УДК 621.307.13

КОНТРОЛЬ ТЕМПЕРАТУРНОГО РЕЖИМУ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ БЕЗТИГЕЛЬНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ КРЕМНІЮ

В. А. Порєв

Національний технічний університет України «КПІ» пр. Перемоги, 37, Київ, 03056,Україна,
e-mail: prof@barvinok.net

Обгрунтований новий метод компенсації систематичної похибки вимірювання температури, обумовленої відбитим від поверхні зони плавки випромінюванням електроду. Описаний алгоритм експериментальної оцінки перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію. Представлено експериментально отримані криві розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу у сукупності послідовних кадрів.
Ключові слова: контроль, температурний режим, кремній, безтигельна зона плавки, температура, вакуумна камера, світлоелектричний перетворювач.

Обоснованный новый метод компенсации систематической погрешности измерения температуры, обусловленной отраженным от поверхности зоны плавки излучением электрода. Описанный алгоритм экспериментальной оценки превышения температуры поверхности жидкой фазы над температурой плавления кремния. Представлены экспериментально полученные кривые распределения яркости вдоль вертикальной оси кристалла в совокупности последовательных кадров.
Ключевые слова: контроль, температурный режим, кремний, безтигельной зона плавки, температура, вакуумная камера, свитлоелектричний преобразователь.

Justified new method to compensate for systematic errors in measuring the temperature of the surface caused by reflected radiation zone melting electrode. The algorithm experimental evaluation of the excess surface temperature of the liquid phase on the melting point of silicon. The experimental curves obtained brightness distribution along the vertical axis of the crystal together consecutive shots.
Keywords: control, temperature control, silicon, beztyhelna zone melting temperature, vacuum chamber, svitloelektrychnyy converter.

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 у вакуумній камері, а зона розплаву формується під дією електронного пучка.

На сьогодні зонна плавка сформувалась у потужну галузь виробництва матеріалів з заданими властивостями, але, незважаючи на безперервний розвиток теоретичної бази та вдосконалення технологічного процесу, проблема контролю температурного режиму плавки не може вважатися вирішеною. Свого часу автор методу зонної плавки В. Пфанн, аналізуючи ситуацію, яка склалася наприкінці минулого століття, відзначив, що “головною перешкодою на шляху досягнення досконалої кристалічної будови при зонній плавці треба вважати незадовільний контроль температури”

[1]. Основними причинами такого положення є, по-перше, брак інформації про механізм формування температурного поля. Теоретичне моделювання температурних полів базується на диференційних рівняннях теплопровідності, які розв'язують разом із рівняннями граничних умов (початкових та крайових). Очевидно, що коректність розв'язку залежить від достовірності крайових умов, тобто значень температурного поля при заданих аргументах. В той же час відомі методики задання крайових умов при моделюванні температурного поля базуються на певних припущеннях або на емпіричних залежностях, встановлених для подібних задач, що є джерелом похибок, які складно оцінити.

По-друге, особливості технології зонної плавки виключають можливість використання найбільш точних і технологічно досконалих контактних технічних засобів вимірювання температури, внаслідок чого контроль температурного режиму електронно-променевої безтигельної зонної плавки може бути реалізований тільки шляхом використання пірометрів випромінювання, точність яких обумовлюється адекватністю моделі поля яскравості (температурного поля поверхні зони розплаву) стосовно конкретної задачі.

Отже, проблема виявлення закономірностей формування температурного поля зони плавки і проблема його контролю залишаються актуальними і до цього часу.

При цьому на сьогодні отримано достатньо теоретичних та експериментальних даних про те, що тільки впровадження телевізійних інформаційно – вимірювальних систем у технологію контролю зонної плавки може забезпечити сучасні вимоги щодо обсягу виборки та точності вимірювання температури у реальному масштабі часу. Власне саме використання телевізійних інформаційно – вимірювальних систем дозволило вперше отримати достовірні експериментальні результати щодо розподілу температури на поверхні рідкої фази після повного проплавлення. Але неоднозначний характер формування поля яскравості поверхні рідкої фази (вплив випромінювання сторонніх джерел, відбитого від поверхні зони плавки, локальні перевищення температури поверхні над температурою фазового переходу тощо), який є основною причиною систематичної похибки, не дозволяє отримати необхідну сьогодні точність вимірювання температури.

Метою даної роботи є обгрунтування нового підходу до компенсації систематичної похибки вимірювання температури шляхом створення методу вимірювання, який враховує експериментально встановлені закономірності розподілу яскравості на поверхні рідкої фази.

Особливості формування поля яскравості зони плавки кремнію

З точки зору формування вхідного сигналу на поверхні зони плавки задано чотири просторові функції: температура – $T(x,y)$, коефіцієнт випромінювальної здатності – $\varepsilon(x,y)$, коефіцієнт відбиття – $\rho(x,y)$ та освітленість – $E(x,y)$, утворена випромінюванням сторонніх джерел (електроду та відбитим випромінюванням різного походження). Просторові функції $T(x,y)$, $\varepsilon(x,y)$ формують просторову функцію яскравості $L_0(x,y)$ власного випромінювання поверхні зони плавки, а просторові функції $E(x,y)$, $\rho(x,y)$ формують просторову функцію яскравості $L_в(x,y)$ випромінювання, відбитого від поверхні зони плавки.

Якщо зазначені компоненти потоку випромінювання розглядаються для елементарного фрагменту зони плавки на одній і тій же ефективній довжині хвилі $\lambda_е$, то мову треба вести про спектральну яскравість $L_Ф(\lambda_е,T_р)$ власного випромінювання фрагменту поверхні зони плавки з температурою $T_р$, та про спектральну яскравість $L_в(\lambda_е)$ випромінювання, яке відбивається від поверхні зони плавки і потрапляє на світлоелектричний перетворювач (СЕП) телевізійної інформаційно – вимірювальної системи.

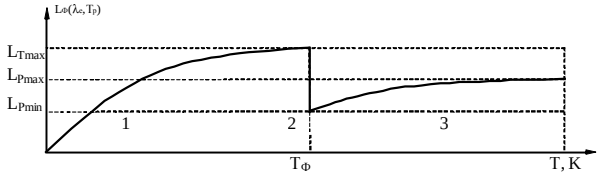
У відповідності з принципом суперпозиції у подальшому розглядаємо ефективну яскравість фрагменту поверхні $L_{ер}(\lambda_е,T_{ея})$, що визначається як сума яскравостей

$$L_{ер}(\lambda_е,T_{ея}) = L_Ф(\lambda_е,T_р) + L_в(\lambda_е), \qquad (1)$$

де $T_{ея}$ – деяке умовне значення температури, при якому яскравість поверхні дорівнювала б ефективній яскравості.

Проблема контролю полягає у тому, щоб у сумарному потоці якомога точніше виділити компоненту власного випромінювання $L_Ф(\lambda_е,T_р)$.

Принциповою особливістю зонної плавки кремнію з точки зору формування поля яскравості є наявність двох рознесених у часі діапазонів зміни яскравості власного випромінювання (рис. 1).



1 – тверда фаза, 2 – фазовий перехід, 3 – рідка фаза

Рисунок 1 – Зміни яскравості поверхні зони плавки

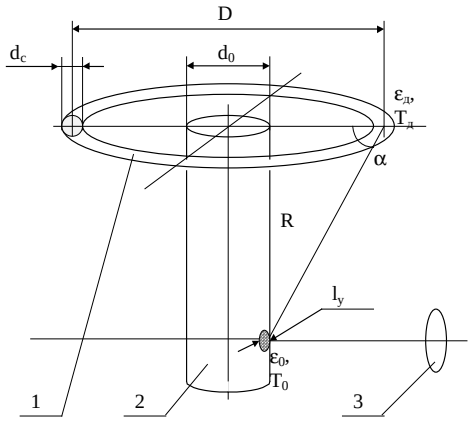
Перший діапазон визначає поле яскравості у твердій фазі в межах дії електронного пучка і при збільшенні температури характеризується зміною яскравості власного випромінювання до значення L_{Tmax}. При температурі поверхні T_Φ відбувається перехід з твердої в рідку фазу і яскравість миттєво зменшується до значення L_{Pmin}. При подальшому нагріві температура рідкої фази підвищується, а її яскравість, відповідно, збільшується. Отже, другий діапазон визначає поле яскравості на поверхні рідкої фази і характеризується зміною яскравості від L_{Pmin} до L_{Pmax} (рис. 1). Максимальне значення яскравості поверхні L_{Pmax} у рідкій фазі обмежене потужністю електронного пучка. Оскільки у відповідності з вимогами технології плавки постійному контролю підлягає, головним чином, температурне поле рідкої фази, то зменшення діапазону зміни сигналів дозволяє збільшити точність вимірювання їх значень, отже збільшити точність вимірювання температури.

Якщо яскравість $L_\Phi(\lambda_e, T_p)$ власного випромінювання фрагменту поверхні зони плавки однозначно пов'язана з температурою T_p, то формування компоненти відбитого випромінювання заслуговує окремого розгляду. По-перше, це може бути тільки випромінювання електроду, яке після відбиття від поверхні зони плавки формує компоненту з яскравістю $L_в(\lambda_e, T_д)$, де $T_д$ – температура електроду. По-друге, в складі цієї компоненти може бути також перевідбите випромінювання різного походження. На практиці в обох випадках для оцінки (компенсації) впливу випромінювання сторонніх джерел можуть застосовуватись розрахункові або апаратні методи чи їх комбінації.

Аналіз методів оцінки впливу випромінювання сторонніх джерел

Розрахункові методи оцінки впливу випромінювання сторонніх джерел найбільш повно висвітлені в роботі [2], особливо для випадку, коли температура стороннього джерела $T_д$ вища за температуру об'єкта T_o. Складність практичного використання цих методів полягає у тому, що вони розраховані для набору конкретних, порівняно простих задач, серед яких відсутня конфігурація конструктивних елементів, характерна для задачі електронно-променевої безтигельної зонної плавки у вакуумній камері.

В [3] нами вперше вирішена задача оцінки впливу випромінювання стороннього джерела для типової задачі безтигельної зонної плавки (у вакуумній камері електрод у формі кільця діаметром D та коаксиально розташований кристал кремнію діаметром d_0 (рис. 2)).



1 – електрод; 2 – зразок; 3 – об'єктив телевізійної інформаційно – вимірювальної системи

Рисунок 2 – Схема безтигельної зонної плавки в вакуумній камері

Отримана в [4] залежність для розрахунку яскравісної температури $T_я$ має такий вигляд:

$$T_я^{-1} = T_o^{-1} - \frac{\lambda_e}{C_2}\ln\left[\frac{1}{\varepsilon_0} - A_\Phi(1-\varepsilon_0)\frac{\varepsilon_д}{\varepsilon_0}\exp\left\{-\frac{C_2}{\lambda_e}\left(T_o^{-1} - T_д^{-1}\right)\right\}\right], \quad (2)$$

$$A_{\Phi} = \frac{2d_C d_0 D(1-d_0/D)\left(\arcsin\frac{l_y}{d_0}+\arccos\frac{d_0}{D}\right)}{\pi^2 R^3\left(\pi-2\arccos\frac{d_0}{D}\right)}\arccos\frac{d_C}{2R},$$

де R – відстань між поверхнею електроду та центром елемента, випромінювання якого аналізується; l_y – лінійний розмір фрагмента поверхні; d_s – діаметр нитки електроду; ε_∂, ε_0 – коефіцієнти випромінювальної здатності поверхні електроду та об'єкта.

У відповідності з (2) відносна похибка

$$\delta = T_0\frac{\lambda_e}{C_2}\ln\left[\frac{1}{\varepsilon_0}-A_\Phi(1-\varepsilon_0)\frac{\varepsilon_\partial}{\varepsilon_0}\exp\left\{-\frac{C_2}{\lambda_e}\left(T_o^{-1}-T_\partial^{-1}\right)\right\}\right], \quad (3)$$

Якщо значення d_0, d_C, D, R, l_Y, ε_∂, ε_0, λ_e не змінюються, то розрахункова похибка в діапазоні температур плавки не перевищуватиме 10 К. На сьогодні така точність вже не відповідає вимогам контролю температурного режиму електронно-променевої безтигельної зонної плавки кремнію. До того ж формулою (3), як і іншими подібними, у загальному випадку можна користуватися тільки для наближених оцінок впливу сторонніх джерел на результат аналізу температурного поля.

Більш коректними, на нашу думку, є апаратні методи оцінки впливу стороннього випромінювання, оскільки вони не претендують на загальність, а базуються на експериментальному визначенні необхідних параметрів в кожному конкретному випадку. При цьому можлива корекція результатів у реальному часі.

Серед відомих на сьогоднішній день апаратних методів оцінки (компенсації) впливу випромінювання сторонніх джерел найчастіше застосовуються методи спектральної фільтрації та екранування – повного або часткового, методи збільшення коефіцієнта випромінювальної здатності об'єкту та методи, які базуються на визначенні яскравості об'єкту або стороннього джерела при відомій температурі з подальшим введенням відповідних сигналів в розрахунковий алгоритм [2, 4].

Використання найбільш ефективного методу повного екранування у задачах контролю температурного режиму зонної плавки неможливе, оскільки і джерело нагріву, і джерело стороннього випромінювання є одним і тим самим фізичним об'єктом. Метод спектральної фільтрації дає задовільні результати тільки у випадку, коли між джерелом стороннього випромінювання і об'єктом можливе введення фільтра, що також неможливо внаслідок вищевказаної причини. Застосування часткового екранування або короткочасного виключення також проблематичне, оскільки будь-яке порушення розподілу щільності електронного пучка по поверхні кристалу призводить до зміни теплового режиму процесу плавки.

Експериментальне визначення складових систематичної похибки

Оскільки наявність випромінювання, відбитого від поверхні зони плавки, є основною причиною систематичної похибки вимірювання температури, то доцільним може виявитися застосування методу компенсації похибки шляхом введення поправки [5].

Суть методу полягає в тому, що додатково до потоку, утвореного власним випромінюванням поверхні та випромінюванням, відбитим від поверхні, окремо формується і спрямовується на СЕП потік випромінювання тільки стороннього джерела. Метод базується на припущенні, що значення коефіцієнту відбиття поверхні рідкої фази не змінюється у діапазоні від температури фазового переходу T_Φ до температури T, якій відповідає яскравість $L_{P\max}$ (рис. 1), тобто яскравість відбитого випромінювання у будь-який момент часу визначається тільки яскравістю електроду.

Ввівши в алгоритм формування сигналу додаткову компоненту, яка змінюється відповідно до змін яскравості електроду та утворивши алгебраїчну суму сигналу і вказаної додаткової компоненти з відповідним коефіцієнтом ослаблення, компенсуємо вплив випромінювання електроду.

Реалізація цього методу дозволила вперше отримати достовірні експериментальні результати щодо формування поля яскравості поверхні рідкої фази після повного проплавлення, які підтвердили теоретичний характер поведінки функції яскравості на ділянці 3 (рис. 1).

У зв'язку з тим, що у процесі плавки температура поверхні рідкої фази перевищує температуру фазового переходу, у власному

випромінюванні зони розплаву умовно можна виділити складову $L_Ф(\lambda_е,T_Ф)$, яка відповідає яскравості при температурі фазового переходу $T_Ф$, і складову $L_п(\lambda_е,T_п)$, обумовлену перевищенням температури поверхні над температурою фазового переходу (так званий тепловий перегрів поверхні).

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

При такому підході стає зрозумілим, що метод [5] не враховує тієї обставини, що ефективні яскравості у момент переходу з твердої фази у рідку і навпаки відрізняються на величину $L_п(\lambda_е,T_п)$. Ця обставина є наслідком того, що зміна стану поверхні досягається виключенням електроду, після чого падають до нуля його яскравість і емісійна здатність.

Очевидно також, що визначення і врахування компоненти теплового перегріву дозволить підвищити точність вимірювання температури поверхні рідкої фази.

З цією метою нами запропонований метод підвищення точності вимірювання температури, який базується на уточнених закономірностях формування функції яскравості поверхні зони розплаву і передбачає експериментальне визначення складової сумарного сигналу, обумовленої невласним випромінювання. Реалізується метод шляхом одночасного аналізу основного сигналу, утвореного зображенням фрагменту зони розплаву, та додаткового, утвореного зображенням будь-якого фрагменту електроду [6].

Для експериментального визначення компонент яскравості скористаємось тією обставиною, що яскравість зони розплаву можна змінювати у певних межах, маніпулюючи напругами, які задають режим плавки. Наприклад, змінивши напругу живлення електроду, змінимо щільність електронного потоку, вимкнувши анодну напругу, через деякий час повністю позбавимось теплового перегріву і яскравість поверхні буде визначатись сумою яскравостей власного $L_Ф(\lambda_е,T_Ф)$ та відбитого $L_в(\lambda_е,T_д)$ випромінювання. Вимкнувши розжарення електроду, через деякий час позбавимось компоненти $L_в(\lambda_е,T_д)$, виділивши таким чином компоненту $L_Ф(\lambda_е,T_Ф)$.

Розглянемо зміни яскравостей фрагменту $dS_д$ поверхні електроду (лінія 1) та фрагменту $dS_п$ поверхні зони розплаву (лінія 2, рис. 3). Нехай в інтервалі $t_1…t_2$ температура поверхні в межах фрагменту $dS_п$ стабілізувалася, а її яскравість $L_{ер}(\lambda_е,T_{ея})$. При цьому піксел, який знаходиться в межах зображення фрагменту $dS_п$, формує сигнал $A_{Р1}$.

Якщо в момент t_3 вимкнути анодну напругу, то протягом часу $t_4–t_3$ внаслідок падіння яскравості $L_п(\lambda_е,T_п)$ до нуля, яскравість поверхні зменшиться до значення, яке є сумою яскравостей власного $L_Ф(\lambda_е,T_Ф)$ та відбитого $L_в(\lambda_е,T_д)$ випромінювання, і буде сформований сигнал $A_{Р2}$.

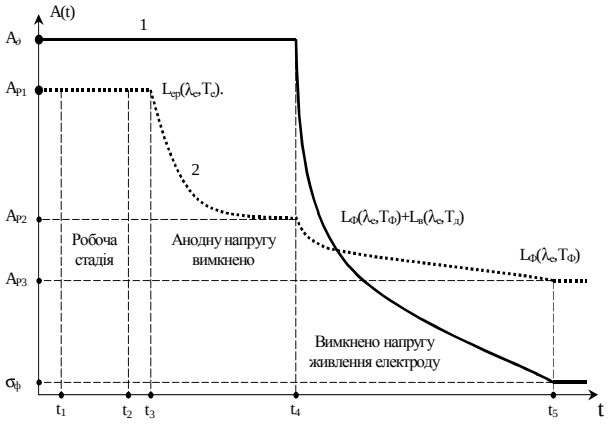
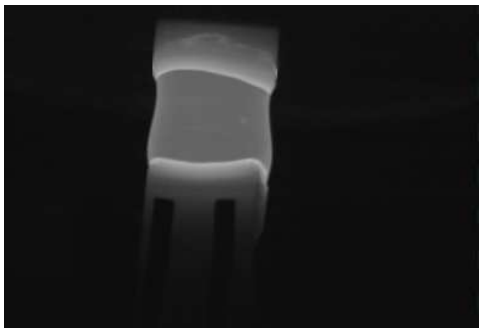


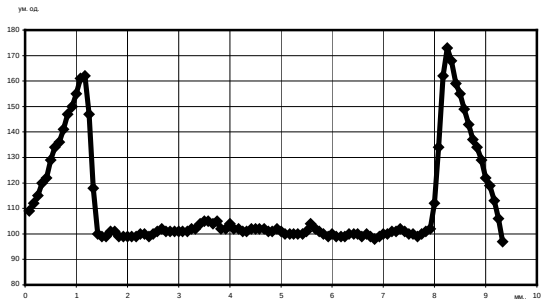
Рисунок 3 – Зміни яскравостей електроду (1) і зони розплаву (2) та значення відповідних сигналів в інтервалі $t_1…t_5$

Якщо далі у момент часу t_4 вимкнути напругу живлення електроду, то за час $t_5–t_4$ яскравість ділянки зони розплаву зменшиться до значення $L_Ф(\lambda_е,T_Ф)$, яке визначається виключно власною температурою поверхні у рідкому стані, за умови, що при $t>t_5$ рідка фаза існує (рис. 4). Починаючи з момента t_5 формується сигнал $A_{Р3}$. Припущення про те, що сигнал, утворений зображенням ділянки електроду $dS_д$, зменшується до рівня шуму раніше, ніж зона розплаву кристалізується, було підтверджене експериментально.

Очевидно, що різниця сигналів $A_{Р2}–A_{Р3}$ обумовлена відбитим випромінюванням.



а)



б)

Рисунку 4 – Цифрове зображення зони розплаву (*а*) та розподіл сигналу вздовж вісі кристалу (*б*) в момент часу t_5 (вимкнено напругу живлення електроду)

Отже, сигнал A, який відповідає температурі поверхні ділянки $dS_{\text{П}}$, визначиться співвідношенням

$$A = A_{\text{Р1}} - (A_{\text{Р2}} - A_{\text{Р3}}). \qquad (4)$$

Оскільки $A_{\text{Р2}}-A_{\text{Р3}}$=const при незмінній яскравості електроду, співвідношення (5) може використовуватись для визначення сигналу $A_{\text{x}}(t)$, який несе інформацію про температуру будь-якої ділянки поверхні в робочій стадії плавки

$$A_{\text{x}}(t) = A_{\text{px}}(t) - (A_{\text{Р2}} - A_{\text{Р3}}), \qquad (5)$$

де $A_{\text{px}}(t)$ — поточне значення сигналу, яке формується у відповідності зі значенням ефективної яскравості цієї ділянки поверхні зони розплаву.

Експериментальна перевірка запропонованого методу показала можливість зменшення сумарної похибки вимірювання температури до інструментальної на рівні 3 К, що відповідає сучасним вимогам.

Якщо в ході експерименту передбачаються зміни струму живлення електроду, які приводять до змін яскравості $L_{\text{в}}(\lambda_{\text{е}},T_{\text{д}})$, то константа $A_{\text{Р2}}-A_{\text{Р3}}$ повинна визначатись окремо для всіх значень в діапазоні змін струму живлення електроду.

ВИСНОВКИ

Розроблений метод підвищення точності вимірювання дійсної температури поверхні рідкої фази, який передбачає експериментальне визначення складових яскравості, обумовлених тепловим перегрівом поверхні та відбитим випромінюванням електроду. Розроблений алгоритм експериментальної оцінки перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію.

Експериментально отримані криві розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу у сукупності послідовних кадрів, які дають уявлення про закономірності формування поля яскравості на поверхні кристалу кремнію, а також дозволяють встановити алгоритм переходу до дійсної температури.

1. Пфанн В. Зонная плавка. – М.:Мир, 1970.— 366 с. 2. Ранцевич В.Б. Пирометрия при посторонних источниках излучения.—Мн.: Наука и техника, 1989.— 104 с. 3. 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. 4. Ранцевич В.Б. Радиационная, яркостная и цветовая температура с учётом отражённого фонового излучения и других факторов при измерениях и градуировке пирометров // Метрология.—1983.—№3. 5. Порев В.А. Компенсация излучения электрода при исследовании температурного поля зоны плавки // Техническая диагностика и неразрушающий контроль.—2001.—№4.—С.55-56. 6. Патент 38844А, Україна, МКИ G01J3/00. Спосіб компенсації впливу випромінювання сторонніх джерел / В.А. Порєв, Г.В. Порєв (Україна); НТУУ "КПІ"—№2000116167; заявл. 01.11.2000, опубл. 15.05.2001, Бюл.№4.

Поступила в редакцію 19.06.2013р.

Рекомендував до друку докт. техн. наук, проф. Кісіль І. С.