

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІНЖЕНЕРНИЙ НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ  
ім. Ю.М. ПОТЕБНІ**

**КАФЕДРА ТЕПЛОЕНЕРГЕТИКИ ТА ГІДРОЕНЕРГЕТИКИ**

**Кваліфікаційна робота**

\_\_\_перший бакалаврський\_\_\_  
(рівень вищої освіти)

на тему: «Проектування вакуумної печі типу Редмет-15 для вирощування  
«сонячною» кремнію»

Виконав: студент \_\_IV\_\_ курсу, групи \_ТЕ-17-1бз\_  
Спеціальності \_\_144 «Теплоенергетика»\_  
освітньої програми \_Теплоенергетика\_\_\_\_\_

Капля Олександр Андрійович

(ініціали та прізвище)

Керівник доц. каф., к.т.н. Карпенко Г.В.

(вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)

Рецензент доц., канд. техн. наук Радченко В.В.

(вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)

Запоріжжя  
2022

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**  
**ІНЖЕНЕРНИЙ НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ**  
**ім. Ю.М. ПОТЕБНІ**  
**ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

Кафедра \_\_\_\_\_ Теплоенергетики та гідроенергетики \_\_\_\_\_  
Рівень вищої освіти \_\_\_\_\_ перший бакалаврський \_\_\_\_\_  
Спеціальність \_\_\_\_\_ 144 Теплоенергетика \_\_\_\_\_  
Освітня програма \_\_\_\_\_ Теплоенергетика \_\_\_\_\_

**ЗАТВЕРДЖУЮ**

Завідувач кафедри \_\_\_\_\_

« \_\_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_\_ року

**З А В Д А Н Н Я**

**НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ СТУДЕНТУ**

**Каплі Олександр Андрійовичу**

(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи (проекту) «Проектування вакуумної печі типу Редмет-15 для вирощування «сонячною» кремнію»

керівник роботи Карпенко Ганна Володимирівна, канд. техн. наук.

(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом ЗНУ від « 17 » січня 2022 року № 91-с \_\_\_\_\_

2. Строк подання студентом роботи 28 травня 2022 року.

3. Вихідні дані до роботи: 1. Діаметр монокристала, що вирощують – 100 мм. 2. Діаметр кварцевого тигля – 356 мм. 3. Маса завантаження шихти в тигель – 40 кг. 4. Максимальна температура на нагрівачі – 1750 °С. 5. Стінки камери печі - водоохолоджувальні, температура стінки – 40 °С. 6. Склад шихти - кремній напівпровідникової чистоти. 7. Робоче середовище – аргон з абсолютним тиском в робочій камері 5...20 мм рт.ст. 8. Нагрівач - резистивний з графіту марки МГ-1 (ТУ 48-20-90-82). 9. Теплозахисне екранування виконується з вуглеграфітової тканини ТМП- 4.

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити):1. Стан розвитку сонячної енергетики в Україні; 1.1 Огляд ринку

напівпровідникового кремнію; 1.2 Технології отримання кремнію; 1.3 Метод Чохральського. 2 Теплові вузли для процесів вирощування монокристалів кремнію. 2.1 Теплові системи для вирощування великогабаритних кристалів. 3 Розрахунок теплової системи установки вирощування монокристалів. 3.1 Опис конструкції установки вирощування монокристалів кремнію. 3.2 Розрахунок теплової системи для вирощування монокристалів кремнію. 4 Апаратурно-технологічна схема виробництва моно-кристалічного кремнію. 4.1 Технології отримання монокристалічного кремнію методом Чохральського. 4.2 Методи раціонального використання відходів та шляхи вдосконалення технології монокристалічного кремнію

5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень): Титульний аркуш, мета та завдання роботи, схема виробництва кремнію, схема теплового вузла для процесу вирощування монокристалів кремнію, пічний агрегат, основні параметри електропечі, вдосконалена тепла система печі.

#### 6. Консультанти розділів роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Розділ 1	Карпенко Г.В., доц. каф. ТГЕ		
Розділ 2	Карпенко Г.В., доц. каф. ТГЕ		
Розділ 3	Карпенко Г.В., доц. каф. ТГЕ		
Розділ 4	Карпенко Г.В., доц. каф. ТГЕ		

7. Дата видачі завдання \_\_ 01.04.2022 р. \_\_\_\_\_

### КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Строк виконання етапів роботи	Примітка
1	Стан розвитку сонячної енергетики в Україні		
2	Теплові вузли для процесів вирощування монокристалів кремнію		
3	Розрахунок теплової системи установки вирощування монокристалів		
4	Методи раціонального використання відходів та шляхи вдосконалення технології монокристалічного кремнію		
5	Оформлення пояснювальної записки		

Студент \_\_\_\_\_  
(підпис)

\_\_\_\_\_ О.А Капля \_\_\_\_\_  
(ініціали та прізвище)

Керівник роботи (проекту) \_\_\_\_\_  
(підпис)

\_\_\_\_\_ Г.В. Карпенко \_\_\_\_\_  
(ініціали та прізвище)

#### Нормоконтроль пройдено

Нормоконтролер \_\_\_\_\_ С.Є. Чижов \_\_\_\_\_  
(підпис) (ініціали та прізвище)

## РЕФЕРАТ

Пояснювальна записка до дипломного проекту вміщує: 70 сторінок, 2 таблиці, 9 рисунків, 20 посилань.

КРЕМНІЙ, СОНЯЧНА БАТАРЕЯ, ТЕПЛОВА СИСТЕМА,  
НАВАНТАЖЕННЯ, ВАКУУМ, МОНОКРИСТАЛ

Метою роботи є проектування печі для вирощування монокристалів кремнію діаметром 150 мм з одночасним зниженням споживаної енергії нагрівачем за рахунок зменшення тепловитрат системи.

В дипломній роботі розглянуто ринок напівпровідникового кремнію та методи його отримання. Описані теплові вузли для процесів вирощування монокристалів кремнію. Проведено розрахунок теплової системи установки вирощування монокристалів. За результатами розрахунків представлено методи раціонального використання відходів та шляхи вдосконалення технології монокристалічного кремнію.

Враховуючи проведені розрахунки теплових витрат та представлені технологічні рішення з вдосконалення системи додаткової ізоляції, одержано одночасне зниження споживаної нагрівачем потужності і тривалості процесу вирощування монокристалу, що призвело до економії споживаної електроенергії до 40 %.

## ЗМІСТ

ВСТУП	7
1 СТАН РОЗВИТКУ СОНЯЧНОЇ ЕНЕРГЕТИКИ В УКРАЇНІ	9
1.1 Огляд ринку напівпровідникового кремнію	11
1.2 Технології отримання кремнію	14
1.3 Метод Чохральського	17
2 ТЕПЛОВІ ВУЗЛИ ДЛЯ ПРОЦЕСІВ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ КРЕМНІЮ	21
2.1 Теплові системи для вирощування великогабаритних кристалів	24
3 РОЗРАХУНОК ТЕПЛОВОЇ СИСТЕМИ УСТАНОВКИ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ	29
3.1 Опис конструкції установки вирощування монокристалів кремнію.	29
3.2 Розрахунок теплової системи для вирощування монокристалів кремнію	41
4 АПАРАТУРНО-ТЕХНОЛОГІЧНА СХЕМА ВИРОБНИЦТВА МОНОКРИСТАЛІЧНОГО КРЕМНІЮ	54
4.1 Технології отримання монокристалічного кремнію методом Чохральського	57
4.2 Методи раціонального використання відходів та шляхи вдосконалення технології монокристалічного кремнію	63
ВИСНОВКИ	68
ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ	69

## ВСТУП

Базовою галуззю економіки будь-якої розвиненої країни, або країни, що розвивається, є енергетика. Одним із стратегічних завдань розвитку економіки сучасної України є забезпечення енергетичної незалежності країни. Найважливіша умова успішного вирішення такої задачі - максимальне збільшення в стратегічному балансі частки енергії, проведеної за рахунок власних енергетичних ресурсів. Гострота проблеми забезпечення економіки України власними енергоресурсами визначає необхідність разом з енергозбереженням розвивати альтернативну енергетику на основі поновлюваних джерел.

Етап переходу на нові джерела енергії почався в розвинених країнах світу у 1990 році. Особливість цього етапу полягає в його екологічній спрямованості прагненні до зменшення забруднення навколишнього середовища, істотному скороченні викидів в атмосферу вуглекислого і сірчистих газів. Протягом двох - трьох десятиліть людство повинне впровадити в повсякденне життя поновлювані екологічно чисті джерела енергії, перш за все, такі як вітроенергетика і сонячна енергетика. Інакше прийдешні екологічні катастрофи поставлять під загрозу можливість подальшого існування життя на нашій планеті.

Європейський союз пред'являє до країн, що прагнуть до вступу до ЄС, вимоги по доведенню частки поновлюваних джерел енергії в національному виробництві енергії до 6 %, а з урахуванням великої гідроенергетики - до 12%. У 2007 році Євросоюз оголосив про прагнення довести частку поновлюваних джерел енергії 20 % до 2030 року. В даний час в Україні частка поновлюваних джерел енергії досягає всього 2,8 %. Таким чином, для досягнення стратегічної мети євроінтеграції України необхідно швидкими темпами впроваджувати енергетику, засновану на поновлюваних джерелах. Найперспективнішим напрямом такої енергетики в Україні є сонячна енергетика.

До теперішнього часу попит на сонячні батареї в Україні практично відсутній через те, що собівартість вироблюваної ними електроенергії є значно вищою, за вироблювану тепловими, атомними і гідроелектростанціями. Проте в Україні сонячна енергетика має хороший потенціал, оскільки вона географічне розташовується в земних широтах з хорошим надходженням сонячного випромінювання, фотоенергетичне устаткування може експлуатуватися протягом усього року, причому термін високоефективної експлуатації в північних районах складає 5 місяців (з травня по вересень), а в південних - 7 місяців (з квітня по жовтень). Що ж до економічних параметрів сонячної енергетики, то вони вимагають ретельнішого аналізу. За прогнозами фахівців собівартість електроенергії, що виробляється сонячними модулями, зменшиться в найближчі 3 роки у 2 рази, а протягом 10...15 років - в 5 разів

Сьогодні стрімко росте попит на полі та монокристалічний кремній, кремній для фотоелектричних перетворювачів як з боку зарубіжних компаній, так і усередині країни.

Продовжуються дослідження і розробки технологій по виготовленню сонячних елементів на основі дешевого кремнію - полікристалічного, слабо очищеного («брудного») кремнію, тонких плівок аморфного і полікристалічного кремнію, а також інших напівпровідникових матеріалів.

Достатньо високий рівень готовності до серійного виробництва матеріалів і устаткування дає можливість швидкого і ефективного розвитку сучасної сонячної енергетики в Україні.

## 1 СТАН РОЗВИТКУ СОНЯЧНОЇ ЕНЕРГЕТИКИ В УКРАЇНІ

Понад 95% всіх сонячних батарей, що виробляються в світі, зроблені на основі кремнію. Тому перспективи розвитку сонячної енергетики на пряму пов'язані з проблемами розробки нових маловитратних технологій отримання полікристалічного кремнію для фотоелектричних перетворювачів. Крім того, більше 50% вартості сонячних кремнієвих батарей припадає на вихідний матеріал для виготовлення фотоелектричних перетворювачів.

У ланцюзі технологічних процесів, яку проходить кварц, перетворюючись в результаті в різні форми кремнію і, нарешті, надходить до споживача у вигляді готової продукції (сонячної панелі) - додаткова вартість його виростає в тисячі разів.

Кварцева сировина (що містить оксид кремнію  $\text{SiO}_2$ ) в світі видобувається у величезних масштабах і широко використовується в багатьох галузях промисловості. І недоліку в ній немає - частка кремнію в земній корі - 25,7%. Безумовно, тут цінуються родовища кварцового піску високої чистоти. Проте види і якість сировини варіюються залежно від його застосування. Наприклад якщо для прокату віконного скла досить 70% оксиду кремнію, то в напівпровідниковій промисловості використовується кремній чистотою не нижче 99,999%.

Світове виробництво металургійного кремнію досягає 1 млн. тонн на рік.

Провідні країни-виробники металевого кремнію: Бразилія, Китай, Франція, Норвегія і США. Найбільшою країною-виробником на сьогодні є Китай. Двома лідируючими гравцями цієї галузі є норвезький концерн Elkem і компанія Invensil, які володіють близько 20% і 5% ринку відповідно. У Росії два холдингу СУАЛ і РусАл є найбільшими виробниками і єдиними експортерами технічного кремнію. Група СУАЛ стабільно займає перше місце за обсягами виробництва кремнію в Росії і шосте у світі, виробляючи 70% кремнію. Другий російський виробник, ВАТ «Братський



алюмінієвий завод», що належить Русалу, щорічно виробляє близько 20000 т. кремнію, причому також спрямовує значну частину своєї продукції на експорт.

За прогнозами Європейської конференції з сонячної енергетики до 2040 р. частка "сонячної" електроенергії в загальносвітовому виробництві електроенергії складе близько 26%.

В якості вихідної сировини для виробництва фотоелектричних перетворювачів використовується полікристалічний кремній.

Полікристалічний кремній - матеріал дуже високої чистоти, і аж до 2000-2001 рр.. був основою тільки для виробництва напівпровідників. Базою ж сонячної енергетики були в основному відходи «електронної» індустрії: некондиційний полікремній, що отримується в циклі виробництва полікремнію електронного. За останні роки ситуація багато в чому змінилася: понад 60% загальної потреби сонячної енергетики забезпечує полікремній, спеціально зроблений для неї.

Сонячний кремній - матеріал з менш жорсткими вимогами по чистоті, різниця якої може коливатися від 99,999 до 99,99999% («електронна» чистота).

Світове виробництво полікристалічного кремнію досягає 130 тисяч тонн на рік, і, за деякими оцінками, щорічно збільшується на 18-20%. Більше 90% світового ринку полікристалічного кремнію контролюють 10 найбільших компаній США, Японії, Німеччини та Італії. Світовий лідер з виробництва полікристалічного кремнію сонячної якості - корпорація SGS AsiMI (створена спільно американською ASiMI і норвезькою групою REC). Норвезькій групі REC - Renewable Energy Corporation належить також один з найбільших виробників кремнієвих пластин - Scan Wafer ASA.

Напівпровідникова технологія почала своє становлення з 1946 року, коли Бардін і Шоклі винайшли біполярний транзистор. На першому етапі розвитку мікроелектронного виробництва в якості вихідного матеріалу використовувався германій. В даний час 98% від загального числа інтеграль-

них схем виготовляються на основі кремнію.

Кремнієві напівпровідникові прилади в порівнянні з германієвих мають ряд переваг:

- кремнієві р n переходи володіють низькими струмами витоку, що визначає більш високі пробивні напруги кремнієвих випрямлячів;
- кремній має вищу, ніж у Ge область робочих температур (до 150 і 70 градусів Цельсія відповідно);
- кремній є технологічно зручним матеріалом: його легко обробляти, на ньому легко отримувати діелектричні плівки  $\text{SiO}_2$ , які потім успішно використовуються в технологічних циклах;
- кремнієва технологія є менш витратною. Отримання хімічно чистого Si в 10 разів дешевше, ніж Ge.

Перераховані вище переваги кремнієвої технології мають місце у зв'язку з наступними його особливостями:

- великий вміст кремнію у вигляді мінералів в земній корі (25% від її маси);
- простота його видобутку (міститься в звичайному річковому піску) і переробки;
- існування не розчинної у воді окисного шару  $\text{SiO}_2$  хорошої якості;
- більша, ніж у германію ширина забороненої зони ( $E_g = 1,12$  eV і  $E_g = 0,66$  eV відповідно).

### **1.1 Огляд ринку напівпровідникового кремнію**

Теоретичні дослідження, нові розробки в області напівпровідникових приладів (НП), аналіз перспектив ринку показують, що, принаймні, до 2030 року кремній залишиться основним напівпровідниковим матеріалом. Наприкінці минулого століття та на початку XXI сторіччя на основі кремнію виготовлено 94...95 % всіх видів НП, зокрема практично 100 % інтегральних схем. За прогнозами в 2010...2020 р. частка приладів на основі

кремнію буде не менше 90 %, тобто виробництво НП визначає і виробництво напівпровідникового кремнію.

Створення нових НП, прагнення зменшити їх вартість приводить до необхідності не тільки удосконалити існуючу технологію полі- і монокристалічного кремнію, але і створювати нові технології. Іншими словами, для нового покоління НП необхідні кремнієві монокристалічні пластини також нового покоління. За останні 30 років ХХ століття світовий об'єм продажів НП збільшився від 2,4 млрд. доларів США у 1970 р. до 203 млрд. у 2000 р. За прогнозами SIA об'єм ринку НП збільшиться до 300 млрд. дол. в 2014 р., при цьому середній приріст об'єму продажів складе 14,5 %. В той же час, розвиток виробництва НП характерний своєю циклічністю. За вказаний вище період було 7 циклів падіння об'єму продажів з середньою тривалістю 7...9 років, зв'язаних, в основному, із зменшенням цін, яке, у свою чергу, було пов'язано із створенням надмірних виробничих площ. Починаючи з 2000 року у зв'язку з різким розширенням замовлень на мобільні телефони намітилося різке зростання інвестицій в створення нових заводів, модернізацію і зміну профілю тих, що існують. Загальна вартість проектів нових заводів перевищує 32 млрд. доларів, причому більше половини цієї суми піде на будівництво заводів по виробництву НП на пластинах діаметром 300 мм. Сім таких заводів повинні бути введені в експлуатацію в 2011 р. і одинадцять в 2012 р.

Останніми роками наголошується бурхливе зростання споживання НП в Китаї. За прогнозами дослідницької фірми Cahners In-Stat Group. в 2010 році Китай стане другим в світі за величиною ринком ІС.

Бум, що спостерігається в даний час, зв'язаний, головним чином, з безперервним і різким збільшенням числа індивідуальних власників комп'ютерів, користувачів мережею Інтернет і мобільним зв'язком. Наприкінці 2000 року число користувачів Інтернет в світі досягло 320,7 млн. і в останні роки зросло до 2,5 млрд., причому більше половини користувачів підключаються до мережі за допомогою мобільних пристроїв. Все це означає,

що на ринок прийшов масовий споживач і, отже, подальше розширення ринку можливе тільки при безперервному зниженні вартості НП і збільшення частки в загальному об'ємі «спрощених» пристроїв. Не дивлячись на те, що ціни останніх є невисокими, великий фізичний об'єм їх продажів, в цілому, приводить до збільшення збуту.

За прогнозом на найближчі 5 років ціни на пластини діаметром 150 мм і менше залишаться постійними (діаметр 100 мм - 13,5 долл./шт.; 125 мм - 24,2 долл./шт. і 150 мм - 34,37 долл./шт.), ціна пластин діаметром 200 мм зменшиться на 5 дол. (з 83 до 78 долл./шт.) і пластин діаметром 300 мм на 140 доларів (з 580 до 440 долл./шт.). На нашу думку, враховуючи загальну тенденцію по зменшенню вартості НП утримувати незмінними ціни на пластини діаметром 150 мм і менше навряд чи вдасться, також слід чекати значнішого зменшення цін на пластини діаметром 200 мм і 300 мм. Проте, з урахуванням робіт по поліпшенню якості пластин діаметром 200 і 300 мм приведені вище ціни на ці пластини, можливо, спостерігатимуться насправді.

Із загального об'єму виробництва в світі НП інтегральних схем припадає на частку 90 % і дискретних приладів - 10 %. У свою чергу у складі дискретних приладів силові прилади займають 6,8 %, сонячні батареї - 4,6 %, інші прилади (детектори ядерних випромінювань, фотоприймачі і ін.) - 0,3...0,5 %. Таким чином, стан ринку НП залежить, перш за все, від виробництва ІС і тих нововведень, які реалізуються в цій області.

Після багаторічних дискусій з великого числа показників ІС була вибрана ключова характеристика - ширина розділової лінії («канавки») в архітектурі чипа. Чим меншою є ширина канавки, тим меншими будуть розміри приладів, зменшується тепловиділення і т.ін. За прогнозом SIA (Semiconductor Industry Association) ширина розділової лінії повинна зменшитися з 0,25 мкм в 1997 р. до 0,05 в 2012 році. Проте, дійсність значно випереджає прогноз. Так, наприклад, передбачали, що технологія 0,18 мкм з'явиться в 2001 році, а фактично вона з'явилася в 1999 році. Виходячи з

цього, уточнений прогноз дає поява технології 0,13мкм в 2002 році замість раніше передбаченого 2004 р. Таке прискорення технологій ІС є надзвичайно важливим чинником для оцінки динаміки зміни діаметру кремнієвих пластин, оскільки зменшення розмірів приладів продовжує конкурентне за вартістю використання 200-мм пластин в новому поколінні НП, в яких, як передбачалося спочатку, повинні були домінувати пластини діаметром 300 мм. Приведені дані по ширині «канавки» є усередненими. Лідери технологій рухатимуться швидше, ті що відстають - повільніше.

Лідери у виробництві кремнієвих пластин, що мають можливості вкладати великі кошти у вдосконалення технології і нове устаткування, прагнуть темпами, що випереджають конкурентів, організувати виробництво монокристалів.

## **1.2 Технології отримання кремнію**

Отримання кремнію напівпровідникової якості включає переробку початкової сировини – кварцитів, проведення хлорування продуктів карбо-термічного відновлення кварцитів, очищення хлоридів, відновлення хлоридів кремнію до елементарного стану, вирощування монокристалічного кремнію і подальша його переробка з метою виготовлення необхідних напівпровідникових приладів.

Сировина для виробництва кремнію. Вміст домішкових елементів в сировинних матеріалах істотно впливає на якість кристалічного кремнію, тому важливе значення має вибір родовищ. Заданими геохімічних досліджень, найпоширенішим мінералом в земній корі є кварц, який в окремих родовищах утворює крупне скупчення кремнезему високого ступеня чистоти.

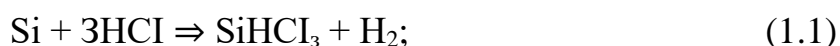
Природні форми кремнезему можуть бути представлені породами, майже повністю складеними кварцем, кварцитами або кварцитовидними пісковиками. Кварцити можуть містити лимоніт, гематит, пірит, польовий

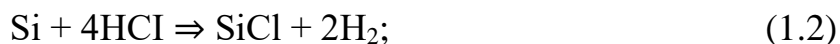
шпат, глинисті мінерали, слюду, рутил, циркон і т.д. Здобутий кварцит піддають переробці і збагаченню, в процесі яких від нього відділяються земля, глина і ін. На сучасних крупних кар'єрах встановлені дробильно-сортувальні фабрики, на яких здобутий кварцит заздалегідь дроблять на шматки менше 110 мм впоперечнику, потім промивають і піддають грохо-ченню. Часто для поліпшення якості кварциту проводять селективну здо-бич руди, що дозволяє скоротити кількість шкідливих домішок — сланців, глин, озалізнених порід і т.п.

Після дроблення кварцит піддають мокрому грохо-ченню з відсівом фракцій менше ніж 20 мм, що дає можливість різко понизити вміст в руді глинистих намазувань, жильних і пісочних утворень, залізистих мінералів, сланців і т.д. Отримання кремнію з кварцитів здійснюється за рахунок від-новлення його вуглецем. Вуглецеві відновники містять значну кількість домішкових речовин, і досвід робіт електротермічних цехів показує, що перехід домішкових елементів в кристалічний кремній з вуглецевих відно-вників при плавлі складає велику величину. Наприклад, із золи деревного вугілля оксиди заліза відновлюються майже повністю, оксиди алюмінію до 85 %, оксиди кальцію до 45 %. Саме тому для підвищення якості кристалі-чного кремнію доцільно застосовувати малозольний відновник з відсівом дрібних фракцій (до 5 мм), що містять, як правило, включення піску і гли-ни, що потрапляє у вуглецевий відновник при транспортуванні і зберіганні. Відновлення кремнезему в електричних печах. Відновлення кремнезему в рудовідновлюваних електричних печах відбувається при температурі 2073...2673 К.

У промисловості найбільшого поширення набув метод гідрохлору-вання кристалічного (технічного) кремнію при 563...623 К.

Використовуючи термодинамічні характеристики силану і його похі-дних, були розраховані рівноважні склади найбільш вірогідних реакцій





Реакції (1.1) і (1.2) протікають в усьому інтервалі температур, при яких проводять процес синтезу трихлорсилану, з достатньо високим виходом. Підвищення температури сприяє збільшенню виходу по реакції (1.1). Реакція (1.2) практично протікає лише до 623 К, вище за цю температуру утворення дихлорсилану значно знижується. Для реакції (1.3) ця температурна межа складає 1273 К.

На практиці важливо зменшити вірогідність протікання побічних реакцій (1.1,1.2,1.3), збільшити частку трихлорсилану в продуктах реакції і зменшити питомі витрати реагентів і енергії.

Методами отримання моносилану є розкладання силіциду магнію солянокислим гідразином в середовищі безводого гідразину, відновленні полігалоїдних з'єднань кремнію простими і змішаними солеподібними гідрідами, при взаємодії тетрахлорсилану з літій-алюміній-гідридом в ефірному середовищі, діоксані, при взаємодії гідриду літію, розчиненого в евтектичній суміші хлоридів літію і калію і з чотирихлористим кремнієм при 632 К і ін.

Силан отримують також при розкладанні складніших кремній вмістних з'єднань.

За хлорсилановим методом полікристалічний кремній отримують водневим відновленням хлорсиланів у спеціальних камерах, тобто реакторах водневого відновлення. Процес осадження ведеться при надлишковому тиску та високих температурах. В середині реактора водневого відновлення на поверхні прутків, розігрітих електричним струмом, осаджується полікристалічний кремній у процесі відновлення трихлорсилану воднем.

В процесі зростання стержня поверхня його постійно оновлюється і є активною в хіміко-кристалізаційному відношенні. Основний внесок в процес зростання вносить  $\text{SiCl}_4$ , який у вигляді молекул мігрує по поверхні, може взаємодіяти з атомами Н і Сl, наявність яких в свою чергу визначається складом газової фази в реакторі (співвідношенням Сl/Н).

За моносилановим методом для отримання кремнію проводять термічне розкладання моносилану ( $\text{SiH}_4$ ) у реакторах термічного розкладання.

### 1.3 Метод Чохральського

Ідея методу отримання кристалів по Чохральському полягає в зростанні монокристала за рахунок переходу атомів з рідкої або газоподібної фази речовини в тверду фазу на їх межі розділу.

Стосовно кремнію цей процес може бути охарактеризований як однокомпонентна ростова система рідина - тверде тіло. Швидкість росту  $V$  визначається числом місць на поверхні зростаючого кристала для приєднання атомів, що поступають з рідкої фази, і особливостями перенесення на межі розділу.

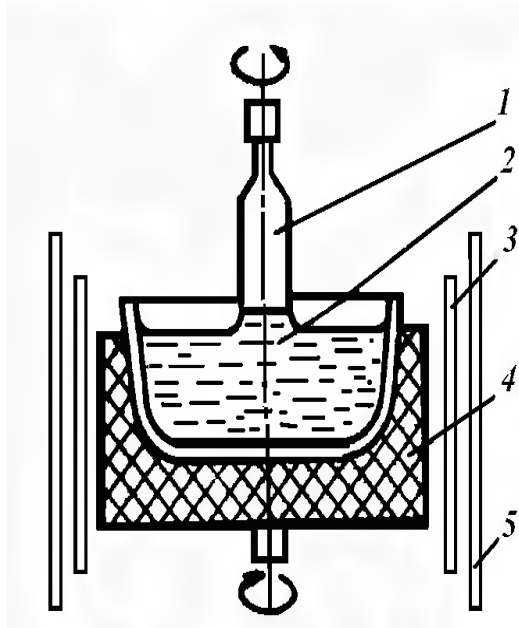
Устаткування для вирощування монокристалічного кремнію:

Установка складається з наступних блоків:

- пекти, що включає тигель, контейнер для підтримки тигля, нагрівач, джерело живлення, камеру високотемпературної зони і ізоляцію;
- механізм витягування кристала, стержень з затравкою, механізм обертання приманки і пристрій її затиску, пристрій обертання і підйому тигля, що включає;
- пристрій для управління складом атмосфери (газовий вхід, вихлоп, вакуумний насос);
- блок управління, що складається з мікропроцесора, датчиків температури і діаметру зростаючого злитка і пристроїв введення;



Додаткові пристрої: оглядове вікно, кожух.



1-монокристал; 2-розплав в тиглі; 3-нігрівач; 4-підставка; 5-екранування.

Рисунок 1.1 – Схема вирощування монокристалів методом Чохральського

#### Технологія процесу

Монокристал приманки високої якості опускається в розплав кремнію і одночасно обертається. Отримання розплавленого полікремнію відбувається в тиглі в інертній атмосфері (аргону при розрідженні  $\sim 10^4$  Па.) при температурі, що трохи перевершує точку плавлення кремнію  $T = 1683$  К.

Тигель обертається в напрямі протилежному обертанню монокристала для здійснення перемішування розплаву і зведенню до мінімуму неоднорідності розподілу температури. Вирощування при розрідженні дозволяє частково очистити розплав кремнію від летючих домішок за рахунок їх випаровування, а також понизити освіту на внутрішньому облицюванні печі нальоту порошку монооксиду кремнію, попадання якого в розплав приводить до утворення дефектів в кристалі і може порушити монокристалічне зростання.

На початку процесу зростання монокристала частина монокристала приманки розплавляється для усунення в ній ділянок з підвищеною щільністю механічної напруги і дефектами. Потім відбувається поступове витягування монокристала з розплаву.

Для отримання монокристалів кремнію методом Чохральського розроблено і широко використовується високопродуктивне автоматизоване устаткування, що забезпечує відтворне отримання безділокаційних монокристалів діаметром до 200...300 мм.

Із збільшенням завантаження і діаметру кристалів вартість їх отримання зменшується. Проте в розплавах великої маси (60...120 кг) характер конвективних потоків ускладнюється, що створює додаткові труднощі для забезпечення необхідних властивостей матеріалу.

Крім того, при великих масах розплаву зниження вартості стає незначним за рахунок високої вартості кварцевого тигля і зменшення швидкості вирощування кристалів із-за труднощів відведення прихованої теплоти кристалізації. У зв'язку з цим з метою подальшого підвищення продуктивності процесу і для зменшення об'єму розплаву, з якого проводиться вирощування кристалів, інтенсивний розвиток отримали установки напів-безперервного вирощування.

У таких установках проводиться додаткове безперервне або періодичне завантаження кремнію в тигель без охолодження печі, наприклад шляхом підживлення розплаву рідкою фазою з іншого тигля, який, у свою чергу, також може періодично або безперервно підпіватися твердою фазою. Таке удосконалення методу Чохральського дозволяє понизити вартість вирощуваних кристалів на десятки відсотків. Крім того, при цьому можна проводити вирощування з розплавів невеликого і постійного об'єму. Це полегшує регулювання і оптимізацію конвективних потоків в розплаві і усуває сегрегації неоднорідності кристала, обумовлені зміною об'єму розплаву в процесі його зростання.

## Висновок до розділу

Сучасний стан промислового виробництва напівпровідникового кремнію характеризується рядом чинників, що безпосередньо впливають на його розвиток. З однієї сторони, створення і розвиток інформаційних технологій привело до якісного стрибка в розвитку електронної промисловості, що базується в основному на напівпровідниковому кремнію. Крім того, енергетична криза, що поглиблюється, вимагає розвитку нетрадиційних джерел енергії, у тому числі сонячної енергетики, заснованої на використанні напівпровідникового кремнію в якості фотоелектричних перетворювачів

## 2 ТЕПЛОВІ ВУЗЛИ ДЛЯ ПРОЦЕСІВ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ КРЕМНІЮ

Сучасна установка для вирощування монокристалів кремнію по методу Чохральського є складним комплексом технічних засобів, який складається з камери з механізмами обертання і переміщення верхнього і нижнього штоків, вакуумного агрегату, системи електроживлення, блоку очищення, подання і регулювання витрати інертного газу, блоку водяного охолодження і системи автоматичного управління процесом. Основні технічні параметри вітчизняних установок: встановлена потужність 160 кВА, середовище вирощування - потік аргону (азоту в суміші з аргоном) при тиску в камері 1,33 кПа, максимальна температура на нагрівачі 1870 К, довжина монокристала - до 1500 мм.

Тепловий вузол включає підставку під кварцовий тигель, нагрівач, систему екранів. Конструкція теплового вузла практично визначає температурно - тимчасові параметри процесу кристалізації, макро- і мікроструктуру вирощуваного монокристала, характер розподілу в нім легуючих елементів і фонових домішок. Варіюючи конструкцію декількох елементів теплового вузла, можна отримувати практично ідентичні умови вирощування монокристалів різних діаметрів і маси.

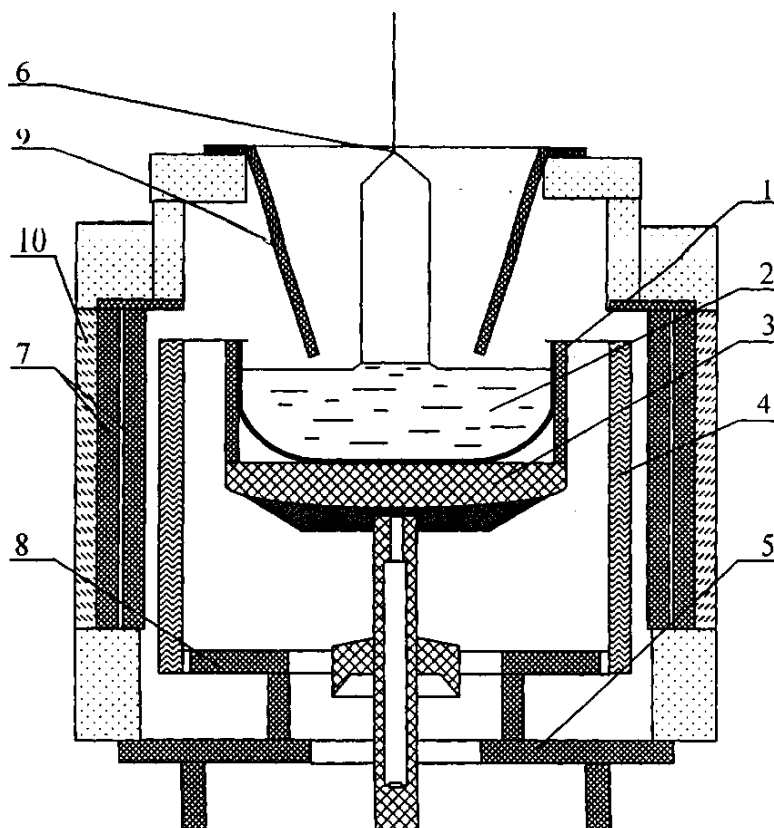
Тепловий вузол установки вирощування повинен забезпечувати істотне зменшення втрат тепла, що виділяється нагрівачем, не допускати перегрівання поверхонь водоохолоджуваних стінок камери, а також створювати певні температурні градієнти в зоні зростання кристала з розплаву з метою набуття заданих властивостей вирощуваних монокристалів. Особливістю конструкції теплового вузла є точність виготовлення і монтажу його елементів, дотримання співвісної (висесиметричності) розташування елементів відносно зростаючого монокристала, у тому числі системи теплових екранів і елементів, які активно впливають на градієнти температури в розплаві і зростаючому кристалі. Із зростанням габаритів установок і маси

зростаючих монокристалів, створення великогабаритних елементів теплоізоляції з щільного дрібнопористого графіту високої міри чистоти є складним технічним завданням. Також зростають вимоги до зниження маси елементів теплового вузла, у зв'язку із складнощами їх установки в камері і необхідністю використання механізмів. Існуючі екранування умовно можна підрозділити на два типи: відкриті і закриті. Вибір екранування і її особливості диктуються залежністю якості отримуваних монокристалів від умов вирощування і економічними міркуваннями. При вирощуванні монокристалів з відкритим екрануванням в зоні кристалізації створюються більш високі температурні градієнти, ніж при вирощуванні в закритій системі.

Бічне екранування, як правило, складається з першого, ближнього до нагрівача, графітового екрану, за яким розташовуються ще два або три графітові або молібденові екрани. В деяких випадках для цих цілей використали екрани із спеченого кварцу, проте для великогабаритних теплових вузлів (діаметр тигля більше 400 мм) такі екрани виявилися громіздкими і неефективними.

У зв'язку з розробкою нових видів високотемпературних ВВКМ стало можливим створення екранування нової конструкції зручної в експлуатації. На перший екран намотуються декілька шарів вуглеграфітової тканини або повсті, що мають високі теплоізоляційні властивості. Донна частина екранування складається з декількох графітових екранів, на яких розташовується низькощільний ВВКМ (або графітована повсть), який у разі розливання розплаву кремнію захищає від прогорання піддон камери печі. На верхньому торці бічних екранів розташовують, у разі потреби, плоский (чи іншої форми) стельовий екран з ВВКМ.

Схематично конструкція теплового вузла установки вирощування монокристалів типу "Редмет - 30" приведена на рисунку 2.1.



1 - кварцовий тигель; 2 - розплав кремнію; 3 - підставка під тигель з низькощільного ВВКМ; 4 - нагрівач; 5 - нижній теплоізоляційний екран; 6 - вирощуваний монокристал; 7 - бічні теплоізоляційні екрани з низькощільних ВВКМ; 8 - додатковий теплоізоляційний екран; 9 - конічний екран; 10 - додатковий бічний теплоізоляційний екран

Рисунок 2.1 - Схема теплового вузла установки Редмет – 30

З розробленого низькощільного ВВКМ виконані бічні циліндричні і плоскі теплоізоляційні екрани, а також екрани для захисту піддону установок вирощування монокристалів кремнію по методу Чохральського. Теплові вузли з елементами теплозахисту з розробленого низькощільних ВВКМ використовувалися при виробництві монокристалів кремнію для мікроелектроніки і фотоелектричних перетворювачів. Отриманий новий вид низькощільних ВВКМ містить домішки бору, алюмінію, заліза, хрому, марганцю, міді, титану з концентрацією  $3 \cdot 10^{-4} \dots 7 \cdot 10^{-6}$  % мас, такий вміст

домішок задовольняє вимогам технології напівпровідникового монокристалічного кремнію.

Виготовлення бічних циліндричних і плоских теплоізоляційних екранів для захисту піддону установок вирощуючи кремнію по методу Чохральського з низькощільних ВВКМ дозволило понизити споживання електроенергії на 30...50 % (залежно від технологічного призначення), збільшити ресурс роботи теплоізоляції на 40..50%, понизити масу збірного теплового вузла на 55...65% і скоротити час підготовки печі до плавки.

Застосування низькощільних ВВКМ дозволяє понизити об'єм використання інших дефіцитних матеріалів(молібден, вольфрам, графіт та ін.). Акт дослідно-промислового використання теплових вузлів з низькощільних ВВКМ на ВАТ «Завод напівпровідників» приведений в додатку В.

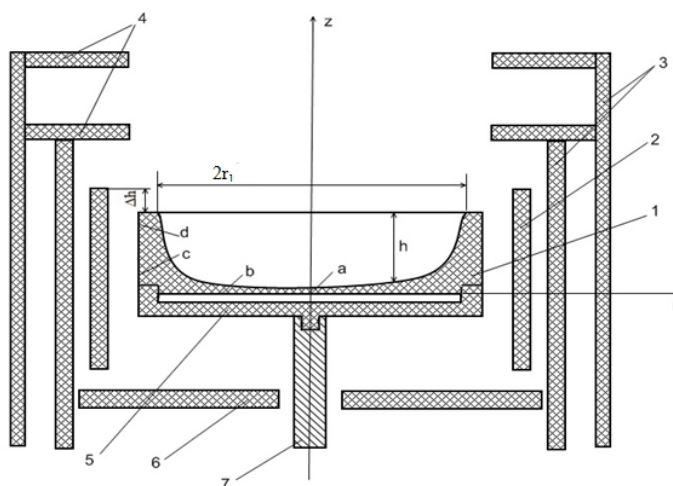
Комплекс поліпшених властивостей розробленого низькощільного ВВКМ (механічна міцність, стійкість до температур до 2000 °С в інертному середовищі, хімічна чистота) дозволяє розглядати цей матеріал як досить перспективний для використання в технології кремнію напівпровідникової чистоти.

## **2.1 Теплові системи для вирощування великогабаритних кристалів**

Великогабаритні кристали германію отримують модифікованим способом Степанова із застосуванням заглибленого формоутворювача, що обертається (ЗОФ). Цей спосіб дозволяє отримувати кристали германію діаметром до 900 мм При збільшенні діаметру кристалів виникає ряд істотних труднощів в досягненні необхідних характеристик. Збільшення діаметру вирощуваних кристалів призводить до істотного зростання маси розплаву, що у поєднанні з конструктивними особливостями ростової камери установки (водоохолоджувані стінки камери, штоки обертання тигля, заправки) обумовлює різке збільшення осьових і радіальних температурних

градієнтів в розплаві. Зменшення впливу вказаних чинників на формування структури кристалів досягнуте за рахунок розробки нової ефективної конструкції теплового вузла.

Розробку теплового вузла виконували для установки «Редмет-10» модернізованої конструкції. Схема розробленого теплового вузла установки під тигель діаметром 500 мм приведена на рисунку 2.2.



1 – тигель; 2 - циліндричний нагрівач; 3 - бічні теплові екрани; 4 - стельові теплові екрани; 5 - підставка; 6 - донний тепловий екран; 7 - шток обертання тигля;  $2r_1 = 500$  мм;  $h = 110$  мм;  $\Delta h = 90$  мм; a, b, c, d - точки виміру температури на зовнішній поверхні тигля

Рисунок 2.2 - Тепловий вузол установки для вирощування великогабаритних кристалів методом ЗОФ

Тепловий вузол складається з тигля, циліндричних нагрівачів, бічних, стельових і донних теплових екранів. Циліндричні нагрівачі виготовлені з графіту марки МГ1 ОСЧ. Теплові екрани виконані з графіту марки ГПЗА- 0, при цьому бічні екрани додатково обмотували вуглецевою тканиною «Урал Т-22» і віскозною графітовою повстю НТМ- 200. Тиглі виготовляли з графіту марки ГМЗА- 0 і низькощільного ВВКМ, ущільненого піровуглецем.

Такий розподіл температури обумовлений тим, що енергія, що ви-



промінюється від циліндричного нагрівача, підводиться до бічної поверхні тигля, і максимальне її відведення (також за рахунок теплового випромінювання) відбувається з відкритої поверхні розплаву, поверхні зростаючого кристала і донної поверхні тигля.

У таблиці 2.1 представлені результати виміру температури на зовнішній поверхні тигля, виконаного з низькощільного ВВКМ. Вимір температури проводили з допомогою вольфрам - ренієві термоелектричні перетворювачі типу ВР5/ВР20. Температура вимірювалася при імітації процесу вирощування (без тигля з розплавом) з підтримкою електричної потужності на нагрівачі в точній відповідності з технологічним процесом. З таблиці 2.1 видно, що на стадії розрощування і витягування кристала з розплаву вимірювана температура в кожній з чотирьох вибраних точок практично залишається постійною. У донній частині тигля (точки *a*, *b*) температура на стадії розрощування і витягування кристала менше температури в нижній бічній його частині (точка *c*) і практично не відрізняється від температури у верхній бічній частині тигля (точка *d*).

Таблиця 2.1 - Результати виміру температури на зовнішній поверхні тигля, виконаного з низькощільного ВВКМ

Термопара	Плавлення, °С	Загравлення, °С	Розрощування, °С			Витягування, °С			Охолодження, °С		
			«п»	«с»	«з»	«п»	«с»	«з»	600	500	400
a	935	993	948	948	948	944	945	945	933	906	805
b	978	960	945	946	946	946	946	943	941	921	796
c	1102	1023	1006	1005	1005	1005	1004	1004	989	947	807
d	1051	954	955	952	952	955	953	952	937	900	761

Примітка: «п», «с» і «о» - відповідно початок, середина і закінчення процесу.

Проведені виміри на зовнішній поверхні тигля, виконаного з низькощільного ВВКМ показали більше рівномірний розподіл температури, а в донній його частині температура була нижча на 50...100 °С, в порівнянні з тиглем з графіту ГМЗА- 0.

Проведені виміри температури підтверджують істотно нижчі втрати тепла (за рахунок низької теплоємності і малих змін теплопровідності низькощільних ВВКМ, що узгоджується з даними робіт [85,69,97].

Нижча температура в донній частині тигля, виконаного з низькощільного ВВКМ, ущільненого піровуглецем, обумовлена значною анізотропією його теплофізичних властивостей [103, 104]. Такий матеріал має теплопровідність у напрямі формування в 8...10 разів меншу (3,5 Вт/м·К), чим в напрямі йому перпендикулярному (40...60 Вт/м·К). Тигель, виготовлений з низькощільного ВВКМ, виконує функції додаткового екрану, зменшує втрати теплоти з донною його частини і вирівнює температурне поле в розплаві. При цьому істотно знижуються радіальні температурні градієнти в розплаві і кристалі, що виключає появу великих полікристалічних включень.

Тиглі, що використовуються в процесах вирощування великогабаритних кристалів германію методом ЗОФ, повинні мати високу механічну міцність. Повною мірою таким вимогам відповідають тиглі, виконані з низькощільних ВВКМ, що обумовлено їх структурою, пов'язаною з особливостями технологічного процесу отримання цього матеріалу.

Крім того, висока механічна міцність композиційного матеріалу, низька зольність і висока його стійкість до стирання призводять також до різкого зниження включень сажі і, як наслідок, істотно зменшується загальна кількість шлаку на поверхні розплаву в тиглі [105, 106].

Великогабаритні кристали германію, вирощені з використанням розробленої конструкції теплового вузла, мають практично монокристалічну структуру і характеризуються однорідним розподілом питомого електричного опору по його торцевих перерізах. Великогабаритні кристали герма-

нію можуть містити окремі полікристалічні включення (блоки), які не роблять істотного впливу на інтегральні оптичні характеристики матеріалу (зазвичай вони забираються при механічній обробці бічної поверхні кристала). Полікристалічні блоки формуються, як правило, в периферійних областях кристала, прилеглих до формоутворювача.

### 3 РОЗРАХУНОК ТЕПЛОВОЇ СИСТЕМИ УСТАНОВКИ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ

#### 3.1 Опис конструкції установки вирощування монокристалів кремнію.

Переважна кількість монокристалічного кремнію виготовляється методом Чохральського. Сучасні установки для вирощування монокристалів кремнію це високотехнологічні, повністю автоматизовані, комплекси механізмів, відмінно відлагоджені і які дозволяють отримувати монокристали з необхідними властивостями. Зростають вимоги до розмірів кристалів і їх якості. Нині найбільше застосування отримали кристали діаметром 150 і 200 мм. Сучасні установки для вирощування монокристалів забезпечують можливість вирощування монокристалів діаметром 300 мм. і із завантаження до 150 кг

Електропіч "Редмет – 30" (СЗВН – 125.500/14,5 – II) призначена для отримання монокристалів кремнію в середовищі інертного газу з розплаву методом Чохральського в промислових цехах виробництв вирощування монокристалів.

Основні параметри електропечі :

1. Споживана потужність, кВт, не більш	100
2. Номінальна температура на нагрівачі, (С, не менше	1450
3. Максимальні розміри вирощуваних кристалів, мм, не менше	
діаметр	200
висота	1500
4. Годинна продуктивність у встановленому режимі (по монокристалу), кг/ч, не менше	0,75
5. Середовище в робочому просторі	інертний газ

6. Маса садіння, кг, не більш	30
7. Маса садіння з підживленням, кг, не більш	45
8. Середній вихід придатної продукції, %, не менше	36
9. Встановлена потужність, кВА, не більш	160
10. Номінальна напруга живлячої мережі, В	380
11. Номінальна частота струму, Гц	50
12. Число фаз	3
13. Максимальна температура на нагрівачі, (З	1600 ± 25
14. Тиск інертного газу, Па (мм рт. ст.)	від 0,066 * 10 <sup>4</sup> до 0, 2666*10 <sup>4</sup> (від 5 до 20)
15. Величина осьового переміщення затравки, мм, не менше	1600
16. Величина осьового переміщення тигля, мм, не менше	250
17. Швидкість робочого переміщення затравки, мм/хв	від 0,3 до 7
18. Швидкість маршевого переміщення затравки, мм/хв	450
19. Швидкість робочого переміщення тигля, мм/мін	від 0,03 до 0,78
20. Швидкість маршевого переміщення тигля, мм/мін	50 ± 10
21. Витрата інертного газу, л/ч	від 500 до 1500
22. Витрата води, що охолоджує, м <sup>3</sup> /ч	8

Живлення електропечі здійснюється від трьох фазній мережі змінного струму напругою 380 В, при номінальній частоті 50 Гц. Живлення комплексу КМ 3111 і регулюючих приладів здійснюється від мережі однофазного змінного струму напругою 220 В при номінальній частоті 50 Гц не пов'язаної з силовою.

Електропіч "Редмет – 30" складається з окремих конструктивно – закінчених складових частин: агрегату пічного; пульта; комплексу КМ3111; агрегату вакуумного золотникового АВЗ-125Д; перетворювача діодного для тиристора ПТД 2000/70; трансформатора (який включає системи: систему силового живлення нагрівача; систему регулювання температури і напруги на нагрівачі; систему живлення електроприводів; систему управління вакуумною системою; ланцюгів управління, контролю сигналізації і захисту; блоку контролю температури і витрати води). Між собою блоки електропечі сполучені за допомогою електричних кабелів.

Отримання монокристалів кремнію здійснюється в середовищі інертного газу методом Чохральського з розплаву. Суть методу полягає в тому, що монокристалічна затравка занурюється в розплав кремнію, що знаходиться в кварцевому тиглі, з наступним підйомом затравки, що обертається, і кристалізацією на ній розплаву.

Метод Чохральського забезпечує легше отримання монокристалів кремнію бездислокаційної структури, особливо при отриманні монокристалів великого діаметру.

Конструкція електропечі виконана у вигляді окремих блоків. Таке рішення дає можливість застосування блоків з інших електропечей і дозволяє зосередити групу управління в зручному для плавильника місці. Блокова конструкція дає можливість при експлуатації електропечі виконувати обслуговування одночасно різними службами.

Комплекс КМ 3111 призначений для автоматизації процесу вирощування монокристалів кремнію методом Чохральського із заданими геометричними параметрами. Вимір, контроль, автоматичне регулювання темпе-

ратури і напруги на нагрівачі, діаметру вирощуваного монокристала здійснюється комплексом управління технологічним процесом вирощування кристалів типу КМ 3111. Комплекс забезпечує вирощування монокристалів в автоматичному режимі.

Тепловий вузол включає підставку для тигля, нагрівач, систему екранів. Конструкція теплового вузла практично багато в чому визначає особливості кристалізації, макро- і мікроструктуру вирощуваного монокристала, розподіл в ньому легуючих домішок. Тепловий вузол як технологічна система містить взаємозалежні елементи, тобто варіюючи конструкцію декількох елементів, можна отримувати практично ідентичні умови вирощування монокристалів.

Тигель є найбільш важливим елементом ростової системи. Оскільки тигель містить розплав, його матеріал має бути хімічно інертний по відношенню до розплавленого кремнію. Це основна вимога при виборі матеріалу тигля, оскільки електричні властивості кремнію чутливі навіть до таких рівнів домішки, як  $10^{-7}$  ат. %. Крім того, матеріал тигля повинен мати високу температуру плавлення, мати термічну стабільність і міцність. Також він має бути недорогим або мати здатність до багатократного використання.

Контейнер використовується для підтримки кварцевого тигля. У якості матеріалу для контейнера служить графіт, оскільки він має хороші високотемпературні властивості. Зазвичай використовують надчистий графіт. Висока ступінь чистоти потрібна для запобігання забрудненню кристала, домішками, які виділяються з графіту при високих температурах процесу.

Екранування – це система теплових екранів і елементів, які активно впливають на градієнти температури в розплаві і зростаючому кристалі. Екранування дві функції: з одного боку, істотно зменшує втрати теплоти, з іншої – забезпечує створення заданих температурних градієнтів в зоні зростання кристала і розплаву з метою набуття заданих властивостей монок-

ристалів, що вирощуються. Усі системи екранувань які використовуються, умовно підрозділяють на два типи: відкриті і закриті.

Трансформатор є шафою, в яку встановлений трансформатор ТТЕСЗ-160/50. Висновки низької напруги трансформатора сполучені в трикутник за допомогою шин. Трансформатор розташовується усередині шафи перетворювача діодного для тиристора.

Вакуумно-газова система складається з вакуумного агрегату, трубопроводу з компенсатором сільфону, фільтру, вентиля вакуумного замочного, датчиків тиску і клапана, що служить для оберігання камери печі від внутрішнього надлишкового тиску. Фільтр призначений для уловлювання монооксиду. Як матеріал, що фільтрує, застосовується тканина типу "Нітрон".

Агрегат вакуумний золотникового типу АВЗ-125Д призначений для відкачування повітря, неагресивних газів, пари і парогазових сумішей заздалегідь очищених від краплинної вологи, механічних забруднень з герметичних вакуумних систем в стаціонарних установках, що знаходяться в приміщеннях при температурі навколишнього і відкачуваного середовища від +10 до +35 °С.

Принцип дії електропечі наступний:

1. Після завантаження в кварцевий тигель шихти, установки затравки в спеціальному тримачі патронного типу, опускають ковпак печі, ущільнюють його і закріплюють до корпусу, ущільнюють двері верхньої камери, включають систему водоохолодження і вакуумну систему, виконують відкачування повітря з камер.
2. Після закінчення процесу вакуумування в неї подають газ, і з комплексом КМ 3111 подають живлення на нагрівач, після чого виконується розплавлення шихти.
3. Управління режимом плавлення здійснюється з комплексу КМ 3111 і полягає в підтримці номінальної температури на нагрівачі.

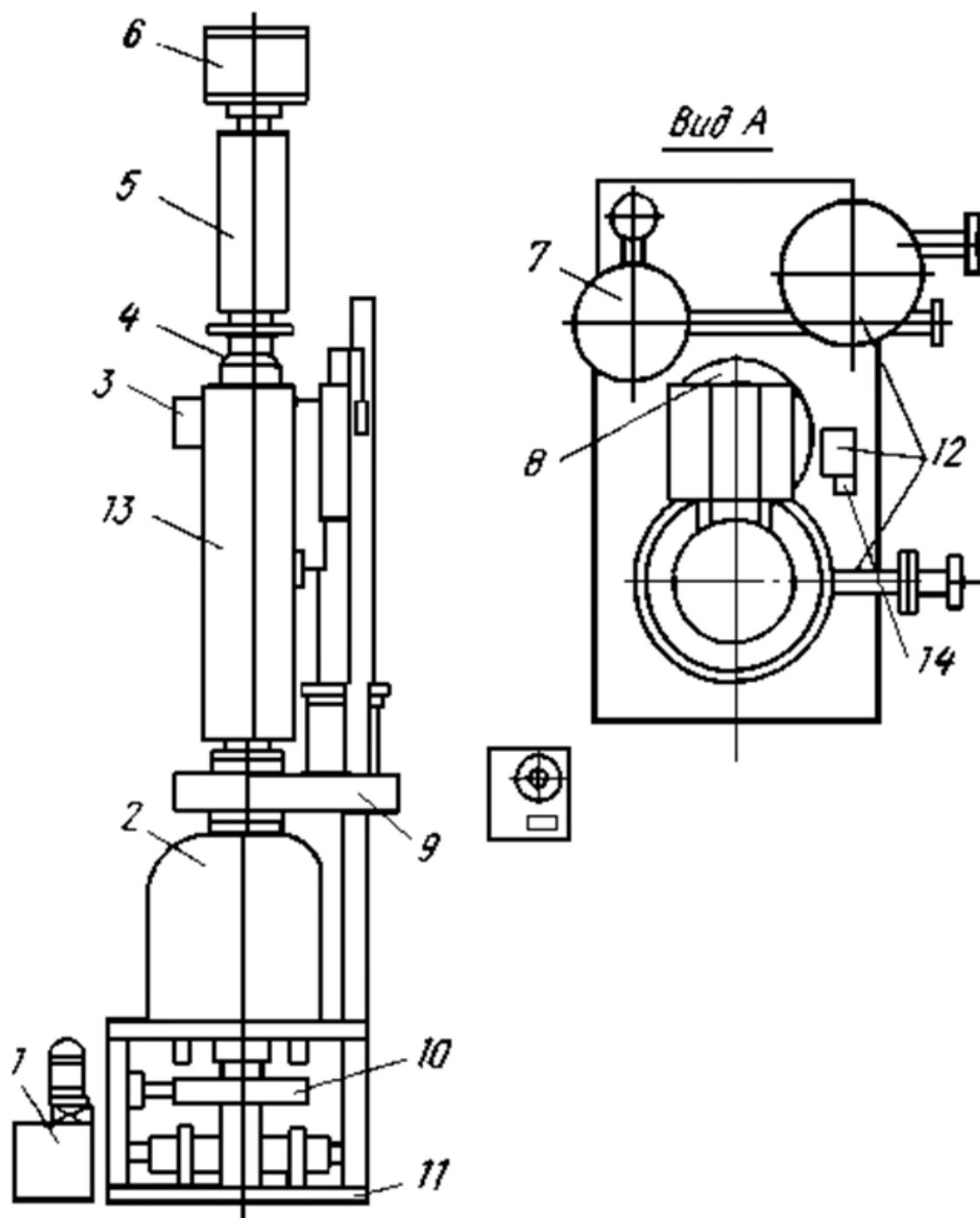


4. Після розплавлення шихти і затравлення виконують вирощування монокристала.
5. Після закінчення процесу вирощування монокристала знижують температуру до повного охолодження монокристала.

Після охолодження виймають вирощений монокристал, роблять чистку печі, і увесь цикл може бути повторений. Агрегат пічний представлений на рисунку 3.1 складається з ряду складальних одиниць, закріплених на рамі. Такими складальними одиницями є: привід гідравлічний; камера нижня; привід гідравлічний; камера нижня; камера верхня; кришка; механізм обертання завтравки; механізм переміщення затравки; система охолодження; колона; шибер; механізм обертання і переміщення тигля; рама; вакуумно-газова система; блок підживлення; блок контролю температури і витрати води.

Елементом агрегату, що несе, пічного являється рама. Рама має регульовані опори, осі електропечі, що дозволяють забезпечити вертикальне положення. На рамі кріпляться усі пристрої електропечі, маючи мінімальну кількість зв'язків між собою.

Камера нижня (поз. 2) має циліндричну форму, виконана з конструкційної сталі і має сорочки водяного охолодження. Камера нижня складається з трьох основних частин: ковпака, корпусу нижньої камери і піддону. На піддоні укріплені два мідних струмовводи, кожен з яких забезпечений окремою склянкою з ущільненням струмовводів. У центрі піддону розміщений вузол ущільнення штока тигля. Є отвір для вакуумування камери. Корпус камери герметично сполучений з піддоном і має патрубок для первинного відкачування камери і отвір для радіаційного пірометра. Корпус забезпечений гвинтовою спіраллю в порожнині її водяного охолодження і накидними затискними пристроями.



1 – привід гідравлічний; 2 – камера нижня; 3 – камера верхня; 4 – кришка; 5 – механізм обертання заправки; 6 – механізм переміщення заправки; 7 – система охолодження; 8 – колона; 9 – шибер; 10 – механізм обертання і переміщення тигля; 11 – рама; 12 – вакуумно-газова система; 13 – блок підживлення; 14 – блок контролю температури і витрати води.

Рисунок 3.1 - Агрегат пічний

Верхня частина камери – ковпак циліндричної форми, забезпечений оглядовим вікном з світлофільтром що охолоджується водою, оглядовими вікнами для спостереження за початком процесу. На ковпаку розміщений майданчик, призначений для кріплення оптичного блоку системи автоматичного регулювання діаметру кристала. Центрування ковпака відносно корпусу камери здійснюється двома направляючими штифтами. Усередині камери нижньою розміщений блок нагрівальний.

Камера верхня (поз. 3) напівциліндричної форми, забезпечена по усій висоті дверима герметично ущільненою до корпусу за допомогою спеціальних затискних пристроїв. Камера верхня і її двері забезпечені сорочками водяного охолодження. У нижній частині верхнім є розширення для розміщення усередині шибєрного затвору. Затвор призначений для використання напівбезперервного способу вирощування монокристалів кремнію.

Затвор поворотного типу. Водоохолоджуваний диск пов'язаний з поворотним кронштейном. Вісь затвора герметично введена у вакуумну порожнину і забезпечена гвинтовим механізмом затиску. Є кінцевий вимикач і блокування, що запобігає можливості опускання затравки і стержнів при закритому затворі. На дверях камери укріплено три розпірки, що запобігає бічному стисканню камери при відкачуванні.

Привід підживлення (поз. 13) складається з консольного валу з трьома барабанами і двох редукторів, диференціального і черв'ячного, змонтованих на кронштейні, укріпленого на бічній стінці верхньої камери.

Вал – консоль герметично введений у верхню камеру. На валу розташовано три барабани діаметром 75 мм, на яких підвішені три вантажі із стержнями полікристалічного кремнію. Три ролики укріплено на внутрішній поверхні верхньої камери.

Диференціальний редуктор аналогічний редуктору приводу переміщення затравки і через муфту сполучений з черв'ячним редуктором. На муфті розташовано три магніти, які взаємодіють з герконом, що дає імпульси для лічильника переміщення стержнів.

На вихідному валу черв'ячного редуктора встановлений мікроперемикач обмежуючий хід стержнів вгору. Принцип роботи приводу підживлення полягає в тому, що по мірі витягування з розплаву монокристала, живлячі стержні кремнію, опускаючись в тигель оплавляються. Швидкість пускання стержнів підтримується такою, щоб положення рівня розплаву було по можливості постійним.

Кришка (поз. 4) кріпиться на камеру верхню і ущільнюється за допомогою кільцевого гумового прокладення. Кришка охолоджується водою, несе на собі вузол ущільнення штоку приводу обертання і переміщення затравки. Вузол ущільнення штока затравки забезпечений пристроєм мастила. Є пристрій для центрування гнучкої підвіски.

Механізм обертання затравки (поз. 5) включає привід, що складається з двигуна з тахогенератором і редуктора штока. Обертання штоку від приводу передається за допомогою зубчастої передачі. У верхній частині штока закріплений фланець, на який встановлюється механізм переміщення затравки із затравкотримачем. Таким чином, обертаючись, шток здійснює обертання затравки. Порожнистий шток встановлений на підшипниках, укріплених в корпусі.

Між підшипниками розташований контактний пристрій, що забезпечує електроживлення двигунів механізму переміщення затравки за допомогою штекерного роз'єму. Електроживлення двигуна і контактного пристрою механізму обертання затравки здійснюється за допомогою штекерного роз'єму. Механізм обертання затравки закритий кожухом і є компактною легко демонтованою складальною одиницею.

Механізм переміщення затравки (поз. 6) складається з лебідки і редуктора. Лебідка представляє герметичну камеру, в якій розташований барабан, вісь якого знаходиться в горизонтальній площині. Барабан має на своїй циліндричній поверхні гвинтову нарізку, в якій розташований металевий канат, кінець канату закріплений на барабані.

Місце сходу канату з барабану є фіксованим, завдяки наявності гвинтового механізму осьового переміщення барабана. На нижньому кінці канату закріплений утримувач затравки та вантаж, який здійснює натягнення канату.

Для спостереження за намотуванням канату лебідка має оглядове вікно. Кінець валу барабана герметично ущільнений, виведений з вакуумної порожнини і несе на собі шестерню, що взаємодіє з приводом обертання барабану. Обертання барабану здійснюється від двигунів і передається на барабан через диференціальний редуктор, що забезпечує обертання барабана із швидкістю витягування і прискорене рухи. Лебідка, редуктор і двигуни закріплені на поворотній платформі, пов'язаній з порожнистим вертикальним штоком механізму обертання затравки.

Механізм обертання і переміщення тигля (поз. 10) включає привід обертання тигля і привід його переміщення. Він є функціонально закінченим вузлом, який має усі елементи для перевірки його роботи. Блок виконаний у вигляді плити, розташованої в його нижній частині, двох стійок і траверси, що несе опору штока і підшипники ходового гвинта.

Траверси жорстко кріпляться до піддону камери і штафтуються, чим досягається співвісна опора штока тигля і вузла його ущільнення, розташованого на піддоні камери. Усі двигуни і редуктора встановлені на нижній плиті. Переміщення штока здійснюється за допомогою електродвигуна, черв'ячних редукторів і гвинтової пари. Рух обертання штоку тигля передається від двигуна, через ремінну передачу і черв'ячний редуктор. Перемикання швидкостей робочою і прискореною досягається за допомогою електромагніту. Є також ручний привід переміщення тигля, використовуваний в аварійних умовах, за відсутності електроживлення. Кінцеві вимикачі обмежують крайні осьові положення штока тигля і крайне його положення по відношенню до вакуумного ущільнення.

Плита блоку забезпечена настановними гвинтами і колесами, що дозволяють викотити блок приводу для його ревізії і ремонту. Усі електричні

ланцюги живлення і управління електродвигунами згруповані на двох штекерних роз'єму.

Колона (поз. 8) призначена для механізованого демонтажу і монтажу камери електропечі. Вона складається з корпусу і рухливого в осьовому напрямі плунжера. Плунжер встановлений в підшипниках, закріплених в корпусі колони. Герметизація плунжера колони досягається за допомогою манжета.

У верхній частині колони є клапан для випуску повітря, нижня частина забезпечена штуцером для зливу масла. Маслопровід подачі і зливу масла врізаний у верхню частину колони. Верхня частина плунжера колони призначена для кріплення траверси і кронштейна, на якому кріпиться привід обертання затравки, а так само для кріплення кронштейна, який призначений для зміщення приводу обертання затравки при регулюванні електропечі з метою забезпечення співісної осей затравки і тигля.

Привід гідравлічний (поз. 1) складається з масляного бака, забезпеченого вимірником рівня масла, шестерного насоса з приводним двигуном і триходового крану, кран забезпечений запобіжним клапаном переливання і кінцевим вимикачем, що забезпечує включення двигуна насоса при відповідному положенні крану.

Система водоохолодження (поз. 7) виконана у вигляді двох вертикально розташованих труб, одна з яких – та, що подає забезпечена вентилями і штуцерами, які сполучені шлангами з штуцерами сорочок водяного охолодження камер нижньою верхньою, штока тигля та ін. На подаючій трубі встановлені: датчики витрати води, температури і тиску.

Друга зливна труба також забезпечена штуцерами і датчиками температури води. У верхній її частині є зворотний кульковий клапан, що перешкоджає протоці води через повітряник при аварійних режимах, що викликаються забиванням зливної магістралі. Для зливу води з сорочок камери, при її ревізії і ремонті є спеціальна лінія з вентилями, що сполучає

зливну і подаючу магістралі. Водороздавальний пристрій забезпечений шпилькою з вказівкою найменувань вузлів охолодження.

Вакуумно-газова система (поз. 12) складається з вакуумного агрегату, трубопроводу з компенсатором сільфоном, фільтру, вентиля вакуумного замочного, датчика тиску і клапана запобіжного. Фільтр призначений для уловлювання моноокислу.

Як матеріал, що фільтрує, застосована тканина типу "Нітрон". Для збільшення поверхні фільтрації у фільтрі використано два рукави - зовнішній і внутрішній. Елемент, що фільтрує, легко витягається для очищення.

Клапан запобіжний служить для оберігання камери печі від внутрішнього надлишкового тиску. Клапан вантажного типу. В процесі вирощування кристала відкачування камери проводиться через байпасну лінію, на якій встановлений кульовий кран, призначений для регулювання залишкового тиску в камері електропечі.

Інертний газ поступає через стабілізатор тиску в блок подачі аргону, що складається із замочних і регулюючих вентилів, ротаметра і манометра. Блок подачі аргону призначений для виміру і регулювання аргону, що подається в камеру електропечі. Ротаметр виконаний на основі стандартної ротаметрической трубки. Верхня і нижня голівки ротаметра мають кутове підведення і відведення газу і забезпечують кріплення ротаметра на передній панелі кожуха. У верхній голівці змонтований малогабаритний голчастий вентиль для тонкого регулювання витрати газу. Ущільнення штока вентиля здійснюється за допомогою сільфону. Ротаметрична трубка зовні захищена кожухом з органічного скла. Замочні вентиля встановлені на вході і виході газу з блоку.

Блок контролю і витрати води (поз. 14) призначений для забезпечення контролю температури води (при її перевищенні), що охолоджує, і її витрати. Він встановлений на кронштейні агрегату пічного. У нижній частині блоку знаходиться роз'єм для приєднання до нього ланцюгів живлення і управління. У середині встановлено шість друкованих плат з навісними

електроелементами. Усередині розташований знижувальний трансформатор і голівка гучномовця для подачі звукового сигналу, застережливого про перевищення температури води, що охолоджує, і її витрати.

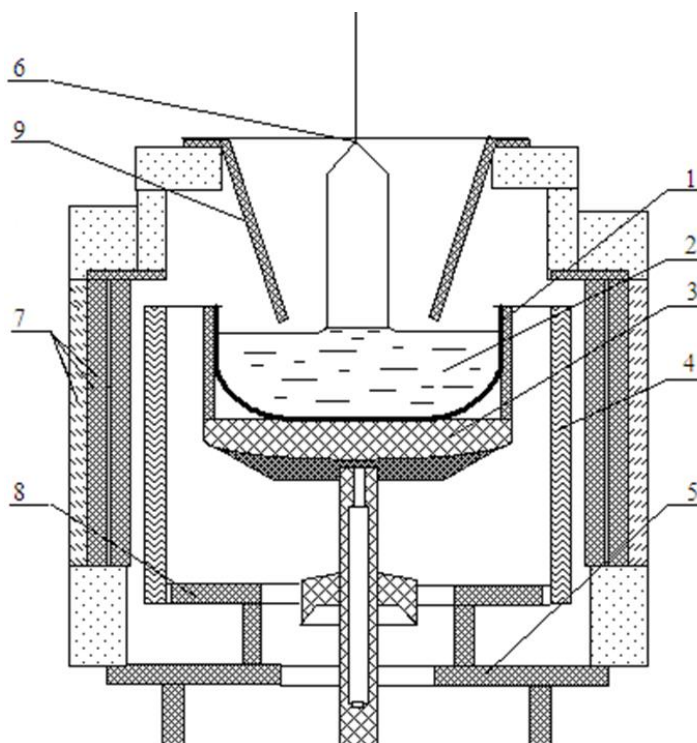
На лицьовій панелі блоку встановлено шість світлодіодів – індикаторів, що дають світлову сигналізацію про перевищення температури води, що охолоджує, і перевищення її витрати в ковпаку, нижньою і верхньою камерами, струмопідводах, штоку тигля.

Шибер (поз. 9) розташований між нижньою і верхньою камерами і призначений для реалізації способу напівбезперервного вирощування кристалів. Електропіч монтується на індивідуальному фундаменті з метою зменшення вібрації розплаву.

### **3.2 Розрахунок теплової системи для вирощування монокристалів кремнію.**

У промислових установках "Редмет-30" для вирощування монокристалів кремнію застосовується резистивний нагрів. Тепловий вузол що пропонується для вирощування монокристалів кремнію, відрізняється від стандартного що використовується в промисловості, застосуванням в його конструкції нових теплоізоляційних матеріалів і зміною їх розмірів, а також додаванням додаткових теплоізоляційних екранів. Конструктивно тепловий вузол (рис. 3.2) складається з підставки під тигель 3, нагрівача 4, нижнього теплоізоляційного екрану (піддону) 5, системи змінених бічних екранів 7 і додаткового нижнього теплоізоляційного екрану 8.





1 – кварцовий тигель, 2 – розплав кремнію, 3 – графітова підставка під кварцовий тигель, 4 – нагрівач, 5 – нижній теплоізоляційний екран (піддон), 6 – монокристал що вирощуються, 7 – система бічних теплоізоляційних екранів, 8 – додатковий теплоізоляційний екран, 9 – стельовий екран.

Рисунок 3.2 – Схема теплової системи закритого типу.

Розробка промислового теплового вузла повинна забезпечувати такі техніко-економічні показники виробництва, як відтворюваність і високий вихід в готову продукцію, а також вищі якісні характеристики монокристалів.

На підставі викладеного для вирощування монокристалів методом Чохральського був вибраний тепловий вузол закритого типу з резистивним нагрівом, що живиться постійним струмом. Тип нагрівача – з бічним нагрівом. Для екранування застосовується вуглеграфітова тканина, якою ізолюється бічна і донна частині нагрівача. Верхня частина теплового вузла ізолюється графітовими екранами.

Для виконаємо розрахунку теплового вузла для вирощування моно-

кристалів кремнію, прийmemo наступні початкові дані для розрахунку:

1. Діаметр вирощуваного монокристала – 100 мм.
2. Діаметр кварцевого тигля – 356 мм.
3. Маса завантаження шихти в тигель – 40 кг
4. Максимальна температура на нагрівачі – 1750 °С.
5. Стінки камери печі водоохолоджувані, температура стінки – 40 °С.
6. Склад шихти - кремній напівпровідникової чистоти.
7. Робоче середовище – аргон з абсолютним тиском в робочій камері 5...20 мм рт.ст.
8. Нагрівач - резистивний з графіту марки МГ-1 (ТУ 48-20-90-82).
9. Теплозахисне екранування виконується з вуглеграфітової тканини ТМП- 4.

Тепловий розрахунок виробляється для початкового періоду процесу (нагрівачи і плавлення шихти), оскільки ведення саме цього процесу вимагає максимальної витрати електричної енергії. При тепловому розрахунку враховувалися наступні чинники:

- втрати тепла з бічної поверхні нагрівача;
- втрати тепла з нижнього торця нагрівача;
- втрати тепла через графітовий екран з верхньої частини нагрівача;
- втрати тепла з поверхні розплавленого кремнію;
- втрати тепла через підставку для тигля;
- втрати тепла по струмопідводящих шинах нагрівача;
- втрати тепла, що йде на нагрів аргону;
- витрати тепла на нагрів і плавлення шихти;
- витрати тепла на нагрів графітового екранування.

Тепловтрати з бічної поверхні нагрівача через систему екранів з вуглеграфітової тканини:

$$Q_1 = \frac{\left(\frac{T_{\text{нагр}}}{100}\right)^4 - \left(\frac{T_{\text{кор}}}{100}\right)^4}{\frac{1}{C_{\text{н.-экр}}} + \frac{(n-1)}{C_{\text{эер.-экр}} \cdot F_{\text{ср.экр.}}} + \frac{1}{C_{\text{экр.корп}} \cdot F_{\text{кар.экр.}}}} \quad (3.1)$$

де  $T_{\text{нагр.}}$  – температура нагрівача ( $T_{\text{нагр.}} = 1750 + 273 = 2023$  К);

$T_{\text{кор.}}$  – температура стінки корпусу, що охолоджується водою ( $T_{\text{кор.}} = 40 + 273 = 313$  К);

$C_{\text{н.экр.}}$  – приведений коефіцієнт випромінювання системи нагрівач-екран

$$C_{\text{н.экр}} = C_s \cdot \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_{\text{нагр.}}} + \frac{F_{\text{нар.нагр.}}}{F_{\text{вн.экр.}}} \left( \frac{1}{\varepsilon_{\text{экр.}}} - 1 \right)} \quad (3.2)$$

де  $C_s$  – коефіцієнт випромінювання абсолютно чорного тіла ( $C_s = 4,9$  ккал/м<sup>2</sup>·час·К);

$\varepsilon_{\text{нагр.}}$  – міра чорноти графітового нагрівача ( $\varepsilon_{\text{нагр.}} = 0,9$ );

$\varepsilon_{\text{экр.}}$  – міра чорноти вуглеграфітової тканини ( $\varepsilon_{\text{экр.}} = 0,87$ );

$F_{\text{нар.нагр.}}$  – площа зовнішньої бічної поверхні нагрівача :

$$F_{\text{нар.нагр.}} = \pi \cdot D_{\text{н.нагр.}} \cdot l = 3,14 \cdot 0,4 \cdot 0,36 = 0,452 \text{ м}^2,$$

де  $D_{\text{н.нагр.}}$  – зовнішній діаметр нагрівача ( $D_{\text{н.нагр.}} = 0,4$  м);

$l$  – висота грійочої частини нагрівача ( $l = 0,36$  м).

$F_{\text{вн.экр.}}$  – площа внутрішньої поверхні бічного екрану :

$$F_{\text{вн.экр.}} = \pi \cdot D_{\text{вн.экр.}} \cdot l_{\text{экр.}} = 3,14 \cdot 0,45 \cdot 0,54 = 0,763 \text{ м}^2,$$

де  $D_{\text{вн.экр.}}$  – внутрішній діаметр екрану ( $D_{\text{вн.экр.}} = 0,45$  м);

$l_{\text{екр}}$  – висота екрану ( $l_{\text{екр}}=0,54$  м).

$$C_{\text{н.экр.}} = 4,9 \cdot \frac{1}{\frac{1}{0,9} + \frac{0,452}{0,763} \cdot \left(\frac{1}{0,87} - 1\right)} = 4,9 \cdot \frac{1}{1,199} = 4,08 \frac{\text{ккал}}{\text{м}^2 \cdot \text{час} \cdot ^\circ\text{C}} \quad (3.3)$$

Приведений коефіцієнт випромінювання системи екран-екран рівний

$$C_{\text{екр.екр}} = C_s \cdot \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_{\text{екр.}}} + \frac{F_{\text{вн.екр.}}}{F_{\text{нар.екр.}}} \left(\frac{1}{\varepsilon_{\text{екр.}}} - 1\right)} =$$

$$= 4,9 \cdot \frac{1}{\frac{1}{0,87} + \frac{0,763}{0,83} \cdot \left(\frac{1}{0,87} - 1\right)} = 3,81 \frac{\text{ккал}}{\text{м}^2 \cdot \text{час} \cdot ^\circ\text{C}}, \quad (3.4)$$

де  $F_{\text{нар.екр}}$  – площа зовнішньої поверхні екрану

$$F_{\text{нар.екр}} = \pi \cdot D_{\text{нар.екр}} \cdot l = 3,14 \cdot 0,49 \cdot 0,54 = 0,83 \text{ м}^2,$$

$D_{\text{нар.екр}}$  – зовнішній діаметр бічного екрану ( $D_{\text{нар.екр}}=0,49$  м)

Приведений коефіцієнт випромінювання системи екран-корпус печі рівний

$$C_{\text{екр.кор}} = C_s \cdot \frac{1}{\frac{1}{\varepsilon_{\text{екр.}}} + \frac{F_{\text{нар.екр.}}}{F_{\text{корп.}}} \left(\frac{1}{\varepsilon_{\text{корп.}}} - 1\right)} =$$

$$= 4,9 \cdot \frac{1}{\frac{1}{0,87} + \frac{0,83}{1,39} \cdot \left(\frac{1}{0,8} - 1\right)} = 3,77 \frac{\text{ккал}}{\text{м}^2 \cdot \text{час} \cdot ^\circ\text{C}}, \quad (3.5)$$

де  $F_{\text{корп}}$  – площа корпусу печі

$$F_{\text{корп}} = \pi \cdot D_{\text{корп}} \cdot l_{\text{корп}} = 3,14 \cdot 0,6 \cdot 0,74 = 1,39 \text{ м}^2,$$

$D_{\text{корп}}$  – діаметр корпусу печі ( $D_{\text{корп}} = 0,6 \text{ м}$ );

$l_{\text{корп}}$  – висота корпусу печі ( $l_{\text{корп}} = 0,74 \text{ м}$ ).

$\epsilon_{\text{корп}}$  – міра чорноти сталеві стінки печі ( $\epsilon_{\text{екр}} = 0,8$ ).

$$F_{\text{ср.екр.}} = \frac{F_{\text{вн.екр.}} + F_{\text{нар.екр.}}}{2} = \frac{0,763 + 0,83}{2} = 0,796 \text{ м}^2, \quad (3.6)$$

$n$  – кількість шарів тканини ТМП- 4 в екрані ( $n=15$ ; така кількість шарів прийнята з результатів практичних експериментів для забезпечення механічної міцності екрану).

$$Q_1 = \frac{\left(\frac{2023}{100}\right)^4 - \left(\frac{313}{100}\right)^4}{\frac{1}{4,08} + \frac{(15-1)}{3,81 \cdot 0,796} + \frac{1}{3,77 \cdot 0,83}} =$$

$$= \frac{167500 - 95,9}{0,245 + 4,64 + 0,32} = \frac{167404,1}{5,175} = 32348 \text{ ккал/год.} \quad (3.7)$$

Тепловтрати з нижнього торця нагрівача. Для запобігання контакту рідкого кремнію з металевим піддоном печі, у разі аварійної течі кварцевого тигля, вимагається мінімально можлива кількість шарів тканини ТМП-4. Практично було встановлено, що оптимальними є 20 шарів тканини.

$$Q_2 = \frac{C_{\text{пр}} \cdot F_{\text{T}} \left[ \left(\frac{T_{\text{н.т.}}}{100}\right)^4 - \left(\frac{T_{\text{окр}}}{100}\right)^4 \right]}{n + 1} \quad (3.8)$$

де  $C_{\text{пр}}$  – приведений коефіцієнт випромінювання нагрівача

$$C_{\text{пр}} = C_s \cdot \epsilon_n = 4,9 \cdot 0,9 = 4,4 \text{ ккал/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{°C}$$

$F_T$  – площа теплосприймаючої поверхні торцевих екранів

$$F_T = \frac{\pi}{4} (D_{\text{в.біч.екр.}}^2 - d_{\text{шт}}^2) = \frac{3,14}{4} (0,45^2 - 0,07^2) = 0,155 \text{ м}^2 \quad (3.9)$$

де  $D_{\text{в.біч.екр.}}$  – внутрішній діаметр бічного екрану ( $D_{\text{в.бок.екр.}} = 0,45 \text{ м}$ ),

$d_{\text{шт}}$  – діаметр отвору для виведення штока тигля ( $d_{\text{шт}} = 0,07 \text{ м}$ ),

$n$  – кількість шарів теплозахисної тканини ТМП- 4 ( $n=20$ ).

$T_{\text{н.т}}$  – середня температура нижнього торця нагрівача і денця графітового тигля, випромінюючих на екрани піддону,

$$T_{\text{н.т}} = ((1600 + 1500) / 2) + 273 = 1823 \text{ К.}$$

$T_{\text{окр}}$  – середня температура довкілля,  $T_{\text{окр}} = 100 + 273 = 373 \text{ К.}$

$$Q_2 = \frac{4,4 \cdot 0,155 \left[ \left( \frac{1823}{100} \right)^4 - \left( \frac{373}{100} \right)^4 \right]}{20 + 1} = \frac{75191}{100} = 3580 \text{ ккал/год.} \quad (3.10)$$

Тепловтрати випромінюванням через графітовий екран з верхньої частини теплового вузла

$$Q_3 = \frac{C_{\text{пр}} \cdot F_{\text{тор}} \cdot f \left[ \left( \frac{T_{\text{н.е.}}}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_{\text{окр}}}{100} \right)^4 \right]}{n + 1} \quad (3.11)$$

де  $C_{\text{пр}}$  – приведений коефіцієнт випромінювання нагрівача

$$C_{\text{пр}} = 4,9 \cdot 0,9 = 4,4 \text{ ккал/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{°C}$$

$F_{\text{тор}}$  – площа випромінювання поверхні торцевого екрану

$$F_{\text{top}} = \frac{\pi}{4} (D_{\text{н.с}}^2 - d_{\text{в.н}}^2) = \frac{3,14}{4} (0,49^2 - 0,37^2) = 0,08 \text{ м}^2 \quad (3.12)$$

де  $D_{\text{н.с}}$  – зовнішній діаметр верхнього кільцевого екрану ( $D_{\text{н.с}} = 0,49$  м),

$d_{\text{в.н}}$  – внутрішній діаметр кільцевого екрану ( $d_{\text{в.н}} = 0,37$  м),

$f$  – кутовий коефіцієнт опромінення екрану бічними стінками нагрівача ( $f = 0,5$ )

$T_{\text{н.с}}$  – середня температура в проміжку між нагрівачем і екраном,

$$T_{\text{н.с}} = 1600 + 273 = 1873 \text{ К},$$

$n$  – кількість екранів ( $n = 2$ ).

$$Q_3 = \frac{4,4 \cdot 0,08 \cdot 0,5 \cdot \left[ \left( \frac{1873}{100} \right)^4 - \left( \frac{373}{100} \right)^4 \right]}{2 + 1} = \frac{0,176(123070 - 193)}{3} = 7208 \text{ ккал/год.} \quad (3.13)$$

Тепловтрати з поверхні розплавленого кремнію

$$Q_4 = C_{\text{пр}} \cdot F \cdot \left[ \left( \frac{T_{\text{р}}}{100} \right)^4 - \left( \frac{T_{\text{окр}}}{100} \right)^4 \right] \quad (3.14)$$

де  $C_{\text{пр}}$  – приведений коефіцієнт випромінювання розплаву кремнію :

$$C_{\text{пр}} = C_s \cdot \varepsilon_p = 4,9 \cdot 0,46 = 2,25 \text{ ккал/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{°С}$$

$\varepsilon_p$  – міра чорноти розплаву кремнію  $\varepsilon_p = 0,46$  ,

$F$  – площа поверхні розплаву (при діаметрі тигля 330 мм  $F = 0,085$  м<sup>2</sup>),

$T_p$  – температура розплаву ( $T_p=1723$  K),

$T_{окр}$  - температура стінки камери, на яку випромінюється тепло ( $T_{окр}=313$  K).

$$Q_4 = 2,25 \cdot 0,085 \cdot \left[ \left( \frac{1723}{100} \right)^4 - \left( \frac{313}{100} \right)^4 \right] =$$

$$= 0,191 \cdot (88133 - 96) = 16815 \text{ ккал/час} \quad (3.15)$$

Втрати тепла на графітовій трубі, підставкою, що служить, для тигля

$$Q_5 = \lambda \cdot F_T (t_1 - t_2) \cdot l \quad (3.16)$$

де  $\lambda$  – теплопровідність графіту ( $\lambda = 100$  ккал/м·год<sup>0</sup> C )

$$F_T = \frac{\pi(d_1^2 - d_2^2)}{4} = \frac{3,14(0,06^2 - 0,03^2)}{4} = 0,002 \text{ м}^2 \quad (3.17)$$

$d_1$  – зовнішній діаметр труби ( $d_1 = 0,06$ м) ;

$d_2$  – внутрішній діаметр труби ( $d_2 = 0,03$ м);

$m$  – теплова характеристика труби,

$$m = \sqrt{\frac{\alpha \cdot u}{\lambda \cdot F_T}} = \sqrt{\frac{80 \cdot 0,19}{100 \cdot 0,002}} = \sqrt{\frac{15,2}{0,2}} = \sqrt{76} = 8,7 \quad (3.18)$$

де  $\alpha$  – коефіцієнт теплопередачі з поверхні труби, що має середню температуру 770 °C  $[(1500+40)/2=770]$ , у навколишній простір, що має середню температуру 300 °C,

$u$  – зовнішній периметр труби ( $u=0,19$  м)

$l$  – відстань від тигля до водоохолоджуваного кінця труби ( $l=0,4$  м).



$$Q_5 = 100 \cdot 0,002 \cdot (1500 - 40) \cdot 8,7 \cdot 0,4 = 1016 \text{ ккал/час.} \quad (3.19)$$

Втрати тепла по струмопідводящих "лапах" нагрівача. Кількість "лап", виходячи з конструкції, приймаємо рівним 2. Відведення тепла на водоохолоджуваній контакт дорівнює потоку тепла теплопровідністю відповідної частини і половині втрат джоулів.

$$Q_6 = 2 \cdot \frac{\lambda \cdot F}{l} (t_n - t_k) + 0,86 \cdot 2 \cdot \frac{\rho \cdot l}{S} \cdot \frac{I^2}{2} \text{ ккал/час} \quad (3.20)$$

де  $\lambda$  – коефіцієнт теплопровідності графіту марки МГ-1,  
 $\lambda = 100 \text{ ккал/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{°C}$ ,

$F$  – площа перерізу струмопідводящей "лапи" ( $F = 0,11 \cdot 0,025 = 0,00275 \text{ м}^2$ ),

$l$  – відстань від нагрівача до водоохолоджуваного контакту ( $l = 0,12 \text{ м}$ ),

$t_n$  – температура нагрівача в місці контакту з "лапою" ( $t_n = 1500 \text{ °C}$ ),

$t_k$  – температура водоохолоджуваного контакту ( $t_k = 40 \text{ °C}$ ),

$\rho$  – питомий електричний опір графіту марки МГ-1,  
 $\rho = 10 \text{ Ом} \cdot \text{мм}^2/\text{м}$ ,

$S$  – площа перерізу токоведущей лапи ( $S = 2750 \text{ мм}^2$ ),

$I$  – сила струму, приймаємо за характеристикою блоку електричного живлення ( $I = 2000 \text{ А}$ )

$$\begin{aligned} Q_6 &= 2 \cdot \frac{100 \cdot 0,00275}{0,12} (1500 - 40) + 0,86 \cdot 2 \cdot \frac{10 \cdot 0,12}{2750} \cdot \frac{2000^2}{2} = \\ &= 6691 + 1501 = 8192 \text{ ккал/год} \end{aligned} \quad (3.21)$$

Тепло, що йде на нагрів аргону

$$Q_7 = C_v \cdot V \cdot \Delta t \text{ ккал/год.}, \quad (3.22)$$

де  $C_v$  – об'ємна теплоємність аргону,  $C_v = 0,22 \text{ ккал/нм}^3 \cdot ^\circ\text{C}$ ,

$V$  – витрата аргону,  $V = 0,9 \text{ нм}^3/\text{год.}$ ,

$\Delta t$  – перепад температури аргону на виході і вході в піч

$\Delta t = 600 - 20 = 580 \text{ } ^\circ\text{C}$ .

$$Q_7 = 0,22 \cdot 0,9 \cdot 580 = 115 \text{ ккал/год.} \quad (3.23)$$

Витрати тепла на нагрів і розплавлення шихти

$$Q_8 = \frac{m}{\tau} (r + C_p \cdot \Delta t) \text{ ккал/год} \quad (3.24)$$

де  $m$  – маса шихти в тиглі ( $m = 40 \text{ кг}$ ),

$\tau$  – час нагріву і плавлення шихти ( $\tau = 4$  години; приймаємо з умови механічної міцності кварцевого скла, оскільки при  $1500 \text{ } ^\circ\text{C}$  кварцеве скло стає м'яким і можливе продавлювання стінки тигля гострими краями шматочків шихти,

$\Delta t$  – різниця кінцевої і початкової температури шихти ( $\Delta t = 1500 - 20 = 1480 \text{ } ^\circ\text{C}$ ),

$C_p$  – теплоємність кремнію,  $C_p = 0,181 \text{ ккал/кг} \cdot \text{град}$ ,

$r$  – прихована теплота плавлення кремнію  $r = 432,1 \text{ ккал/кг}$ .

$$Q_8 = \frac{40}{4} (432,1 + 0,181 \cdot 1480) = 5250 \text{ ккал/год.} \quad (3.25)$$

Витрати тепла на нагрів графітового екранування

$$Q_9 = \frac{m}{\tau} \cdot C_p \cdot \Delta t \quad \text{ккал/год} \quad (3.26)$$

де  $m$  – маса графітового екранування

$C_p$  – теплоємність графіту,  $C_p=0,1604$  ккал/кг·град,

$\tau$  – час розігрівання графітового екранування  $\tau=2$  години.

$\Delta t$  – перепад температури в графітовому екрануванні,  
 $\Delta t=1625-20=1605$  °C

Графітовий нагрівач, підставка під кварцевий тигель і графітовий утримувач підставки мають кінцеву температуру:

$$t_{cp}=(1750+1500)/2=1625 \text{ °C} \quad (3.27)$$

Маса графітових деталей складає:

- нагрівач – 12 кг
- підставка – 4,63 кг
- труба – 1,32 кг

Таким чином  $m=12+4,63+1,32=17,95$  кг.

Кількість тепла на нагрів цих деталей складає:

$$Q_{9.1} = \frac{17,95}{2} \cdot 0,1604 \cdot 1605 = 2310 \text{ ккал/год.} \quad (3.28)$$

Середня температура усіх екранів складає 700 °C, тоді  $\Delta t=700-20=680$  °C.

Маса екранів складає:

- бічний екран – 17,5 кг
- верхній екран – 2,6 кг
- "лапи" (2 шт.) – 1,0 кг,
- захист піддону – 4,3 кг

Сумарна маса екранів складе  $m=17,5+2,6+1,0+4,3=25,4$  кг.

Кількість тепла на нагрів екранів складе:

$$Q_{9.2} = (25,4/2) \cdot 0,1604 \cdot 680 = 1385 \text{ ккал/год.}$$

Сумарна кількість тепла на нагрів графіту складе:

$$Q_9 = Q_{9.1} + Q_{9.2} = 2310 + 1385 = 3695 \text{ ккал/год.}$$

У зв'язку з тим, що увесь процес протікає при абсолютному тиску в камері вирощування 10 мм рт. ст. (т.е у вакуумі) конвективні тепловтрати можна не враховувати.

Таким чином, сумарні тепловтрати складуть:

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3 + Q_4 + Q_5 + Q_6 + Q_7 + Q_8 + Q_9 = 32348 + 3580 + 7208 + 16815 + 1016 + 8192 + 115 + 5250 + 3695 = 78219 \text{ ккал/год.}$$

Необхідна потужність електричного нагріву в початковий період прогрівання і плавлення шихти складе:

$$P = \frac{Q \cdot k}{860} = \frac{78219 \cdot 1,1}{860} = 100 \text{ кВт,} \quad (3.29)$$

где Q – сумарні теплові витрати ( $Q=78219$  ккал/год.),

k - коефіцієнт запасу потужності з урахуванням неврахованих втрат ( $k=1,1$ ).

#### 4 АПАРАТУРНО-ТЕХНОЛОГІЧНА СХЕМА ВИРОБНИЦТВА МОНОКРИСТАЛІЧНОГО КРЕМНІЮ

Метод Чохральського – найбільш поширений метод промислового вирощування монокристалів різноманітних напівпровідникових матеріалів. Метод має велику технологічну гнучкість - можливість шляхом змін конструкції тигля або теплового вузла вирішувати практично будь-які завдання, пов'язані з отриманням монокристала з досконалою структурою. Тому метод Чохральського широко застосовується в промисловості матеріалів для електроніки, особливо широко цей метод застосовують у виробництві напівпровідникових матеріалів. По методу Чохральського виробляють 70 % усіх монокристалів найбільш вживаних напівпровідників і 85 % монокристалів кремнію.

Виробництво монокристалів кремнію методом Чохральського має складне апаратурно-технологічне оформлення (рис. 4.1), які можна розділити на чотири переділи:

1. ділянки компонування;
2. металургійної ділянки;
3. ділянки фізичних вимірів;
4. ділянки різання і упаковки.

Ділянка компонування. Початковим матеріалом для вирощування монокристалічного кремнію, на підприємстві, являються полікристалічні кремнієві стержні які поступають від постачальників упаковані в поліетиленові пакети масою 10 кг і так звані власний оборотний кремній, тобто залишки, що утворюються після вирізки марочного монокристала. Важливою вимогою до властивостей початкового кремнію є відсутність після його розплавлення шлаку на поверхні розплаву (нітрид, карбіди кремнію та ін.). Оборотний кремній обов'язково перед плавкою піддають, хімічній обробці для очищення його поверхні від домішок і механічних забруднень.

Хімічну обробку проводять в травильному – витяжних шаф типу ШНЖ-3, ШНЖ-2, в суміші плавикової і азотної кислот при співвідношенні 1:3.

Матеріалом контейнерів служить вініпласт. Після хімічної обробки кремній відмивають очищеною (деіонізованою) водою і сушать або витирають бяззю.

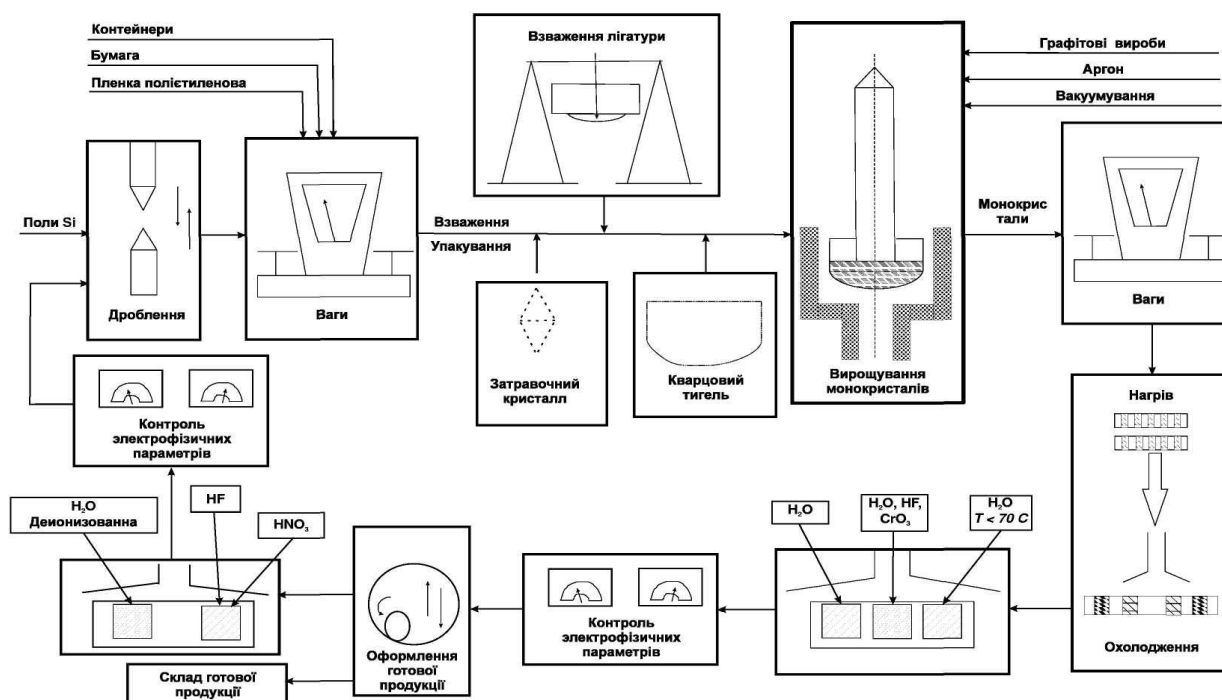


Рисунок 4.1 – Апаратурно-технологічна схема виробництва монокристалічного кремнію методом Чохральського

В порівнянні з первинним полікристалічним кремнієм обороти містять підвищену концентрацію різних домішок, в зв'язку, з чим їх сортують за типом провідності і концентрації легуючого елементу.

Для отримання монокристалів із заданими П.Е.О. і типом електропровідності в розплав (завантаження) у водять легуючий елемент – лігатуру сплав кремнію з легуючим елементом. Кількість лігатури розраховують за допомогою спеціальних таблиць так щоб отримати монокристал з потрібними властивостями.

Після зважування шихту по 15...17кг упаковують в пластмасові барильця, що герметично закриваються, туди ж укладають навішування ліга-

тури і супровідні документи на кристал. Барильця закриваються, пломбуються і в міру необхідності передаються на металургійну ділянку.

Металургійна ділянка. Для вирощування монокристалів кремнію методом Чохральського встановлені установки "Редмет - 30", призначені для отримання монокристалів в періодичному або напівбезперервному режимі вирощування із завантаження до 60 кг

Тигель є найбільш важливим елементом ростової системи. Оскільки тигель містить розплав, його матеріал має бути хімічно інертний по відношенню до розплавленого кремнію тому його виготовляють з високочистого кварцу.

Контейнер використовується для підтримки кварцевого тигля. Як матеріал для контейнера служить графіт, оскільки він має хороші високотемпературні властивості. Зазвичай використовують надчистий графіт. Висока міра чистоти потрібна для запобігання забрудненню кристала, домішками, які виділяються з графіту при високих температурах процесу. Контейнер встановлюють на п'єдестал, вал якого сполучений з двигуном, що забезпечує обертання. Нагрів здійснюється з боку нагрівачем з графіту високої чистоти.

Цикл плавки складається з наступних стадій:

- підготовка шихти і установки до плавки;
- вакуумування і перевірка натікання установки;
- розплавлення завантаження;
- затравлення;
- вихід на діаметр;
- витягування монокристалу;
- зворотний конус;
- вибірка;
- відрив монокристалу;
- охолодження установки;
- вивантаження монокристала.

Після вивантаження монокристал остигає до температури довкілля, після цього зважують і відправляють на ділянку фізичних вимірів.

Ділянка фізичних вимірів і різання монокристала. За результатами виміру П.Е.О. на поверхні монокристала кремнію наносять мітки в точках, в яких опір відповідає потрібному для заданих марок. По цих мітках монокристал розрізають на частини. Різання здійснюють алмазним кругом, що обертається, із зовнішньою різальною кромкою на верстатах, швидкість обертання круга 50 об/с.

Після різання і визначення відповідності опору монокристала заданому виду марки калібрують монокристал для надання йому необхідного діаметру і строго циліндричної форми.

Якість монокристалічного кремнію, оцінюється по існуючих стандартах і технічних умовах наступними параметрами: типом електропровідності; величиною і однорідністю розподілу П.Е.О.; часом життя нерівноважних носіїв заряду; рухливістю і концентрацією носіїв заряду; кристалічним напрямом, по якому вирощений монокристал (орієнтація); структурними дефектами; концентрацією домішок.

Марочні частини монокристала упаковують і відправляють на склад готової продукції, а інші частини монокристала відправляють на ділянку компонування і переробляються повторно.

#### **4.1 Технології отримання монокристалічного кремнію методом Чохральського**

Підготовку установки до плавки і ведення процесу вирощування монокристалів кремнію методом Чохральського виконують наступним чином.

Перед кожним процесом вирощування оглядається і заміна графітових виробів, що вийшли з ладу, екрануючих покриттів, механізмів, Підго-



товка установки до плавки полягає в чищенні камер, графітового нагрівача і фільтру від моноокислу кремнію.

При необхідності виконується розбирання теплових вузлів і заміна затравки. Наліт на стінках камер віддаляється наждачним папером, пилеуборкою, серветками.

Підготовлене до плавки завантаження кремнію укладається в плавильний тигель і встановлюється на постачання в тепловий вузол.

Після завантаження і екранування теплового вузла, установка вирощування вакуумується і перевіряється натікання. Вакуумування і перевірку натікання виконується плавильником (апаратником) вручну після закриття верхньої і нижньої камери. Після відкачування повітря з камери вирощування перевіряють натікання, що є найважливішим показником стану устаткування. Натікання повинне складати  $\leq 1,33 \cdot 10^{-4} \dots 6,65 \cdot 10^{-4} \text{ Па} \cdot \text{м}^3 \cdot \text{с}^{-1}$ .

При вищих значеннях натікання необхідно знайти (за допомогою гелієвих течешукачів різної конструкції) і усунути текти. Окрім вакуумної течі, можливо також утворення мікротечі води по внутрішній поверхні камери, які виявляються візуально. Якщо вакуумування і натікання відповідає технологічному режиму апаратник виробляє включення нагрівача задавши потрібну потужність на нагрівачі і виробляє розплавлення шихти стежачи за температурою на нагрівачі. Температура ведення процесу близько  $1415^\circ \text{C}$ .

При необхідності виробляють дозавантаження печі відокремивши нижню камеру від верхньої шибєрним затвором. Відкривають верхню камеру поміщають в неї спеціальний контейнер з до завантажувальною шихтою, камеру закривають і виконують вакуумування відкривають шибєрний затвор і висипають шихту з контейнера. Контейнер виймають аналогічною операцією як і поміщали в установку. Після цього виконується доплавлення знову завантаженої шихти.

Один раз в 7 днів перевіряється герметичність камер печі. Герметичність камери перевіряють за допомогою спеціального пристрою так званої

пастки гелю. Якщо виявляють порушення герметичності виконують заміну гумового ущільнення. При заміні графітового нагрівача установки, необхідно проводити його відпал.

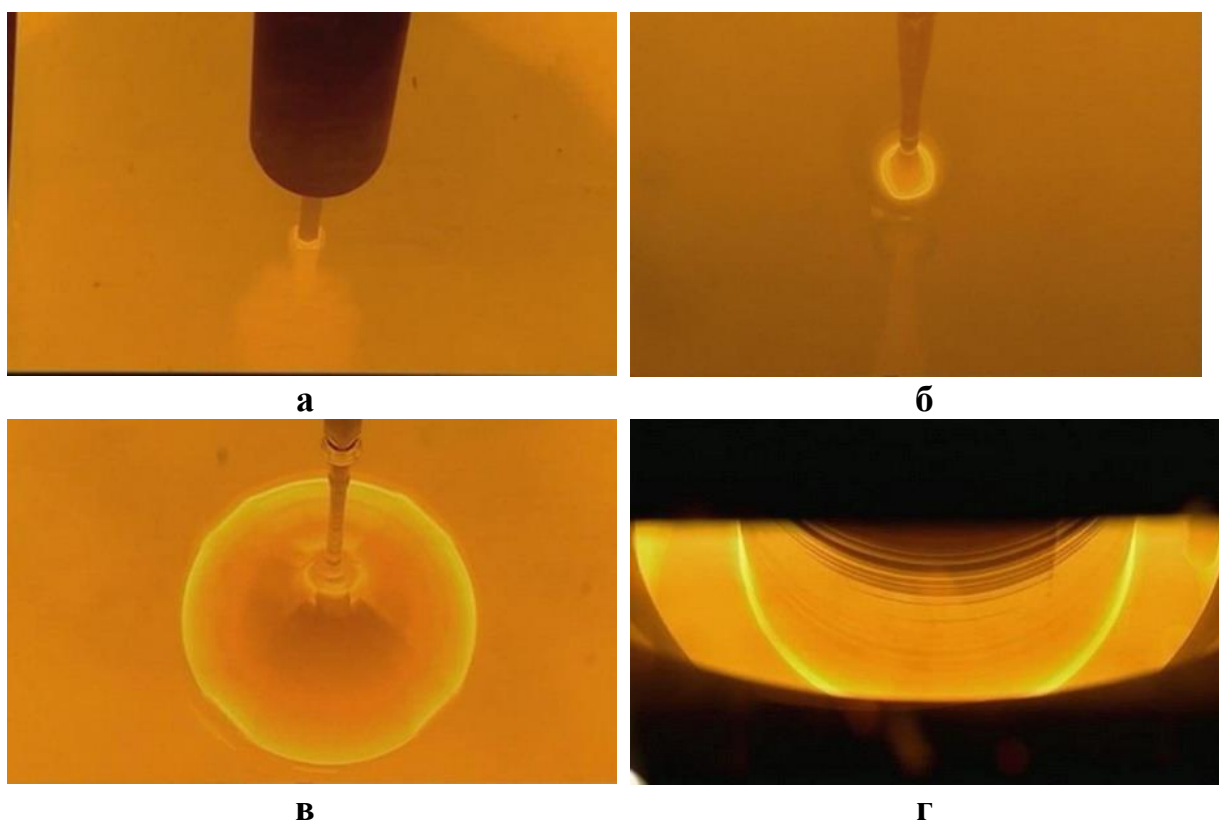
Після повного розплавлення шихти в тиглі потужність на нагрівачі знижують, включають механізми обертання тигля і затравки і виконують операція затравлення.

Затравлення (див. рис. 4.2 а) – найважливіша операція, що багато в чому визначає міру структурної досконалості майбутнього монокристала. Дефекти структури, що виникають на стадії приманки – це дислокація, успадковані від затравки. Тому бажано, щоб щільність дислокацій в затравці була мінімальною. Нині для вирощування монокристалів кремнію використовують приманки, виготовлені з бездислокаційних монокристалів. Поверхневі ушкодження, що виникають при вирізці затравці з початкового монокристала, видаляють хімічною обробкою і поліровкою.

У момент контакту холодної затравки з поверхнею розплаву в приманці під дією теплового удару (термоудару) відбувається розмноження дислокацій. Для запобігання цьому затравку перед зануренням в розплав прогривають, витримуючи над ним до можливо вищих температур.

Після занурення в розплав торця затравку і оплавлення його для видалення поверхневих дефектів приступають до операції вирощування так званої шийки. Вона є тонким довгим монокристалом. Діаметр шийки не повинен перевищувати лінійного розміру поперечного перерізу затравки, який має форму квадрата або трикутника. Довжина шийки повинна дорівнювати декільком її діаметрам.

Шийку вирощують з високою швидкістю кристалізації, що пов'язано з великими осьовими градієнтами температури. Це сприяє пересиченню області монокристала поблизу фронту кристалізації такими власними точковими дефектами, як вакансії. В результаті взаємодії з вакансіями пророслі з затравки в шийку дислокації частково або повністю витісняються.



а – затравлення; б – вихід на діаметр (вирощування конуса);  
в – вирощування монокристала; г – відрив монокристала.

Рисунок 4.2– Вирощування монокристалів кремнію методом Чохральського

Затравлення плавильник виконується в ручну за допомогою шафи управління на якому розташовані кнопки і індикаторне табло що показує технологічні параметри процесу. Після затравлення апаратник перемикає управління процесом в автоматичний режим і коригування технологічних параметрів на стадіях виходу на діаметр, витягування кристала, зворотний конус і вибірка відбувається в автоматичному режимі.

При виході монокристала на необхідний діаметр (див. рис. 4.2 б) основною умовою запобігання збільшенню щільності дислокацій є створення малого кута конічної частини монокристала. На стадії зростання монокристала кремнію постійного перерізу (див. рис 4.2 в) провідну роль у формуванні монокристалічної структури грають теплові умови процесу вирощування.

Збільшення швидкості вирощування монокристала призводить до зменшення осевого градієнта температури і до зміни форми фронту кристалізації – від опуклого у бік розплаву він стає спочатку плоским, а потім увігнутим у бік кристала. Із зміною форми фронту кристалізації змінюється щільність дислокацій в кристалі – спочатку падає (при плоскому фронті), а потім знову зростає (при увігнутому фронті).

В процесі вирощування монокристала форма фронту кристалізації безперервно міняється, так що різні ділянки вирощеного монокристала кристалізувалися при різній формі фронту кристалізації: у верхній частині конуса – форма фронту опукла в розплав, у верхній частині циліндричного тіла монокристала – плоска, в середній його частині – увігнута у бік затравки, потім знову плоска і в хвостовій частині монокристала – знову опукла у бік розплаву. Найбільш сприятливою з точки зору отримання високої структурної досконалості монокристала є легко увігнута в кристал форма фронту кристалізації.

Сприятлива форма фронту кристалізації не гарантує отримання монокристала з мінімальною щільністю дислокацій, оскільки термічна напружка залежить не лише від форми фронту кристалізації, але і від діаметру монокристала. Із збільшенням діаметру кристала подовжується шлях, прохідний дислокацією від місця її зародження до поверхні кристала, тому відносна кількість дислокацій, що вийшли з кристала на його поверхню, зменшується, щільність дислокацій в кристалі збільшується.

Після формування тіла монокристала заданої довжини діаметр кристала плавно зменшують, створюючи "зворотний конус". Це необхідно для запобігання тепловому удару, який викликає масове розмноження дислокацій в нижній (хвостовий) частині у момент відриву монокристала від поверхні розплаву в тиглі. Вибірка призначена для того, щоб вибрати з тигля залишки кремнію в так звану нижню шайбу яка буде повторно перероблена.

Відрив монокристала (див. рис. 4.2 г) і наступні операції виконуються вручну плавильником. Вирощений монокристал охолоджують повільно щоб уникнути великої термічної напруги. Відразу після відриву від розплаву кристал піднімають на невелику відстань від поверхні розплаву, після чого температуру нагрівача тигля повільно знижують. Такий прийом сприяє зменшенню щільності дислокацій в хвостовій частині монокристала приблизно на півпорядку в порівнянні з його початковою частиною. Різде охолодження, навпаки, може підвищити щільність дислокацій в нижній половині монокристала на 1-2 порядки величини.

Вивантаження монокристала виконують після його охолодження відкривши верхню камеру установки за допомогою спеціального розвантажувального пристрою. Монокристал відпалюють в обпалювальних печах якщо це необхідно за технологією і відправляють на ділянку фізичних вимірів де виробляється контроль його параметрів

Баланс часу на одну плавку представлений в таблиці 4.1.

Таблиця 4.1 – Баланс часу на одну плавку

Операція	Тривалість, год.
1 Підготовка до процесу	0,25
2 Вакуумування	1
2 Прогрів завантаження	0,25
3 Плавлення завантаження	2
4 Дозавантаження установки	0,5
5 Плавлення дозавантаження	1,0
6 Затравлення	0,5
7 Вихід на діаметр	1,5
8 Вирощування монокристалу	22,5
9 Зворотний конус	1,5
10 Вибірка	1,3
11 Відрив монокристалу	0,2
12 Охолодження установки	2
13 Вивантаження монокристала	0,5
Разом	35

При необхідності щоб дізнатися властивості майбутнього кристала спочатку вирощують маленький кристал ("бульку") діаметром 20...30 мм і

довгою 40...50 мм (іноді ці розміри міняються), визначають його властивості і якщо необхідно проводять коригування розплаву. Якщо на початку процесу зростання відбувається обрив дислокації вирощуваного монокристалла, виробляють сплав деякій його частини і вивантажують з печі так звану шайбу і наново виробляють процес вирощування.

#### **4.2 Методи раціонального використання відходів та шляхи вдосконалення технології монокристалічного кремнію**

Удосконалення промислової технології пов'язана з оптимізацією отриманих закономірностей і повинна забезпечувати такі техніко-економічні показники промислового виробництва серед яких високий вихід готової продукції, використання низькоякісної сировини, а також отримання заданих характеристик монокристалла.

Зниження енерговитрат і підвищення продуктивності процесу вирощування монокристалів кремнію є найважливішими умовами істотного розвитку промисловості.

Величина споживаної потужності і продуктивність процесу вирощування тісно пов'язані з фізичними основами методу Чохральського. Регулюючи швидкість витягування затравки і температуру розплаву, можна управляти величиною діаметру вирощуваного кристалла.

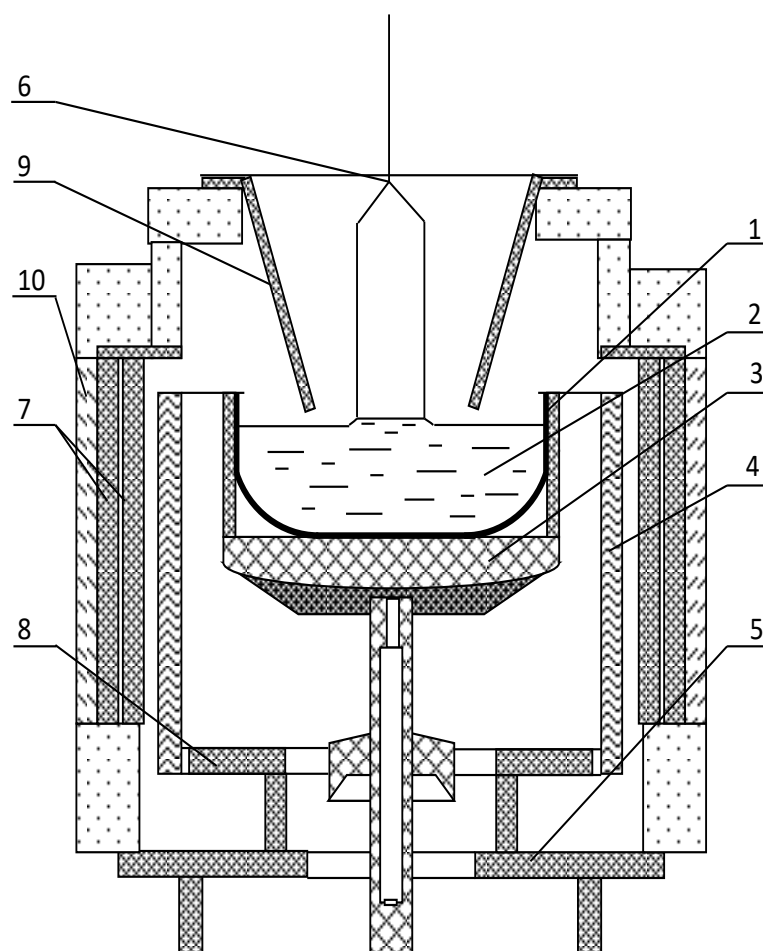
Проте в реальних умовах величина максимально допустимої швидкості вирощування монокристалла значно нижче за теоретичну величину. Одну з причин цього є паразитна кристалізація переохолодженого поверхневого шару розплаву кремнію на стінках тигля. Для запобігання паразитній кристалізації підвищують температуру розплаву, що зменшує швидкість кристалізації, а, отже, і швидкість вирощування монокристалла з розплаву. Тривалість процесу вирощування монокристалла росте, а його продуктивність - зменшується, збільшується споживана електрична потужність на нагрівачі і загальні витрати електроенергії на процес.

Інша важлива причина, яка змушує вирощувати монокристал зі зниженою швидкістю вирощування, це – явище викривлення фронту кристалізації при вирощуванні з великою швидкістю. Викривлення фронту кристалізації обумовлює зростання радіальних градієнтів температури у вирощуваному монокристалі, який, у свою чергу, обумовлює утворення в монокристалі великої локальної внутрішньої механічної напруги і деформацій, сприяє генерації структурних дефектів, тобто призводить до зниження структурної досконалості монокристала і зменшення виходу придатної продукції.

Для вибору оптимальних теплових умов були випробувані теплові вузли різної конструкції. Найкращі результати були отримані із застосуванням теплової системи, що приведена на рисунку 4.3 та 4.4. Тепловий вузол установки для вирощування монокристалів включає кварцевий тигель 1 з розплавом кремнію 2, графітову підставку під тигель 3, графітовий резистивний нагрівач 4, систему графітових теплоізолюючих екранів 5.

Вдосконалений тепловий вузол забезпечений трьома додатковими тепловими екранами, виготовленими з теплостійкого вуглецевого композитного матеріалу з пірографітовим поверхневим покриттям. Подвійний екран циліндричної форми 7 акумулює тепло, випромінюване нагрівачем 4 у напрямі бічної поверхні плавильної камери, що сприяє збільшенню долі теплового потоку, що поступає від нагрівача до тигля з розплавом кремнію.

Аналогічну роль грає додатково введений горизонтальний екран 9, розташований між нижньою кромкою нагрівача і піддоном камери: цей екран знижує втрати тепла через дно камери, повертаючи його частину тиглю з розплавом.



1 – кварцевий тигель, 2 – розплав кремнію, 3 – графітова підставка під кварцевий тигель, 4 – нагрівач, 5 – нижній теплоізоляційний екран (піддон), 6 – монокристал що вирощується, 7 – система бічних теплоізоляційних екранів, 8 – додатковий теплоізоляційний екран, 9 – конічний екран, 10 – додатковий бічний теплоізоляційний екран.

Рисунок 4.3 – Схема теплової системи

Третій додатковий екран 8 завдяки своїй складній формі виконує декілька функцій. Верхня горизонтальна частина екрану 8 ізолює верх камери від теплового випромінювання нагрівача, що зменшує втрати тепла через стелю камери. Конічна частина цього екрану діаметром, рівним 2...2,5 і заввишки, рівною 2...3 діаметру вирощуваного монокристала акумулює



тепло, випромінюване поверхнею розплаву і вирощуваним монокристалом, і перерозподіляє його усередині вузла.

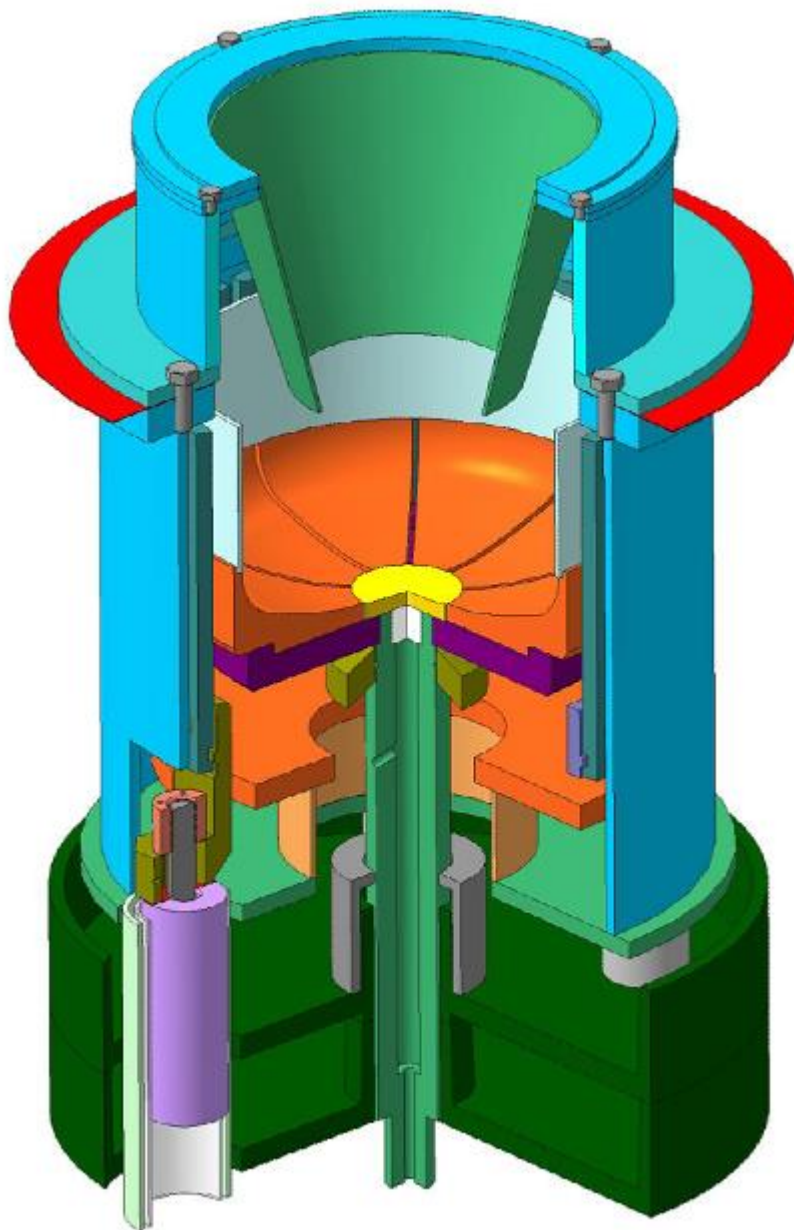


Рисунок 4.4 – Загальний вигляд теплової системи

Зовнішні стінки конуса випромінюють частину закумуляованого тепла у напрямі стінок тигля, що сприяє локальному підвищенню температури і тим самим запобігає паразитну кристалізацію на стінках тигля. Внутрішні стінки конуса випромінюють тепло у напрямі зростаючого кристала, що сприяє деякому підвищенню температури його поверхні і зниженню температурних градієнтів в монокристалі. В результаті знижується утво-

рення в монокристалі значної внутрішньої напруги і деформацій, мікро- і макротріщин, а також структурних дефектів.

## ВИСНОВКИ

Запобігання паразитній кристалізації і зниження радіальних температурних градієнтів в зростаючому кристалі дозволяє підвищити швидкість його вирощування з розплаву без зниження структурної досконалості і з високим показниками електрофізичних властивостей, тобто підвищити продуктивність процесу вирощування.

Спрямована дія додаткового теплоізолюючого екрану конічної форми привела до оптимізації розподілу температури на поверхні розплаву кремнію як поблизу фронту кристалізації, так і у стінок тигля, а також в самому зростаючому монокристалі. Це дозволило збільшити показники електрофізичних властивостей в кремній, швидкість вирощування монокристала на 44 %, а також продуктивність процесу вирощування на 34 %.

Однчасне зниження споживаної нагрівачем потужності і тривалості процесу вирощування привело до економії споживаної електроенергії на 43 %. Зниження енерговитрат при одночасному підвищенні продуктивності процесу вирощування зумовили істотне поліпшення економічних показників виробництва монокристалів кремнію.

## ПЕРЕЛІК ДЖЕРЕЛ ПОСИЛАННЯ

1. Фалькевич Э.С., Пульнер Э.О., Червоный И.Ф. и др. Технология полупроводникового кремния. Москва: Металлургия, 1992, 408 с.
2. Рейви К. Дефекты й примеси в полупроводниковом кремнии. Пер. с англ. Москва, Мир, 1984. 475 с.
3. Салли Й.В., Фалькевич Э.С. Производство полупроводникового кремния (рост кристаллов кремния). Москва, Металлургия, 1970. 152 с.
4. Нашельский А.Я. Технология полупроводникового кремния. Москва Металлургия, 1972. 432 с.
5. Мильвидский М.Г. Полупроводниковый кремний на пороге XXI века // Материалы электронной техники, 2000, №1. С.4-14.
6. Чащинов Ю.М.Ц Физика кристаллизации. Калинин: Калининский государственный университет, 2004, Вып. 8. С. 77-81.
7. Гранков И.В., Иванов Л. С. // Цветные металлы, 1986, № 6. С. 60-64
8. Наумов, А. В. Рынок поликремния – прогнозы и перспективы / Тезисы докладов VI Междуна-родной конференции «Кремний-2009». Новосибирск, 2009. С. 21.
9. Пархоменко, Ю. Н. Поликристаллический кремний – технологические проблемы и перспективы / V Международная конференция «Кремний-2008». Тез. докл. Черноголовка, 2008. С. 71.
10. Строителев С.А. Кристаллографический аспект технологии полупроводников. Новосибирск: Наука, 1976. 191 с
11. Металлургия поликристаллического кремния высокой чистоты Лapidус Й.Й., Коган Б.А., Перепелкин В.В. й др. Москва: Металлургия, 1971. 143 с.
12. Гранков Й.В., Иванов Л.С. Интенсификация процесса получения поликристаллического кремния // Цветные металлы, 1986, №6. С. 60-64.
13. Петрик А.Г, Фалькевич Э.С., Устинова Н.К. Кремний и германий.

Под.ред. Э.С.Фалькевича, Д.И. Левинзона. Москва: Металлургия, 1969. С. 7-14.

14. Реньян В.Р. Технология полупроводникового кремния: Пер. с англ. / Под ред. Шашкова Ю.М. Москва: Металлургия, 1969. 335 с.

15.Ратников Д.Г. Бестигельная зонная плавка. Москва: Металлургия,1976. с 224.

20. Алферов Ж.И., Андреев В.М., Румянцев В.Д. Тенденции и перспективы развития солнечной фотоэнергетики // Физика и техника полупроводников, 2004, Том 38, Вып. 8. С. 937-948.