*Методи та прилади контролю якості. – 2015. – № 2. – С. 93-97.*

УДК 621.307.13

КОНТРОЛЬ висоти ЗОНИ РОЗПЛАВУ в технології ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ БЕЗТИГЕЛЬНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ КРЕМНІЮ

***В.А. Порєв, Г.В. Порєв***

*Національний технічний університет України «КПІ»*

*03056, пр. Перемоги, 37, Kиїв, Україна*

[*prof@barvinok.net*](mailto:prof@barvinok.net)

Обґрунтовано новий підхід до контролю висоти зони

розплаву в процесі безтигельної зонної плавки кремнію,

який враховує експериментально встановлені

особливості формування поля яскравості.

Обоснован новый подход к контролю высоты зоны расплава в процессе бестигельной зонной плавки кремния, учитывающий экспериментально установленные особенности формирования поля яркости.

The new approach to the evaluation of the height of the melting zone during the crucible-less zoned melting process for silicon is substantiated. This new approach takes into account the experimentally established specifics of the brightness field formation.

**Вступ**

Зонна плавка як один із методів перекристалізації речовини знаходить сьогодні широке застосування в наукових дослідженнях, в технології очищення кристалів, металів, напівпровідників, органічних речовин та при створенні матеріалів з заданим розподілом домішок. Зонна плавка може проводитись як в тиглі (контейнері), так і безтигельним методом. Матеріали з температурою плавлення більшою 1500 К (наприклад, для кремнію — 1685 К) допускають тільки безтигельну зонну плавку, оскільки в рідкій фазі вони хімічно активні.

Технологія зонної плавки полягає у створенні та переміщенні вздовж зразка вузької розплавленої зони, для чого можуть використовуватися різні методи [1]. Великого поширення сьогодні набув метод електронно-променевої безтигельної зонної плавки, який реалізується в вакуумній камері, а зона розплаву формується під дією електронного пучка. Найважливiшими параметрами зонної плавки, що визначають її якiсть, є висота, форма зони розплаву (ЗР) і ділянки кристалізації, незмінність швидкості переміщення та розподiл температури по її поверхнi. На сьогодні зонна плавка сформувалась в потужну галузь виробництва матеріалів із заданими властивостями, але незважаючи на безперервний розвиток теоретичної бази та вдосконалення технологічного процесу проблема контролю її геометричних параметрів залишається актуальною.

Використання телевізійних інформаційно – вимірювальних систем дозволило вперше отримати достовірні експериментальні результати щодо розподілу температури на поверхні рідкої фази після повного проплавлення та про геометрію ЗР [2]. Але неоднозначний характер формування поля яскравості поверхні рідкої фази, зокрема, вплив випромінювання сторонніх джерел, відбитого від поверхні зони плавки, який є причиною систематичної похибки, не дозволяє отримати необхідну сьогодні точність вимірювання висоти ЗР.

Метою даної роботи є обгрунтування нового підходу до контролю висоти ЗР в процесі плавки, який би враховував експериментально встановлені особливості формування поля яскравості на її поверхні.

**Особливості формування поля яскравості зони розплаву**

Форма зони плавки в рідкій фазі в земних умовах, в першу чергу, визначається впливом сили тяжіння, силами поверхневого натягу, потужністю та стабільністю електронного променю, а ще дефектами чи їх вiдсутнiстю у джерела електронiв та фокусуючого поля i характеризується висотою зони hз та фактором форми.

Фактор форми визначає несиметричнiсть профiлю зони розплаву i, якщо сам зразок не має вiдповiдного дефекту, вказує на наявнiсть дефектiв джерела електронiв та фокусуючого поля.

В ході попередніх досліджень було накопичено великий обсяг експериментального матеріалу, що дало можливість зробити ряд важливих висновків про характер формування поля яскравості ЗР, зокрема уточнити поняття її висоти. В загальному випадку висота зони hз обчислюється як різниця між координатами точок, що визначають нижню та верхню межі зони, наприклад, вздовж вісі Y.

В реальних умовах межа ЗР, як видно з рис.1, має вигляд лінії складної форми. Більш детально фрагменти верхньої і нижньої меж ЗП кремнію показано на рис.2.

|  |  |
| --- | --- |
| Рис.1. Зображення ЗР із значними змінами в висоті по периметру | C:\PHOTOGRA\upzone.bmp  а)  C:\PHOTOGRA\dzone.bmp  б)  Рис.2. Фрагменти зображень ЗР кремнію: а — верхня межа, б — нижня межа |

Отже, мова може йти або про визначення висоти по заданій координаті, або про знаходження середньої величини та екстремальних значень. Межу зони можна визначати як координату нижньої YН чи верхньої YВ границь ЗР для фіксованої координати, або як середнє значення всіх координат Y по периметру (відповідно, висота зони hз=YВ−YН).

При цьому для кожного кристалу існує певне максимальне значення висоти hmax, при якому зона ще може бути стабільною. Отже, hmax 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. Для досягнення високого ступеня очистки іноді застосовують метод програмованої зміни висоти зони, який полягає в тому, що в останніх циклах висота зони підтримується меншою порівняно з першими. Окрім цього, всі інші випадкові зміни величини hз приводять до погіршення якості кристалу.

Сучасні електронні засоби стабілізації струму забезпечують можливість утворення і підтримки на поверхні зони плавки стабільного і симетричного температурного поля. Але в ході плавки можлива, наприклад, локальна деформація електроду, або локальне зниження емісійної здатності, що веде до додаткових температурних градієнтів, тобто до порушення кільцевої симетрії температурного поля. Ця асиметрія приводить до перекосу ділянки кристалізації, а відомо, що її форма також впливає на якість плавки. Оскільки такий дефект не може бути виправлений в ході плавки, електрод підлягає зміні. Отже, своєчасне виявлення асиметрії температурного поля шляхом вимірювання висоти ЗР є надзвичайно важливою задачею.

Просторовi та часовi флуктуацiї електронного пучка також призводять до локальних порушень розподiлу температури поля по поверхнi кристалу, що негативно впливає на якiсть плавки. Зокрема, в [3] зазначається, що асиметрія температурного поля негативно впливає на розподіл домішок по перерізу кристала – збільшує їх концентрацію в одних ділянках та зменшує в інших.

Для компенсації впливу можливої асиметрії температурного поля в деяких пристроях зонної плавки кристал обертається навколо осі. При цьому сукупна дія обертового та лінійного рухів приводить до вирівнювання температурного поля, що супроводжується змінами концентрації по спіралі. Детальний аналіз поля яскравості на поверхні зони в рідкій фазі вздовж вісі Y (рис.1) виявив наявність закономірного характеру розподілу температури, що обумовлено структурою електронного пучка. Для дослідження кореляційного зв’язку в розподілі температури на поверхні ЗР були сформовані числові ряди значень температури — при наявності (ряд 1) та при відсутності (ряд 2) обертового руху, які показали пракично однаковий характер розподілу температури в усіх вертикальних перерізах (рис.3.).

Рис.3. До визначення коефіцієнту кореляції між розподілами температури

Для визначення коефіцієнту кореляції між розподілами температури при різних режимах була використана формула [4]

 (1)

де *x*1i, *x*2i — значення сигналу в *i*-й точці перерізу,

N — кількість точок в перерізі.

Дослідження виконані при 200 повних обертах кристалу за умови, що N=80. Отримано середнє значення коефіцієнту кореляції rxy=0.923, що свідчить про наявність кореляційного зв’язку в розподілі температури на поверхні ЗР при наявності та при відсутності обертового руху.

Друга проблема пов’язана з виявленим в ході експериментів ефектом віддзеркалення випромінювання електроду у вхідну апертуру (рис.4).

а) б)

Рис.4. Зображення електроду на поверхні ЗР: а) — вигляд зони,

б) — розподіл сигналу висоті зони.

Цей ефект спостерігається тільки в рідкій фазі, коли поверхня зони є дзеркалом складної форми. Картина змінюється під час руху електрода та внаслідок змін форми зони.

Отже, алгоритм вимірювання висоти зони, який базується на визначенні відстані по ординаті між ділянками із заданим контрастом, може привести до значних похибок через появу на цій ординаті додаткових контрастних ділянок. Уникнути цих похибок можна, застосовуючи амплітудну фільтрацію в межах зони, орієнтуючись на те, що сигнал, утворений ділянкою зображення електрода значно більший за сигнал, утворений сусідніми ділянками (рис.4). Але практична реалізація такого алгоритму була визнана недоцільною, оскільки процес зонної плавки супроводжується швидкими і випадковими змінами віддзеркаленого потоку.

Нами запропоновано застосовувати адаптивний алгоритм, який передбачає, що аналіз висоти провадиться по ординаті тільки при наявності двох контрастних ділянок. При появі додаткової контрастної ділянки алгоритм забезпечує зустрічний рух нижнього і верхнього маркерів з початкових точок, що знаходяться за межами ЗР. При цьому на кожному кроці визначається знак і величина зміни сигналу. При досягненні попередньо встановленої порогової величини зміни сигналу координати маркерів фіксуються і визначається hз. В такий спосіб повністю виключається вплив віддзеркаленого зображення електроду.

Зауважимо, що наявність градієнтів температури, яка вище розглядалась як негативний фактор, що породжує флуктуації домішок, а отже перешкоджає отриманню кристалів з однорідною конце нтрацією, може бути, в свою чергу, компонентом програмованої технології отримання матеріалів з наперед заданими властивостями.

При обгрунтуванні методики визначення висоти ЗР була врахована специфіка формування рідкої фази та перебігу процесу плавки.

На рис.5 подані умовне зображення ЗР та відповідні значення сигналів, утворених пікселами світлоелектричного перетворювача (СЕП), які розташовані з обох боків близько її верхньої межі.



Рис.5. Відносні значення сигналів, які утворюються на межі зони.

Значення сигналів Ai, утворених пікселами, які “розташовані” на зображенні межі ЗР, знаходяться в інтервалі Aр<Ai<Aт, де Aр, Aт — сигнали, які формуються пікселами, “розташованими” на зображеннях ділянок рідкої і твердої фаз.

Оскільки безпосередньо на межі ЗР температури ділянок твердої та рідкої фаз практично однакові, то відмінності в їх яскравості обумовлені головним чином, відмінностями в величинах коефіцієнтів випромінювальної здатності поверхонь в твердій εT та в рідкій εР фазах.

Сигнал A­В, утворений пікселом, який розташований на зображенні верхньої межі ЗР, є випадковим і в ході плавки безперервно змінюється. В кожний момент часу його значення знаходиться в інтервалі AР<AВ<AТ, де AР і AТ — середні значення сигналів піксел, розташованих повністю в межах зображення рідкої і твердої фаз відповідно. Аналогічно формується сигнал A­Н нижньої межі. Така невизначеність координат меж приводить до похибки вимірювання висоти ЗР. При цьому підвищення точності вимірювання неможливе без дослідження характеру формування сигналів на межах ЗР та розробки відповідних методик і алгоритмів. Зрозуміло, що форма ділянки кристалізації, де відбувається перемішування речовини в рідкій фазі, чим, власне, і визначається рівномірність розподілу домішок, певним чином характеризує форму зони плавки, а отже і значення її висоти. Факично між твердою і рідкою фазами, які з точки зору формування світлового потоку характеризуються постійними в процесі параметрами, розташована ділянка, яскравість якої змінюється від максимального значення (при εT=0.64) до мінімального (при εР=0,46) при переході з твердої фази в рідку і навпаки. Ширина ділянки обумовлена фізичними механізмами формування рідкої фази та кристалізації з розплаву. Різкі зміни динаміки про цесу та градієнтів температури також істотно впливають на форму та положення ділянки кристалізації, що створює передумови для погіршення якості кристалу через виникнення локальних ділянок перенасичення домішками.

При побудові методики підвищення точності визначення координат за допомогою телевізійних засобів враховані особливості поля яскравості ЗР. Оскільки мова йде про підвищення точності визначення координат меж ЗР, то світлосигнальну характеристику розглядаємо в діапазоні від мінімального значення AР, яке відповідає яскравості рідкої фази на межі фаз, до максимального AТ, яке відповідає яскравості твердої фази на цій же межі.

На рис.6 подано розподіл яскравості (сигналу) в нижній частині ЗР, з якого видно, що ділянка на межі фаз має ширину близько 0.3 мм. (В монографіях [1,3] вказується, що ширина ділянки кристалізації знаходиться в межах 0.15…0.35 мм). З рис.6, де показано зміни сигналу на межі твердої і рідкої фаз, можна також зробити висновок про лінійний характер змін яскравості в перехідній області.

Рис.7 ілюструє роботу адаптивного алгоритму визначення висоти ЗР при проведенні плавки зі швидкістю переміщення ЗР 100 мм/год. Висота ЗР обчислювалась в пікселах як різниця середніх значень координат Yн та Yв в межах прямокутного фрагменту.

|  |  |
| --- | --- |
|  |  |
| Рис.6. Розподіл яскравості поверхні ЗР (нижня межа) | Рис.7. Скріншот робочого вікна програми, hз=146 pix, V=100 мм/год. |

Відзначені особливості формування сигналу були враховані при вдосконаленні алгоритму адаптивного пошуку межі ЗР, що забезпечило контроль висоти ЗР в процесі плавки на рівні сучасних вимог.

# Висновки

1. Обґрунтовано новий підхід до вимірювання висоти ЗР в процесі плавки, який враховує експериментально встановлені особливості формування поля яскравості на її поверхні та на межі фаз, що створює передумови для вдосконалення існуючих і розробки більш ефективних методик контролю висоти ЗР.
2. Встановлено, що алгоритм вимірювання висоти зони, який базується на визначенні відстані по ординаті між ділянками із заданим контрастом, може привести до значних похибок через появу на цій ординаті додаткових контрастних ділянок, наприклад, віддзеркаленого зображення електроду.
3. Розроблений і апробований адаптивний алгоритм, який при появі додаткової контрастної ділянки забезпечує зустрічний рух нижнього і верхнього маркерів з початкових точок, що знаходяться за межами ЗР і в такий спосіб повністю виключає вплив віддзеркаленого зображення на результат вимірювання.

# Перелік посилань

1. Пфанн В. Зонная плавка.—М.: Мир, 1970.— 366 с.
2. Порєв В.А., Порєв Г.В. Концептуальні аспекти використання приладів з електронним розгортанням зображення для аналізу оптичних полів // Наукові вісті НТУУ “КПІ”.—2001.—№ 1.—С.56-61.
3. Шиллер З., Гайзиг У., Панцер З. Электронно-лучевая технология: Пер. с нем.—М.: Энергия, 1980.— 528 с.
4. Бендат Дж., Пирсол А. Прикладной анализ случайных данных: Пер. с англ.—М.:Мир, 1989.— 540 с.