МЕТОДИ ТА ПРИЛАДИ КОНТРОЛЮ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ

УДК 621.307.13

ВДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДІВ І ЗАСОБІВ ВИМІРЮВАННЯ ПАРАМЕТРІВ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ БЕЗТИГЕЛЬНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ

© Якименко Ю.І., Порєв Г.В., 2003
Національний технічний університет України „Київський політехнічний інститут" (м. Київ)
© Порєв В.А., 2003
Національний авіаційний університет (м. Київ)

Узагальнено результати теоретичних та експериментальних досліджень проблеми вимірювання найважливіших параметрів електронно-променевої безтигельної зонної плавки – висоти і температури рідкої фази

Електронно-променева безтигельна зонна плавка (ЕПБЗП) вважається однією із найбільш перспективних технологій отримання матеріалів із заданими властивостями[1], в тому числі надчистих напівпровідників, які є основою сучасної мікроелектроніки та інших важливих галузей науки і техніки.

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 ЕПБЗП протягом всього циклу плавки і забезпечити при цьому необхідну точність вимірювання.

На сьогодні отримано достатньо теоретичних та експериментальних матеріалів, з яких випливає висновок, що повністю адекватними задачі є тільки телевізійні засоби вимірювання (ТЗВ) [2].

Впровадження телевізійних засобів та спеціально розроблених методів в технологію зонної плавки дозволило в цілому вирішити проблему її контролю. Але деякі питання, важливі з точки зору точності вимірювання параметрів ЗР, не вирішені і до цього часу. Зокрема, відсутні достовірні значення щодо інструментальної похибки ТЗВ та достовірні оцінки перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення в ході ЕПБЗП, що може бути однією з причин розходження між реальними і розрахунковими характеристиками матеріалів.

Зрозуміло також, що розробка нових режимів плавки та введення в конструкції вакуумних камер додаткових елементів [4] змінюють алгоритм формування поля яскравості ЗР, що вимагає розробки нових моделей поля яскравості ЗР і перегляду та вдосконалення існуючих методів вимірювання параметрів ЗР. Це обумовлює актуальність досліджень, спрямованих на вдосконалення методів і засобів вимірювання параметрів ЗР.

При формулюванні вимог до точності вимірювання висоти ЗР необхідно врахувати висновки роботи [6], де експериментально встановлено, що зміна висоти ЗР в процесі плавки на величину, меншу за 0.3 мм не приводить до порушення технологічного режиму. Користуючись критерієм незначної похибки [3], будемо вважати, що сучасні вимоги до точності вимірювання висоти ЗР будуть задовольнятися при умові, що на поверхні ЗР буде забезпечене вимірювання відрізку з похибкою ≤0.1 мм.

При формулюванні вимог до точності вимірювання температури необхідно врахувати результати роботи [7], де показано, що точність вимірювання температури ЗР на рівні ±5 К є достатньою. З іншого боку, аналіз досліджень [5], які були спрямовані на вдосконалення технології ЕПБЗП кремнію, приводить до висновку про необхідність збільшення точності вимірювання температури принаймні вдвічі.

Визначення інструментальної похибки ТЗВ

В теоретичних дослідженнях з проблем пірометрії поняття інструментальної похибки ототожнюється з поняттям еквівалентної шуму різниці температур і характеризує здатність технічного засобу розрізняти сигнали, утворені випромінюванням різних об'єктів (чи ділянок одного і того ж об'єкту) з різними температурами. Як правило,

еквівалентна шуму різниця температур визначається для об'єктів, що випромінюють. Аналогічний підхід можна поширити і на об'єкти, коефіцієнти випромінювальної здатності яких відрізняються від одиниці і мають постійні значення в деякому інтервалі температур. Зрозуміло, що в таких випадках мова йде про яскравісні температури, отже, можна розглядати еквівалентну шуму різницю яскравісних температур (*ЕШРЯТ*), визначивши її як різницю яскравісних температур об'єктів з однаковим коефіцієнтом випромінювальної здатності, при якій відношення різниці утворених ними сигналів до середнього квадратичного значення шуму дорівнює одиниці.

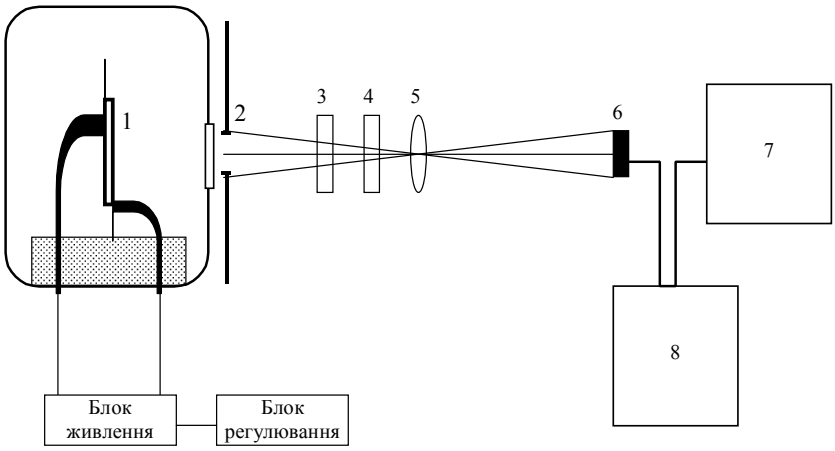
Очевидно, що сказане поширюється і на випадок, коли різниця сигналів утворюється випромінюванням однієї і тієї ж ділянки об'єкту в різні моменти часу при різних температурах, оскільки вимірювання *ЕШРЯТ* провадиться хоча і при різних, але досить близьких значеннях температур, в межах яких коефіцієнт випромінювальної здатності можна вважати постійним.

Такий підхід дозволяє визначити інструментальну похибку ТЗВ в температурному діапазоні плавки, використовуючи зразкову лампу, за такою формулою:

$$T_{еш} = \frac{T_{я2} - T_{я1}}{A_e}\sigma_A, \qquad (1)$$

де $T_{я1}$, $T_{я2}$ — яскравісні температури поверхні ділянок; A_e — різниця сигналів, утворених зображеннями цих ділянок; σ_A — середнє квадратичне відхилення виміряної амплітуди сигналу від середнього значення.

Структурна схема лабораторного пристрою для визначення *ЕШРЯТ* зображена на рис. 1. Як джерело використана зразкова температурна лампа СИ10-300, перед якою розташована металева діафрагма діаметром 0.5 мм. Для погодження діапазону яскравості лампи з робочим діапазоном ПЗЗ-камери в схему додатково введено нейтральний світлофільтр 3 марки НС-13.



1 – стрічка; 2 – діафрагма; 3 – нейтральний світлофільтр; 4 – світлофільтр ЗС-1; 5 – об'єктив; 6 – ПЗЗ-камера; 7 – монітор; 8 – комп'ютер

Рис.1. Структурна схема пристрою для визначення ЕШРЯТ

Світлофільтр 4 марки ЗС-1, об'єктив МИР-1В та ПЗЗ-камера TAYAMA формують спектральну характеристику приладу в діапазоні 0.44…0.68 мкм.

Порядок виконання експерименту наступний. В діапазоні яскравісних температур лампи СИ10-300, який відповідає діапазону температур ЗР, встановлюють перше значення температури $T_{я1}$=1703 К (струм через лампу 15.44 А). Через 15 хвилин вимірюють 10 значень сигналу A_1 і обчислюють середнє значення сигналу $A_{1ср}$=70 ум. од. Встановлюють наступне значення температури $T_{я2}$=1713 К (струм через лампу 15.60 А) і після стабілізації режиму лампи протягом 15 хвилин визначають $A_{2ср}$=76 ум. од. Середньоквадратичне відхилення сигналу в діапазоні 70…76 ум. од. постійне і складає σ_A=±0.25 ум. од. Згідно з формулою (1) $T_{еш}$=0.4К. Оскільки вимірювання $T_{еш}$ непрямі, то СКВ результату вимірювання визначиться після диференціювання формули (1), тобто

$$\sigma_T = \frac{\partial T_{еш}}{\partial A_e}\sigma_A = \frac{\Delta T \sigma_A^2}{A_e^2}. \qquad (2)$$

Для ΔT=10 К і A_e=6 ум. од. отримаємо, що σ_T=±0.017 К. При P=0.95, $2\sigma_T$=0.03К. Кінцево, $T_{ешт}$=0.4±0.03 К.

Вимірювання дійсної температури при врахуванні перевідбиття випромінювання

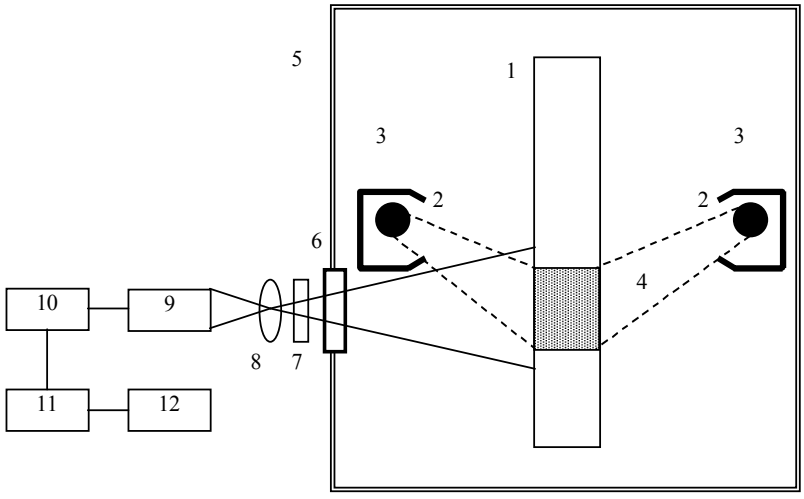
Дослідження характеристик отриманих кристалів, які провадились різними методами, виявили певні розходження з очікуваними оцінками. Було висловлено припущення, що причиною цього є значні поверхневі градієнти температури розплаву на поверхні, для зменшення яких технологами було запропоновано ввести в схему елементи, які б змінювали характер теплових потоків за рахунок перевідбиття випромінювання. Такими елементами можуть бути або внутрішні елементи конструкції вакуумної камери, або додатково введені елементи із значним коефіцієнтом відбиття. Але такий підхід порушує постулати, на яких базувався розроблений в [2,8] метод контролю температури ЗР, що фактично приводить до неможливості його використання.

Однак, в сукупності теоретичних та практичних питань, пов'язаних з вимірюванням параметрів ЗР, задача визначення дійсної температури поверхні займає центральне місце. Задача ускладнюється тим, що до власного випромінювання ЗР додається перевідбите випромінювання в тому ж спектральному діапазоні, що не дозволяє застосувати відомі і ефективні методи спектральної фільтрації.

Розроблені в [8,9] методи побудовані на математичних моделях, які не враховують перевідбиття випромінювання та характер формування лінії розділу фаз і не забезпечують необхідну точність вимірювання параметрів ЗР. Отже, задача підвищення точності вимірювання температури поверхні ЗР може бути розв'язана тільки за умови, що метод вимірювання буде базуватись на врахуванні перевідбиття випромінювання.

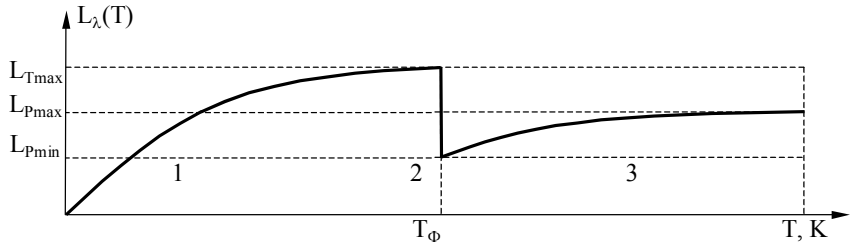
В [10] було обґрунтовано метод, який враховує вказані особливості формування поля яскравості ЗР. Для оцінки достовірності методу були проведені експериментальні дослідження температурного поля на поверхні рідкої фази. Структурна схема експериментального пристрою представлена на рис. 2.

При плануванні та проведенні експериментів враховано, що принциповою особливістю зонної плавки кремнію з точки зору формування поля яскравості є наявність двох рознесених у часі діапазонів зміни яскравості (рис. 3).



1 — кристал кремнію; 2 — катод; 3 — фокусуюча система; 4 — пучок; 5 — вакуумна камера; 6 — ілюмінатор; 7 — фільтр; 8 — об'єктив; 9 — передавальна камера; 10 — ПВВК; 11 — комп'ютер; 12 — монітор

Рис. 2. Структурна схема експериментального пристрою для дослідження температурного поля на поверхні рідкої фази



1 — тверда фаза; 2 — фазовий перехід; 3 — рідка фаза

Рис. 3. Зміни яскравості поверхні ЗР

Перший діапазон визначає поле яскравості в твердій фазі в межах дії електронного пучка і при збільшенні температури характеризується зміною яскравості власного випромінювання від нуля до значення, яке визначається за формулою

$$L(\lambda)_{T\max} = \frac{C_1}{\lambda^5}\varepsilon_T(\lambda)\exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T_\Phi}\right), \qquad (3)$$

де $C_1 = 3.74\cdot10^8$ Вт·мкм^4·м$^{-2}$; $C_2 = 1.44\cdot10^4$ мкм·К; λ — довжина хвилі випромінювання; $\varepsilon_T(\lambda)$-коефіцієнт випромінювальної здатності в твердій фазі.

При температурі поверхні T_Φ відбувається перехід з твердої в рідку фазу і яскравість миттєво зменшується у відповідності з формулою

$$L(\lambda)_{P\min} = \frac{C_1}{\lambda^5}\varepsilon_P(\lambda)\exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T'_\Phi}\right), \qquad (4)$$

де $\varepsilon_P(\lambda)$-коефіцієнт випромінювальної здатності в рідкій фазі. Практично $T_\Phi \approx T'_\Phi$.

При подальшому нагріві температура рідкої фази підвищується, а її яскравість в кожний момент часу визначається за формулою

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

де T_P — поточне значення температури рідкої фази.

Отже, другий діапазон визначає поле яскравості на поверхні рідкої фази і характеризується зміною яскравості від L_{Pmin} до L_{Pmax} (рис.3). Максимальне значення яскравості поверхні L_{Pmax} в рідкій фазі обмежене потужністю електронного пучка.

Зрозуміло, що при дослідженні параметрів ЕПБЗП вирішується задача, обернена по відношенню до тих, які визначаються формулами (3)-(5), тобто вимірюється сигнал, пропорційний яскравості і визначається температура.

У відповідності з вимогами технології плавки постійному контролю підлягає, головним чином, температурне поле рідкої фази, тобто вимога щодо лінійності ТЗВ важлива насамперед для вузького діапазону змін яскравості від L_{Pmin} до L_{Pmax}. Таким чином, зменшення діапазону зміни сигналів дозволяє збільшити точність вимірювання їх амплітуди, отже і точність вимірювання температури.

На рис. 4 і рис. 5 представлені отримані в ході експериментів криві розподілу яскравості вздовж вертикальної осі кристалу в сукупності послідовних кадрів. Ці криві дають уявлення про поле яскравості на поверхні кристалу кремнію та про те, як змінюється яскравість ЗР після вимкнення напруги живлення катоду і при незмінній анодній напрузі.

Аналізуючи розподіл яскравості згідно кривих 1 і 2 на рис. 4, відзначимо, що різницю сигналів A_1–A_3 та A_2–A_4 можна інтерпретувати як таку, що обумовлена перевідбиттям випромінювання.

Дійсно, незважаючи на досить значну зміну яскравості рідкої фази, положення меж практично не змінюється. Якби зміна яскравості обумовлювалась різницею температур, то координати нижньої межі за кривими 1-2 на рис.4 та 1-3 на рис. 5 значно відрізнялися б.

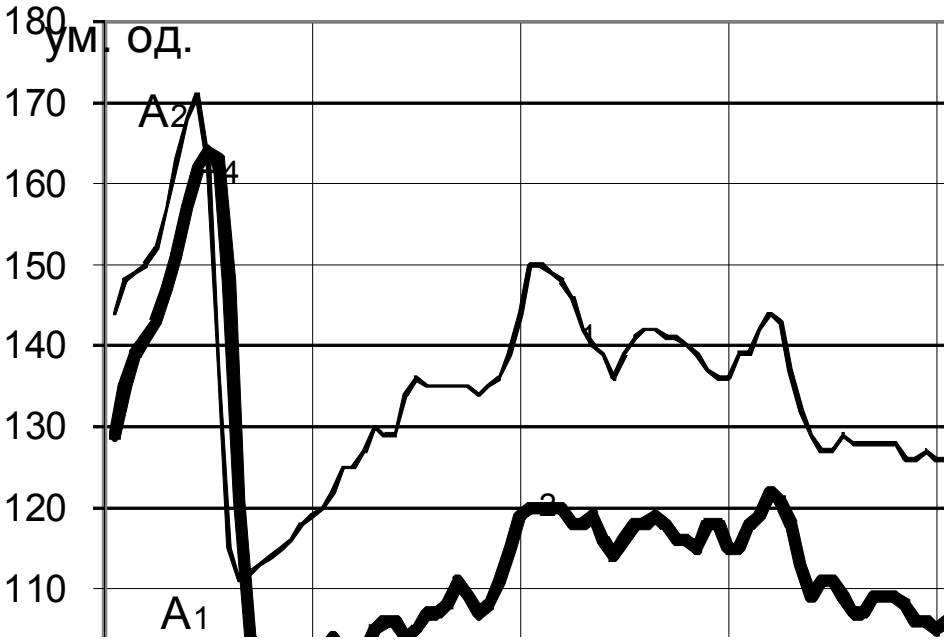
По-друге, звернемо увагу на те, що при вимкненні катоду зміни яскравостей для твердої і рідкої фаз неоднакові. Для твердої $\Delta A_T = A_2 - A_4 = 7$ од., для рідкої $\Delta A_P = A_1 - A_3 = 11$ од., тобто $\Delta A_T / \Delta A_P = 0.64$. З іншого боку, якщо A_3 і A_4 — сигнали, обумовлені власним випромінюванням, то при наявності перевідбиття сигнали, сформовані тими ж пікселами, будуть такими:

$$A_2 = A_4 + E\rho_T, \qquad (6)$$

$$A_1 = A_3 + E\rho_P, \qquad (7)$$

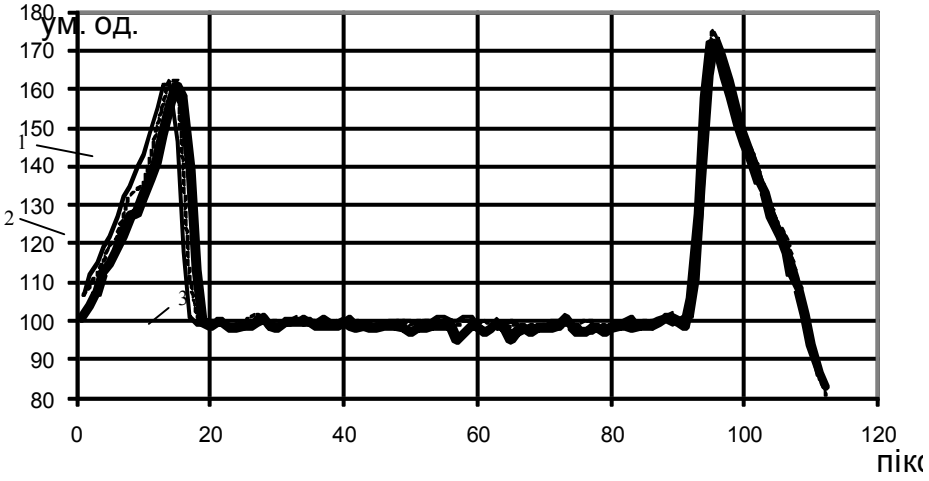
де E — освітленість суміжних ділянок твердої і рідкої фаз; ρ_T, ρ_P — коефіцієнти відбиття в твердій і

рідкій фазах.



1 – робоча стадія, $t=t_0$; 2 – вимкнено напругу живлення катоду, $t=t_0+0.4$ с

Рис.4. Розподіл яскравості на кристалу ЗР



1 – $t=t_0+0.8$ с; 2 – $t=t_0+1.2$ с, 3 – $t=t_0+1.6$ с

Рис.5. Розподіл яскравості на поверхні кристалу

Перехід від розподілу яскравості до розподілу температури здійснено за такою формулою, яка наведена в [2]

$$T = \beta\left[B - \ln A\right]^{-1}, \qquad (8)$$

де β=21176К — апаратна константа; B — константа, яка враховує умови експерименту; A — поточне значення сигналу.

На рис.6 представлена крива розподілу температури на поверхні рідкої фази в робочій стадії, побудована відповідно до рис.4. Оскільки в даному випадку маємо справу з непрямими вимірюваннями температури як функції одного аргументу — амплітуди сигналу, середнє квадратичне відхилення результату вимірювання температури визначиться формулою

$$\sigma_{\mathrm{T}} = \frac{T^2}{\beta A}\sigma_A . \qquad (9)$$

В діапазоні плавки (T=1713 К, A=42…43, σ_A=0.25, β=21176К) σ_T= ±0.8 К.

В даному експерименті обсяг виборки $n<<n_{min}$, тому довірчий інтервал визначається з врахуванням коефіцієнта Стьюдента K_C. Згідно з табл.V.6 [3] для n=5 при P=0.95 K_C=2.77 отримаємо $2\sigma T$=±0.8·2.77= =±2.2 К, що практично співпадає з теоретичною оцінкою, отриманою в [10].

З наведених результатів можна зробити висновки і щодо значень так званого перегріву, який визначає перевищення температури поверхні рідкої фази над температурою плавлення кремнію. Відомо, що перегрів, особливо локальний, негативно впливає на якість плавки, оскільки порушується оптимальний температурний градієнт. Тому значні технологічні зусилля спрямовуються на боротьбу з перегрівом.

Однак їх ефективність можна перевірити тільки вимірюючі поточні значення перегріву, але навіть оціночні значення перегріву є одним з дискусійних питань в технології ЕПБЗП. Так, в [7] вказується значення 55 К. Автори роботи [5] вважають, що перегрів досягає 200 К.

На нашу думку, отримані експериментальні результати дають однозначну відповідь на це питання. З рис.6 видно, що в межах ЗР температура поверхні не перевищує температури плавлення більше, ніж на 35 К.

Отримані результати можна використати також для теоретичної оцінки максимально можливого перегріву. Скористаємось формулами (3) і (5). Уявимо, що в момент t яскравості твердої і рідкої фаз зрівнялися, тобто справедливе наступне співвідношення:

$$\varepsilon_T(\lambda_e)\exp\left(-\frac{C_2}{\lambda_e T_T}\right) = \varepsilon_P(\lambda_e)\exp\left(-\frac{C_2}{\lambda_e(T_\Phi + \Delta T_n)}\right), \qquad (10)$$

де ΔT_n — різниця температури, обумовлена перегрівом.

Після нескладних перетворень та врахувавши, що $T_\Phi \approx T_T$, отримаємо формулу для оцінки можливого перегріву

$$\Delta T_n = \frac{\lambda_e}{C_2} T_\phi^2 \ln\frac{\varepsilon_m(\lambda_e)}{\varepsilon_p(\lambda_e)} . \qquad (11)$$

Оскільки для кремнію $\varepsilon_T / \varepsilon_P = 1.39$ [11], T_ϕ=1685 К, λ_e=0.68 мкм, то при однакових яскравостях ділянок твердої і рідкої фаз ΔT_n=60 К.

В жодному з численних експериментів з зонної плавки кремнію не було зафіксовано рівність яскравостей ділянок твердої та рідкої фаз, отже отримане значення можна використати як верхню оцінку температури перегріву.

Алгоритм ідентифікації положення межі ЗР

В [12,13] показано, що при лінійному розмірі піксела Δ_{pix} можлива ідентифікація положення межі ЗР з більшою точністю. При цьому розроблене ПЗ приладу [14] доповнюється алгоритмом деталізації. Згідно з цим алгоритмом після знаходження висоти ЗР (в цілих значеннях піксел) сигнал, сформований крайніми пікселами, співставляється з визначеними рівнями квантування і відноситься до одного з них. Зрозуміло, що це приводить до підвищення точності вимірювання висоти ЗР.

Наприклад, якщо зображення нижньої межі ЗР проходить через піксел (i; j), а верхньої –через піксел (i; k), то згідно з існуючою методикою висота зображення ЗР обчислюється за формулою

$$h = \left(Y_{i,k} - Y_{i,j}\right), \qquad (12)$$

де Y_{ik}, Y_{ij} — координати піксел (i; j), (i; k).

Оскільки лінія межі ЗР може довільно перетинати піксел, то приймається, що максимальна абсолютна похибка визначення координати ΔY дорівнює розміру піксела $\Delta_{pix}y$ вздовж цієї координати. У відповідності з (12) максимальна абсолютна похибка вимірювання висоти зображення ЗР буде такою:

$$\Delta h = 2\Delta Y = 2\Delta_{pix}y . \qquad (13)$$

Застосування процедури деталізації дозволяє зменшити похибку визначення координати, оскільки в формулі (13) використовується не $\Delta_{pix}y$, а $\Delta'_{pix}y = \frac{\Delta_{pix}y}{N}$.

При цьому N визначається такою формулою [12]:

$$N = \frac{A_T - A_P}{3.2\sigma_P}, \qquad (14)$$

де σ_p –середньоквадратичне значення шуму в зображенні фрагменту рідкої фази; A_T, A_P – сигнали, які сформовані пікселом на межі фаз, відповідно, в твердій та рідкій фазах. Зрозуміло, що похибка вимірювання висоти зображення ЗР зменшується

також в *N* разів.

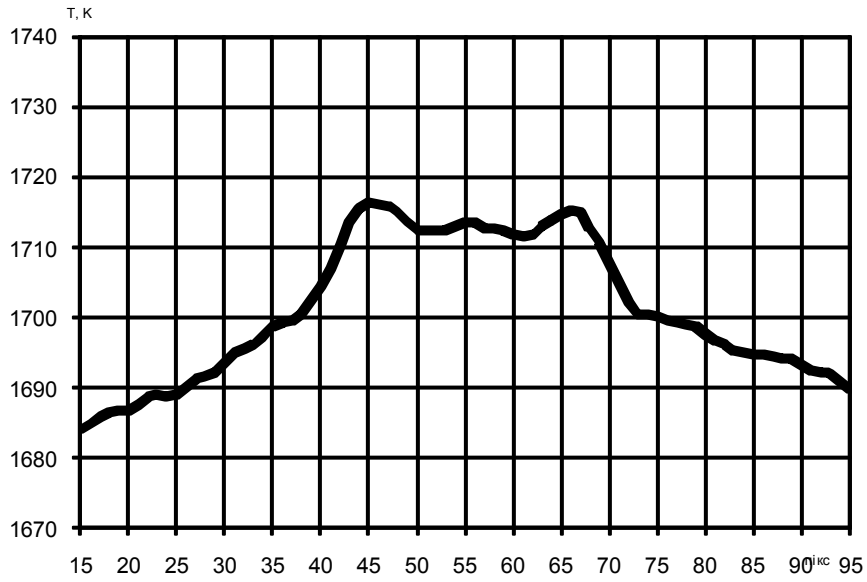


Рис.6. Розподіл температури на поверхні ЗР в робочій стадії

1. Шиллер З., Гайзиг У., Панцер З. Электронно-лучевая технология: Пер. с нем.—М.: Энергия, 1980.— 528 с. 2. Порев В.А. Контроль температурного поля зоны плавки // Дефектоскопия.—2001, № 5.—с.7. 3. Орнатский П.П. Теоретические основы информационно-измерительной техники.—К.: Вища школа, 1983.—455 с. Патон Б.Е., Аснис Е.А., Заболотин С.П. и др. Получение совершенных материалов в космосе // Тези доповіді Другої Української конференцій з перспективних космічних досліджень.—Каціveлі: НКАУ.—2002.—С.11.4.Патон Б.Е., Аснис Е.А., Заболотин С.П. и др. Получение совершенных материалов в космосе // Тези доповіді Другої Української конференцій з перспективних космічних досліджень.—Каціveлі: НКАУ.—2002.—С.11. 5. Аснис Е.А., Демченко В.Ф., Лесной А.Б. и др. Математическое моделирование тепловых и гидродинамических процессов при электронно-лучевой бестигельной зонной плавке монокристалла кремния в условиях микрогравитации // Тези доповіді Другої Української конференцій з перспективних космічних досліджень.—Каціveлі: НКАУ.—2002.—С.115. 6. Бындин В.М., Добровольская В.И., Ратников Д.Г. Индукционный нагрев при производстве особо чистых материалов.—Л.: Машиностроение Ленингр. отд-ние, 1980.— 64 с. 7. 7. Мильвидский М.Г. Картавых А.В., Раков В.В. Выращивание монокристаллов из расплавов в условиях космического полёта // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.—2001, № 9.—С.17-35. 8. Порєв В.А. Аналіз параметрів зонної очистки за допомогою приладів з ефектронним розгортанням зображення // Наукові вісті НТУУ "КПІ", 2000, № 1, с.89. 9. Порев В.А. Ком пенсация излучения электрода при исследовании температурного поля зоны плавки // Техническая диагностика и неразрушающий контроль.—2001.—№4.—С.55-56 10. Згуровський Г.М., Порєв Г.В. Вимірювання температури зони розплаву в електронно-променевій технології безтигельної зонної плавки // Наукові вісті НТУУ "КПІ".—2003.—№ 3.—С.93-97 11. Allen F.G. Emissivity at 0.65 Micron of Silicon and Germanium at High Temperatures // Journal of Applied Optics.—1957.—№ 12.—P. 1510-1511. 12. Порєв Г.В., Кісіль Р.І. Імовірнісний підхід до визначення роздільної здатності телевізійних засобів контролю // Методи та прилади контролю якості.—2002.—№8.—С.40-43. 13. Якименко Ю.І., Порєв Г.В. Підвищення точності вимірювання геометричних параметрів зони розплаву в умовах мікрогравітації // Тези доповіді Третьої Української конференції з перспективних космічних досліджень.—Каціveлі: НКАУ.—2003.—С.93. 14. Порев Г.В. Программное обеспечение телевизионной пирометрии електронно-лучевой зонной плавки // Тези доповіді конференції "Приладобудування 2002".—Київ: НТУУ "КПІ".—2002.—С.126-127. 15. Порєв Г.В. Підвищення точності телевізійних засобів вимірювання температури поверхні зони плавки // Методи та прилади контролю якості.—2002.—№9.—С.39-41.