

文章编号: 1672-8785(2011)01-0027-04

大尺寸铟化铟晶体生长等径技术研究

王志芳 王燕华

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 为了获得高质量的晶体, 需要解决大尺寸铟化铟晶体生长过程中的精确等径控制问题。阐述了采用提拉法生长晶体时的直径控制原理及方法, 分析了影响等径控制的温度与时滞因素, 并采用计算机辅助控制方法解决了大尺寸铟化铟晶体生长过程中的精确等径控制问题。生长出的 3in 铟化铟晶体的生长条纹不明显, 位错密度小于 10 个/ cm^2 。

关键词: 等径控制; 铟化铟; 晶体生长; 位错

中图分类号: TN213 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2011.01.005

Diameter Controlling of Large Diameter InSb Crystal

WANG Zhi-fang, WANG Yan-hua

(North China Research Institute of Electro-optics, Beijing 100015, China)

Abstract: To obtain high quality InSb crystals, a precision diameter-constant control technology is required in the growth process of large size InSb crystals. The principle and method for controlling the diameter of a crystal during its growth by using the Czochralski Method are presented. The factors, such as temperature and time delay, which have influence on diameter-constant control are analyzed. The precision diameter-constant control is implemented by using a computer aided method in the growth process of large size InSb crystals. The resulting InSb crystal with a diameter of 3in shows its smooth surface from the shoulder. Its dislocation density is less than $10/\text{cm}^2$.

Key words: diameter controlling; InSb; crystal growth; dislocation

1 引言

精确等径控制在高质量、大尺寸铟化铟晶体的生长过程中起着非常重要的作用。等径控制不佳将会造成晶体外观直径的波动, 在晶体中产生大量严重的生长条纹^[1], 这样就难以生长出高质量、低位错的晶体。目前, 国内大多数铟化铟晶体生长等径控制系统是以 PID 调节器为核心的, 也有部分是采用单片机配合 PID 调节器来使用的。对于工业控制而言, 被控系统的滞后效应是影响控制效果的主要因素。系统滞后

时间越长, 获得理想控制效果的难度就越大。同时, 对于控制过程参数不固定、非线性现象严重的系统, 通过 PID 控制器很难获得比较理想的控制效果^[2]。采用提拉法的晶体生长系统, 特别是大直径晶体的生长系统, 是一个热滞很大的系统。而且其热滞后时间在整个晶体生长过程中会不断发生非线性变化。生产实践也表明, 仅仅通过 PID 调节器很难达到令人满意的控制效果。即使采用一些目前比较先进的控制算法, 如模糊逻辑 PID 调节和引入滞后时间参数的算法^[3], 也难以达到比较理想的效果。

收稿日期: 2010-09-02

作者简介: 王志芳 (1978-), 男, 河北石家庄人, 工程师, 主要从事半导体红外光学材料制备研究。 E-mail: wzf971311@yahoo.com.cn

本文阐述了晶体生长中等径控制的原理与方法,并进一步分析了影响等径控制的主要因素。在实验中,我们利用计算机控制功率曲线、 ΔP 和 Duration 动态调整功率。在 P 、 ΔP 、Duration 参数的共同作用下,实现了对晶体生长的自动等径控制。我们利用这套系统生长出了大直径、高质量的铽化铟晶体。

2 等径控制的原理与方法

3in 铽化铟单晶拟采用 Czochralski 法生长,图 1 为用 Czochralski 法生长晶体的示意图。其中,提拉杆下端装夹籽晶,籽晶下面即是生长成的晶体。在 Czochralski 法生长晶体时,提拉杆同时做向上提拉运动和旋转运动。

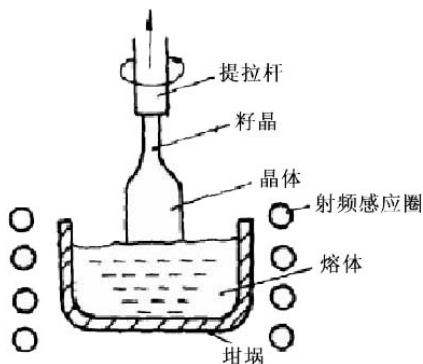


图 1 用 Czochralski 法生长晶体的示意图

对于晶体生长而言,等径控制的主要目的是使晶体按照设定的直径生长。对晶体放肩形状和直径的控制主要是通过改变加热功率和提拉速率等方法来实现的。当结晶加快时,晶体直径会变粗,加快提拉速度可以使直径变细,升高温度也能抑制结晶速度。反之,若结晶变慢,直径会变细,则需要通过降低拉速或降温来控制。同时,为了保证晶体质量,在晶体生长过程中,生长前沿的温度变化应越小越好。从宏观上考虑,等径控制会限制晶体根据生长习性、温场分布和工艺特性等因素自由生长。因此,如果等径控制策略使用不当,就必然会引起晶体质量下降。

根据晶体生长理论,晶体生长速率 M 与固液界面(即晶体生长界面)处的热交换平衡密切

相关可描述为

$$ML = Q_s - Q_L \quad (1)$$

式中, L 为结晶潜热常数, Q_s 为从界面传到周围的热流(热损耗), Q_L 为界面从加热器中获得的热流。

由于晶体生长速率等于单位时间内固液界面向熔体中推进的距离,若在用 Czochralski 法生长晶体的过程中不考虑液面下降速率,则晶体生长速率就等于提拉速率 V , 因此单位时间内晶体生长的质量 M 便为

$$M = AV\rho_s \quad (2)$$

式中, ρ_s 为晶体密度, A 为晶体的截面面积。

将式(2)代入式(1), 则:

$$A = \frac{Q_s - Q_L}{LV\rho_s} \quad (3)$$

$$D = \sqrt{\frac{4(Q_s - Q_L)}{\pi LV\rho_s}} \quad (4)$$

式中, D 为晶体直径。

在铽化铟单晶生长中,拟采用恒定的 V 。因此根据式(4)可知,在直径控制方面,我们需要控制 $(Q_s - Q_L)$, 即将控制目标集中在温度(加热功率)上,使晶体生长的控制变得相对简单。因此,在晶体生长控制系统中,采用由数据采集系统和调节控制器这两个环节组成的闭环反馈控制结构。图 2 所示为上称重法铽化铟晶体按照 Czochralski 法生长的控制结构。

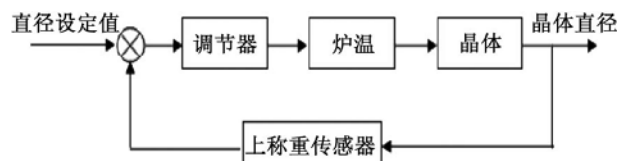


图 2 上称重法铽化铟晶体按照 Czochralski 法生长的控制结构图

通过用上称重传感器实时采集晶体生长速率,即可计算出各时刻的晶体直径。将其与预期值进行比较,再通过调节器调节功率,便可实现晶体生长的控制。

3 等径控制的影响因素

3.1 对流引起的温度波动

在采用提拉法生长锑化铟晶体的过程中, 会同时存在自然对流和强迫对流, 而且对流液流的类型会发生变化, 从而引起晶体生长环境发生突变。在生长前期, 液流变化会使固液界面从凸界面回熔到平界面, 使晶体中心部分出现位错区。随着晶体的继续生长, 液面下降, 液流变化使晶体侧表面区域产生位错。从整个晶体生长角度来看, 自然对流由强变弱, 强迫对流由弱变强, 会极大地影响锑化铟晶体的完整性。对于强迫对流, 瑞利数为

$$R = r^2 \omega / \nu \quad (5)$$

式中, r 为晶体半径, ω 为晶体的转速, ν 为熔体的运动粘滞系数。当 R 值超过某临界值时, 会出现温度不稳定性, 液流状态反转, 晶体生长极不稳定。如果采用 Cz 法生长 3in 锑化铟晶体, 由于 R 与 r 的平方成正比, 当 R 很大时, 容易出现温度波动, 这会给晶体直径的控制带来困难, 并容易产生大量位错。

3.2 等径控制的滞后效应

在晶体生长的等径控制中, 需要对直径滞后作出分析。当控制仪表的输出发生改变时, 加热功率会随之变化, 但加热功率的改变并不会立即反映到晶体直径的变化上, 而会首先反映在坩锅中熔体的温度梯度的改变上。从加热功率改变到熔体的温度梯度改变并重新稳定下来, 需要一定的时间。晶体生长前沿温度梯度的改变, 会导致晶体结晶驱动力的改变, 进而反映在晶体直径的变化上, 这个稳定过程也需要一定的时间。在这两个过程中, 前一个达到稳定的过程的发生时间要早, 而后一个过程与前一个过程同步进行^[4]。

我们只将仪表输出变化的时刻 t_0 和晶体直径重新稳定的时刻 t_1 的时刻差 $(t_1 - t_0)$ 作为滞后时间 t , 则

$$t = f(D, \Delta P, X) \quad (6)$$

$$X = g(t', v, r, h, D', H, \dots) \quad (7)$$

式中, D 为晶体直径, ΔP 为加热功率的改变量, X 为温场影响综合因子, t' 为生长进行的时间, v 为提拉速度, r 为晶体旋转速度, h 为晶体长度, D' 为坩锅直径, H 为坩锅深度。

由此可以看出, 滞后时间 t 随晶体直径、加热功率以及温场条件的变化而变化, 温场影响综合因子 X 与 t 、 v 、 r 、 h 、 H 的关系须通过实验来逐步逼近。同时, 在基本确定温场影响综合因子 X 的关系之后, 就可以对晶体生长过程中的温场变化情况进行预测。这样便可提前对仪表特性进行调整, 以避免输出功率的大幅度波动, 从而达到较为精确地控制晶体直径的目的。

4 实验及结果

目前, 晶体生长的自动等径控制技术因不同晶体特性而异。例如, 单晶硅等半导体材料在晶体生长中存在明显而稳定的光圈, 晶体直径发生变化时光圈也随之变化, 因此可以通过 CCD 摄像扫描等技术来检测光圈或弯月面的变化, 从而实现晶体生长的自动等径控制技术。而对于那些生长时光圈不明显或不存在光圈的晶体, 则通过称量晶体生长时的重量变化来实现晶体生长的自动等径控制比较可行。目前, 在各种称重法中, 上称重法以其结构简单、安装容易和可靠性高等特点而得到了广泛应用^[5]。

上称重法是将籽晶杆与称重传感器连接, 然后通过模数转换卡与计算机连接的。在晶体生长过程中, 计算机对重量信号进行实时采集和处理, 并将其与晶体的设定值相比较, 再对中频感应炉的加热功率进行实时控制, 从而实现晶体生长过程中的等径自动控制。

将晶体生长用的经过提纯的原料放入石英坩锅中, 抽真空、通氢气, 用中频感应将原料加热至溶化; 恒温一段时间后, 使其温度降至熔点附近; 待温度稳定后, 下籽晶等待一段时间, 然后开始进入晶体生长阶段。在计算机中可以预先设定功率曲线。

晶体的自动等径控制是通过在预设功率曲线的基础上利用 ΔP 和 Duration 实现的。 ΔP 和

Duration 的具体作用如下: 计算机将实时采集到的重量变化值处理为晶体的实时直径大小, 并将其与预设的直径值相比较; 当实时直径大于设定直径一定数值时, 执行 $P + \Delta P$, 持续时间为 Duration。反之, 则执行 $P - \Delta P$ 。

在 P 、 ΔP 和 Duration 参数的共同作用下, 实现对晶体生长的实时控制。这种控制是建立在合适的 P 、 ΔP 和 Duration 参数值的基础上的。如果设置不合理, 它们将无法对系统进行控制。

我们利用上述系统生长了 3in 铽化铟晶体。我们先根据用软件模拟的温场热滞数据和实际晶体不同生长阶段的直径滞后数据, 模拟晶体生长过程中的功率曲线。然后在实际运行中根据运行情况对这些曲线进行调整, 大约经过 3~5 次调整, 该系统就可一定温场条件下达到令人满意的控制效果了。

图 3 是采用传统控制技术生长的 3in 铽化铟晶体, 图 4 是利用我们系统生长的 3in 铽化铟晶体。从放肩到等径生长的过程中, 晶体生长都很稳定, 晶体表面十分光滑, 没有出现传统控制技术中由直径突变造成的“台阶”。

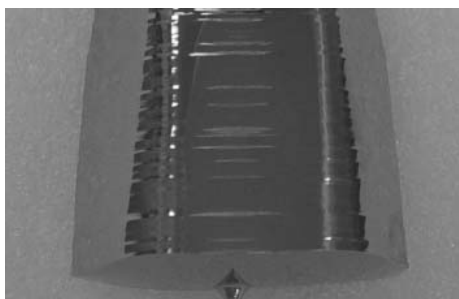


图 3 采用传统控制技术生长的晶体



图 4 利用新控制系统生长的晶体

由于该系统能使整个晶体稳定地生长, 晶体的品质大大提高了, 避免了传统控制技术中

的多晶、位错过多等问题。图 5 是采用传统控制技术生长的 3in 铽化铟晶体的典型区域位错图。图 6 则是我们利用此套控制系统生长的 3in 铽化铟晶体的典型区域位错图。其中, 晶片的位错达到了小于 10 个 / cm^2 的水平。

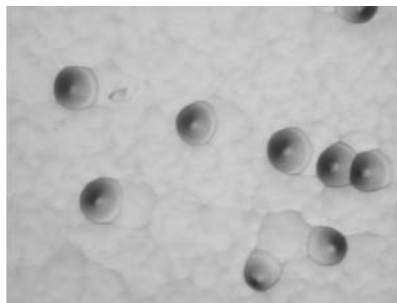


图 5 利用传统系统生长的晶体的典型位错图

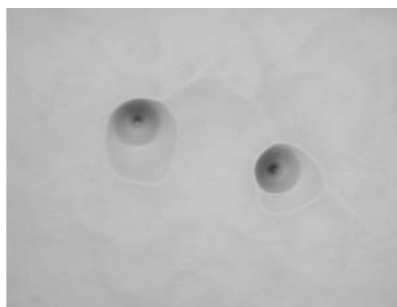


图 6 利用新系统生长的晶体的典型位错图

5 结论

我们采用计算机辅助控制技术和直接控制功率的方法, 改进了晶体等径控制技术, 解决了传统控制技术所存在的晶体表面生长条纹问题, 大幅度提高了晶体质量。由于系统自动化程度高, 降低了晶体生长过程中的人为因素, 提高了晶体生长的一致性和稳定性。

参考文献

- [1] 张克从, 张乐惠. 晶体生长科学与技术 (第二版) [M]. 北京: 科学出版社, 1997.
- [2] 李人厚. 智能控制理论与方法 [M]. 西安: 西安电子科技大学出版社, 1999.
- [3] 蒋慰孙. 过程与控制 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1992.
- [4] 孙军, 孔勇发, 李兵, 等. 等径控制系统的改进及在光学级铌酸锂生长中的应用 [J]. 人工晶体学报, 2004, 33(3): 305-309.
- [5] 于永贵, 姚淑华, 徐明, 等. 提拉法生长晶体的自等径控制 [J]. 人工晶体学报, 2008, 37(1): 15-19.