

## **ЗАВИСИМОСТЬ ФОРМЫ ФРОНТА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ОТ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ МЕТОДОМ ЧОХРАЛЬСКОГО**

**Матросов В.Н.**

*Белорусский национальный технический университет,  
г. Минск, Беларусь, E-mail: info@solix-crystal.com*

### **Введение**

При выращивании кристаллов методом Чохральского кристалл формируется на границе раздела трех фаз - жидкой, твердой и газообразной, которая называется фронтом кристаллизации (ФК). ФК является показателем тепловых условий, которые созданы в тигле и надтигельном пространстве. Важнейшей характеристикой ФК является его форма, которая задается кинетическими и тепловыми условиями, а также зависит от ориентации затравки и структуры кристалла. От формы ФК зависят коэффициенты распределения примесей в кристалле, его механические и оптические свойства.

Поэтому одной из важнейших задач при выращивании кристаллов методом Чохральского является поддержание заданной формы ФК на протяжении всего процесса получения кристалла.

Предложено несколько методов решения этой проблемы, но не один из них не позволил справиться с этой задачей полностью.

### **Экспериментальная часть и обсуждение результатов**

Наиболее распространенной методикой управления диаметром растущего кристалла в настоящее время является система взвешивания кристалла или тигля с расплавом. Мы использовали второй вариант [1,2]

Для этого применялась система взвешивания с высокой чувствительностью изменения веса, которая составляла 10-15 мг при полной весовой нагрузке. В качестве датчиков использовались: система взвешивания тигля и катушка отбора мощности. Датчиками обратной связи, для расчета геометрии кристалла и расчета уровней сигналов управления мощностью нагрева и скоростью вращения кристалла служили сигнал, возникающий при расчёте второй производной веса по времени, сигналы с датчика вращения кристалла, датчика скорости линейного перемещения кристалла и радиуса кристалла.

Разработанная программа учитывала левитацию тигля и силу поверхностного натяжения расплава. Идея контроля формы ФК заключалась в том, что при плоском ФК вторая производная веса по времени постоянна, в этом случае сигнал в систему регулирования не поступает, и кристалл растет с плоским ФК (рис.1а). Если ФК изменяет форму с плоской на выпуклую (рис 1б), то вторая производная веса по времени имеет прирост веса  $+\Delta P$ . При вогнутом ФК (рис.1в) прирост веса будет равен  $-\Delta P$ .

И в том и другом случае сигнал разбаланса поступает в систему автоматического управления процессом, которая имеет два контура реагирования: контур управления мощностью нагрева и контур управления скоростью вращения кристалла. Они отличаются постоянной времени, если у контура мощности она составляет несколько десятков минут, то у контура вращения кристалла она равна 2-3 минутам.

Исследования показали, что введение контура регулирования скоростью вращения кристалла позволило оперативно реагировать на нарушение тепловых условий в зоне ФК.

На ФК, в первую очередь, действуют явления, связанные с силой поверхностного натяжения на границе кристалл-расплав-среда выращивания. Вытягиваемый из расплава кристалл поднимает за собой столб жидкости, который удерживается над расплавом только за счет сил поверхностного натяжения. В зависимости от формы ФК будет изменяться высота столба и угол  $\alpha$  между касательной к образующей мениска и образующей кристалла (рис.1).

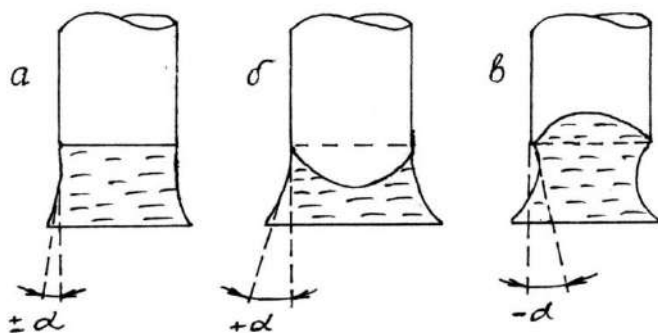


Рисунок 1 – Зависимость формы ФК от угла между образующей кристалла и касательной мениска. а – при плоском ФК угол  $\alpha$  незначителен и колеблется в пределах  $\pm 1-2^\circ$ ; б - при выпуклом ФК угол  $\alpha$  положителен и может достигать  $3-5^\circ$ ; в – при вогнутом ФК угол  $\alpha$  отрицателен и колеблется от  $3$  до  $5^\circ$

Угол  $\alpha$  оказался очень чувствительным параметром, характеризующим форму ФК. При плоском ФК (рис. 1а) угол  $\alpha$  незначителен и колеблется в пределах  $\pm(1-2^\circ)$ . При выпуклом ФК (рис 1б) угол  $\alpha$  положителен и может достигать  $3-5^\circ$ . При вогнутом ФК (рис 1в) угол  $\alpha$  отрицателен и изменяется в пределах  $- (3-5^\circ)$ . При указанных отклонениях угла  $\alpha$  автоматическая система управления поддерживает заданную форму ФК, и колебания угла  $\alpha$  в пределах  $3-5^\circ$  не сказываются на ухудшении качества кристалла.

При колебаниях угла  $\alpha$ , равных  $10$  и более градусов, в кристалле могут появиться концентрационные полосы примесей или высевы микропузырей.

Система автоматического регулирования позволяет распределить меру воздействия на отклонение параметра между мощностью и скоростью вращения кристалла. Например, на скорость вращения установлено  $30\%$  управления, а на мощность –  $70\%$ . Это означает, что при отклонении параметра, в первую очередь начнет работать малоинерционный контур регулирования, и, если он не приведет систему в равновесие, то включится канал управления мощностью.

Разработанная система очень гибкая, с помощью множества коэффициентов она позволяет плавно изменять все параметры процесса прямо во время выращивания кристаллов и находить оптимальные условия для данного процесса кристаллизации. На монитор постоянно выводятся все параметры процесса в виде графиков. Это дает возможность контролировать ситуацию и при необходимости вмешиваться в нее.

В кристаллах александрита, выращенных с применением данной системы, практически отсутствовала примесная полосчатость, несмотря на высокий коэффициент распределения хрома, равный двум.

Большое влияние на форму ФК и угол  $\alpha$  оказывают колебания температуры охлаждающей воды, сетевого напряжения питания высокочастотных генераторов и несовершенство приводов вращения и вытягивания кристаллов. Если не предпринять мер по стабилизации названных параметров, то даже самая совершенная система автоматического регулирования ФК не позволит получать кристаллы высокого качества.

Замкнутая система водяного охлаждения установок состоит из насосной станции, сливных баков и градирен. Классическая схема работы этой системы заключается в том, что насосы, подающие воду на установки, работают в постоянном режиме, а подающие нагретую воду на градирни – в периодическом режиме. Например, за  $7$  минут они прогоняют воду через градирню и  $20$  минут не работают. Такой режим работы вызывает большие колебания температуры воды, охлаждающей установки  $\pm (4-6^\circ\text{C})$ . Так как шток, на котором крепится затравка, охлаждается водой, то такие колебания температуры воды приведут к периодическим колебаниям осевого температурного градиента и форма ФК будет изменяться от плоской к вогнутой и выпуклой. Мгновенная скорость кристаллизации будет изменяться, что приведет к

колебаниям коэффициента распределения примеси в кристалле и полосчатому её распределению. Такой кристалл нельзя использовать в лазерах в связи с небольшой его эффективностью.

Кроме того, существенные изменения температуры воды приводят к изменению мощности, выделяемой индуктором. Автоматическая система регулирования, для поддержания постоянной мощности на индукторе, изменяет напряжение, что приводит под действием левитации, к изменению вертикального положения тигля, это аналогично изменению скорости вытягивания кристалла, при этом изменяется форма ФК и угол  $\alpha$ . И как правило приводит к образованию поперечной концентрационной полосы или возникновению области микропузырей в кристалле.

Для решения проблемы стабилизации температуры охлаждающей воды мы применили частотное управление скоростью вращения двигателей насосов, исключив периодический режим работы насосов, качающих нагретую воду на градирни. Эти насосы стали работать постоянно, а система автоматики управляла скоростью вращения двигателей в зависимости от заданного режима. Тем самым были исключены резкие перепады температуры охлаждающей воды, её колебания находились в пределах  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ , что никак не сказывалось на форме ФК и угле  $\alpha$ .

Наконец, несовершенство механических приводов вытягивания и вращения ростовых установок может приводить к описанным выше проблемам. Например, если шток вытягивания установки имеет не постоянную скорость, и она дискретно изменяется, то форма ФК и угол  $\alpha$  будут также изменяться, а в кристалле будут образовываться дефекты.

### **Заключение**

Проведенные исследования показали, что для получения кристаллов высокого оптического качества необходим комплексный подход к процессу выращивания кристаллов, учитывающий все нюансы технологии. Если у вас будет разработана даже современная система автоматического управления процессом, но не учтены «мелочи», которые описаны выше, она не позволит вам получить желаемый результат.

### **Список литературы:**

1. Matrosov V.N., Matrosova T.A., Pestriakov E.V. International Conference «Crystal Materials-2010», Kharkov, 2010. - P.190.
2. Матросов В.Н., Матросова Т.А., Пестряков Е.В. Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 2015. - с.29-30.