої фази підвищується, а її яскравість в кожний момент часу визначається за формулою

$$L(\lambda)_P = \frac{C_1}{\lambda^5} \varepsilon_P(\lambda) \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_P}\right). \quad (4)$$

де  $T_P$  – поточне значення температури рідкої фази.

Другий діапазон визначає поле яскравості на поверхні рідкої фази і характеризується зміною яскравості від  $L_{P_{min}}$  до  $L_{P_{max}}$ . Максимальне значення яскравості поверхні  $L_{P_{max}}$  в рідкій фазі обмежене потужністю електронного пучка.

Представлені матеріали можуть бути використані при створенні ефективних методів і засобів контролю параметрів зони розплаву на різних стадіях плавки, що дозволить вдосконалити технологію електронно-променевої безтигельної плавки кремнію.

### Висновки

Проведено узагальнення експериментального матеріалу щодо особливостей формування поля яскравості зони розплаву кремнію на різних стадіях плавки. Акцентовано увагу на тих особливостях формування поля яскравості, які можуть бути використані при створенні нових та вдосконаленні існуючих методів і засобів контролю параметрів електронно-променевої безтигельної плавки.

Запропоновано віднести до критичних параметрів, які підлягають постійному контролю, максимальне значення висоти зони розплаву, при якому вона може бути стабільною, а також ввести в розгляд фактор розкиду значень висоти зони розплаву по периметру і запровадити в ході плавки його постійний контроль та порівняння з максимально допустимим значенням для кожного кристалу.

Представлені аналітичні вирази для розрахунку яскравості власного випромінювання поверхні рідкої фази кремнію в функції поточного значення температури.

### Література

1. Allen F. G. Emissivity at 0.65 Micron of Silicon and Germanium at High Temperatures // Journal of Applied Optics. – 1957. – № 12. – P. 1510 – 1511.
2. Porev V., Kulikova O. The Mathematical Simulation for the Temperature Fields Research // Proceedings of fourth Ukraine-Russia-China Symposium on Space Science and Technology. – Kyiv: NSAU. – 1996. – P. 788 – 790.

Надійшла до редакції  
23 вересня 2014 року

© Порев В. А., Порев Г. В., 2014