

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

ТАШКЕНТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени АБУ РАЙХАНА БЕРУНИ

факультет «Электроника и автоматика»
кафедра «Теоретическая электротехника и электронные технологии»

на правах рукописи

Назаров Темур Шавкатович

**ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ ОЛОВА МЕТОДОМ
ЧОХРАЛЬСКОГО**

Выпускная квалификационная работа
на соискание степени бакалавра по направлению
5523300 - «Нанотехнологии (наноматериалы, электронные приборы и
устройства)»

Заведующий кафедрой:

доц. Абидов К.Г.

Руководитель:

ст. преп. Ахмеджанов М.Р.

Ташкент 2013

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	6
 Глава I. Литературный обзор	
1.1. Выращивание монокристаллов из расплава.....	8
1.2. Метод Чохральского.....	14
1.2.1. Характеристика метода.....	15
1.2.2. Метод изготовления затравок.....	19
1.2.3. Приготовления расплава.....	20
1.2.4. Печь.....	22
1.2.5. Тигель.....	23
1.2.6. Скорость вытягивания.....	25
1.2.7. Коэффициент распределения примеси.....	28
1.2.8. Распределение примеси вдоль слитка при вытягивании кристаллов из расплава.....	32
 Глава II. Практическая часть	
2.1. Экспериментальная установка.....	37
2.1.1. Электрическая часть установки.....	37
2.1.2. Механическая часть установки.....	41
2.1.3. Печь.....	44
2.1.4. Лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристалла олова методом Чохральского.....	48
2.2. Расчетная часть.....	49
2.3. Методика работы на установке.....	52
 Глава III. Экспериментальные результаты и их обсуждение	
3.1. Влияние затравочных кристаллов и оксидной пленки на рост кристалла.....	58
3.1. Влияние перегрева расплава и скорости подъема на диаметр кристалла	61

Заключение	65
Безопасность жизнедеятельности	66
Экономическая часть	74
Список литературы	82

ВВЕДЕНИЕ

Методы выращивания кристаллов, технологическая реализация процесса кристаллизации с целью получения монокристаллов и пленок различных веществ. В промышленности и исследовательских лабораториях кристаллы выращивают из паров, растворов, расплавов, из твердой фазы и другими способами, например, синтезируют путем химических реакций, при высоких давлениях, осуществляют электролитическую кристаллизацию, кристаллизацию из гелей и др. Основными методами получения совершенных кристаллов большого диаметра являются методы выращивания из расплава, из растворов и из паровой (газовой) фазы.

Основной объем монокристаллического кремния (80-90%) потребляемого электронной промышленностью, выращивается по методу Чохральского. Фактически весь кремний, используемый для производства интегральных схем, производится этим методом.

Кристаллы выращенные этим методом обычно не содержат краевых дислокаций, но могут включать небольшие дислокационные петли, образующиеся при конденсации избыточных точечных дефектов. Кристаллический рост заключается в фазовом переходе из жидкого состояния в твердую фазу. Применительно к кремнию этот процесс может быть охарактеризован как однокомпонентная ростовая система жидкость-твердое тело.

Рост кристаллов по методу Чохральского заключается в затвердевании атомов жидкой фазы на границе раздела. Скорость роста определяется числом мест на поверхности растущего кристалла для присоединения атомов, поступающих из жидкой фазы, и особенностями теплопереноса на границе раздела фаз. Скорость вытягивания оказывает влияние на форму границы раздела фаз между растущим кристаллом и расплавом, которая является функцией радиального градиента температуры и условий охлаждения боковой поверхности растущего кристалла.

Цель работы:

разработка и создание лабораторно – экспериментальной установки для выращивания монокристалла олова методом Чохральского

Постановка задачи:

1. Изучение метода Чохральского для выращивания монокристаллов
2. Подготовка компонентов для создания установки.
3. Создание лабораторно – экспериментальной установки для выращивания монокристалла олова методом Чохральского.
4. Проведение проверочного эксперимента.

ГЛАВА I. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1. Выращивание монокристаллов из расплава

Наиболее распространенные способы выращивания монокристаллов. В настоящее время более половины технически важных кристаллов выращивают из расплава. Этими методами выращивают элементарные полупроводники и металлы, оксиды, галогениды, халькогениды, вольфраматы, ванадаты, ниобаты и другие вещества. В ряде случаев из расплава выращиваются монокристаллы, в состав которых входит пять и более компонентов. Наличие альтернативных методов выращивания кристаллов из расплава позволяет на основании сравнительного анализа их основных технологических характеристик правильно выбрать тот или иной метод получения кристаллов с различными свойствами.

Веществами, наиболее подходящими для выращивания из расплава, являются те, которые плавятся без разложения, не имеют полиморфных переходов и характеризуются низкой химической активностью. При кристаллизации из расплава важно учитывать процессы, влияющие на состав расплава (термическая диссоциация, испарение, взаимодействие расплава с окружающей средой), процессы на фронте кристаллизации, процессы теплопереноса в кристалле и расплаве, процессы массопереноса (перенос примесей, обусловленный конвекцией и диффузией в расплаве).

Один из наиболее широко используемых промышленных методов получения полупроводниковых и других монокристаллов это метод Чохральского. Разработан в 1918 году. Исходный материал (шихту) загружают в тугоплавкий тигель и нагревают до расплавленного состояния. Затем затравочный кристалл в виде тонкого стержня диаметром в несколько мм устанавливают в охлаждаемый кристаллодержатель и погружают в расплав. Столбик расплава, осуществляющий связь растущего кристалла с расплавом, поддерживается силой поверхностного натяжения и формирует мениск между поверхностью расплава и растущим кристаллом. При этом

граница расплав-кристалл, т. е. фронт кристаллизации, оказывается расположенной над поверхностью расплава. Высота расположения границы раздела зависит от степени перегрева расплава и условий теплоотвода от затравки. После частичного оплавления торца затравки ее вместе с растущим на ней кристаллом вытягивают из расплава. В результате теплоотвода через затравку на ней начинается ориентировочная кристаллизация. Диаметр растущего кристалла регулируется путем подбора скорости вытягивания и температуры расплава. В процессе вытягивания кристалл вращают с целью перемешивания расплава и выравнивания температуры на фронте кристаллизации.

Преимущество метода вытягивания из расплава по сравнению с другими методами заключается в том, что кристалл растет в свободном пространстве без контакта со стенками тигля, при этом достаточно легко можно менять диаметр растущего кристалла и визуально контролировать рост. Методами вытягивания из расплава в настоящее время выращивают большинство полупроводниковых (кремний, арсенид галлия, фосфид и арсенид индия и др.) и диэлектрических материалов, синтетических кристаллов драгоценных камней. Технологические особенности проведения процесса определяются свойствами выращиваемого материала и требованиями, как по геометрическим параметрам, так и по физико-химическим свойствам, предъявляемыми к монокристаллу.

Для выращивания монокристаллов полупроводниковых соединений, содержащих в своем составе легколетучие компоненты, используют метод Чохральского с жидкостной герметизацией расплава. В этом случае кристаллизующий расплав находится под слоем легкоплавкого флюса, плотность которого меньше плотности расплава. Тигель с расплавом и флюсом помещают в рабочую камеру, в которой создают давление инертного газа на 50–100% превышающее давление пара летучего компонента.

В общем случае выращивание монокристаллов полупроводников методом Чохральского можно проводить как в вакууме, так и в атмосфере инертного газа, находящегося под различным давлением. Выращивание

монокристаллов разлагающихся полупроводниковых соединений методом жидкостной герметизации проводят под высоким давлением инертного газа (10МПа). Метод Чохральского может осуществляться как в контейнерном, так и бесконтейнерном вариантах.

Низкоградиентный метод Чохральского разработан для выращивания кристаллов смешанных оксидов вольфрама и молибдена в конце 1980-х гг. для выращивания сцинтилляционных кристаллов, например, германата висмута $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$. В этом методе длинный тигель с расплавом помещают в печь сопротивления, имеющую, как правило, не менее трех зон с независимыми контурами регулирования температуры. Поскольку визуальное наблюдение за процессом в данной конфигурации невозможно, и снижение градиентов при росте кристаллов сопровождается снижением динамической устойчивости процесса, то неотъемлемой частью низкоградиентного метода Чохральского является автоматический весовой контроль поперечного сечения.

Наиболее существенным недостатком метода Чохральского является значительная химическая неоднородность выращиваемых кристаллов, выражающаяся в монотонном изменении состава последовательных слоев кристалла вдоль направления роста.

Метод вертикальной направленной кристаллизации (ВНК) создан в 1924 И. В. Обреимовым и Л. В. Шубниковым. Выращивание монокристаллов осуществляется в вертикальном неподвижном трубчатом контейнере цилиндрической формы, охлаждаемом снизу струей сжатого воздуха. Для обеспечения монокристаллического роста дно контейнера выполняется в виде конуса с острой вершиной, что создает условия для конкурентного роста, когда из множества зарождающихся в самом начале процесса кристалликов «выживает лишь один, наиболее быстро растущий кристалл. Именно его кристаллографическая ориентировка определяет ориентировку выращиваемого монокристалла. Скорость перемещения вверх границы раздела фаз регулируется интенсивностью охлаждения нижней части

контейнера, цилиндрическая форма которого обеспечивает постоянство поперечного сечения растущего кристалла.

В 1925 году американский исследователь П. Бриджмен внес существенные конструктивные изменения в описанный выше метод ВНК. Вместо струи сжатого воздуха используется иная система охлаждения цилиндрического контейнера с расплавом. В вертикальном варианте метода Бриджмена контейнер подвижен: по мере роста кристалла контейнер опускается вниз и постепенно выходит наружу из нагретой печи, охлаждаясь окружающим воздухом (без принудительного обдува). Помимо устранения операции обдува контейнера новый метод выгодно отличается от своего предшественника также возможностью управлять скоростью кристаллизации, которая приблизительно соответствует скорости опускания контейнера с расплавом, тогда как в предыдущем методе управление скоростью кристаллизации весьма затруднено.

Д. Стогбаргер в 1937 внес новые конструктивные изменения в процесс ВНК: В методе Стогбаргера единый спиралеобразный нагреватель электросопротивления разделен на две отдельные секции, питаемые автономно и позволяющие обеспечивать заданный температурный профиль в печи. Между этими секциями помещается специальная кольцеобразная диафрагма, предназначенная для обеспечения резкого перепада температур в зоне кристаллизации. В начальный период процесса ВНК контейнер располагается в верхней (горячей) камере и после расплавления шихты он постепенно опускается с заданной скоростью через диафрагму в нижнюю (теплую) камеру. В некоторых более поздних модификациях метода ВНК в подвижном трубчатом контейнере в процессе выращивания кристалла используется знакопеременное вращение контейнера вокруг вертикальной оси, что способствует перемешиванию расплава и улучшению гидродинамических условий процесса.

Существенные недостатки метода: невозможность непосредственного наблюдения за формой и положением фронта кристаллизации, наличие произвольной кристаллографической ориентировки выращиваемых

монокристаллов. Серьезным недостатком этой группы методов выращивания является непосредственный контакт кристалла со стенками контейнера: при практически неизбежном различии коэффициентов термического расширения материалов кристалла и контейнера в кристалле могут возникать значительные внутренние напряжения. Широкое распространение метод ВНК получил благодаря простоте проведения процесса, возможности поддержания постоянного градиента температуры на фронте кристаллизации, высокой производительности. Методом ВНК в трубчатом контейнере сложно выращивать кристаллы большого диаметра (более 150-200 мм). Между тем при использовании кристаллов в качестве оптических элементов лазерных систем и в качестве других оптических элементов оптических приборов, например, для призм спектрографов, оптических элементов лазерных систем и в качестве других элементов оптических приборов, размеры этих кристаллов оказываются недостаточными.

С. Киропулос предложил в 1926 способ выращивания крупных щелочногалоидных монокристаллов, используемых в оптических приборах. В методе Киропулоса монокристаллическая затравка, закрепленная в водоохлаждаемом кристаллодержателе, приводится в контакт с расплавом, находящимся в тигле. На этой затравке происходит постепенное нарастание кристалла в форме полусферы. При этом кристалл как бы вращается в расплав. Когда разрастающийся кристалл приближается к стенке тигля, кристаллодержатель с кристаллом поднимается на несколько мм и затем продолжается дальнейший рост до очередного разрастания до стенок тигля, последующего подъема и т. д. После каждого такого подъема на боковой поверхности кристалла остаются кольцеобразные метки — следы перехода от одного уровня к другому. Таким образом, при выращивании методом Киропулоса диаметр выращиваемого кристалла ограничивается лишь размерами тигля и практически может достигать 300 см и более. Известны также модификации метода Киропулоса, в которых вместо периодического подъема кристаллодержателя с растущим кристаллом осуществляется непрерывный его подъем с постоянной скоростью. В целях снижения

напряжений выращенные кристаллы подвергаются специальному после ростовому отжигу.

Метод горизонтальной направленной кристаллизации (ГНК) разработан в Институте кристаллографии АН. Благодаря своим достоинствам метод ГНК получил широкое распространение при получении тугоплавких монокристаллических материалов, применяемых не только в радиоэлектронике и электронной технике, но и в акустоэлектронике и в ювелирной промышленности. К достоинствам этого метода можно отнести его относительную техническую и технологическую простоту. Этот метод обеспечивает возможность выращивать монокристаллы большого сечения. Для данного метода выращивания характерно эффективное удаление примесей, чему способствует не только весьма высокая температура расплава, но и хорошо развитая поверхность расплава при небольшой величине отношения глубины лодочки к ее ширине — в отличие от методов Чохральского и Киропулоса. Особенностью метода ГНК является также возможность проведения многократной предростовой перекристаллизации материала, что способствует глубокой очистке кристаллизуемого вещества и позволяет значительно снизить требования к чистоте исходных шихтовых материалов. Наличие открытой поверхности расплава позволяет вводить в него активирующую примесь на любом этапе выращивания кристалла.

Синтез драгоценных ювелирных и технических камней по способу М. А. Вернейля считается классическим и является первым промышленным методом выращивания кристаллов корунда, шпинели и других синтетических кристаллов. В методе Вернейля к горелке с направленным вниз соплом через внешнюю трубу подводится водород, а через внутреннюю — кислород. В ток кислорода подается измельченный порошок окиси алюминия, который при этом нагревается до определенной температуры и затем попадает в водородно-кислородное пламя гремучего газа, где расплавляется. Внизу под соплом располагается стержень из спеченного корунда, выполняющего роль кристаллодержателя. На него стекает расплавленная окись алюминия, образуя шарик расплава. Стержень кристаллодержателя постепенно

опускается со скоростью 5-10 мм/ч, при этом обеспечивается постоянное нахождение расплавленной растущей части корунда в пламени. Для получения рубина к порошку окиси алюминия добавляют окись хрома, для синтеза сапфира — окись железа и титана, для синтеза alexandritоподобного корунда — соли ванадия. Этим же методом выращивают синтетический рутил и титанат стронция. шпинель, гранаты, ниобат лития и другие искусственные камни [1, 2].

1.2. Метод Чохральского

Один из наиболее широко используемых промышленных методов получения полупроводниковых и других монокристаллов это метод Чохральского. Разработан в 1918 году. Исходный материал (шихту) загружают в тугоплавкий тигель и нагревают до расплавленного состояния. Затем затравочный кристалл в виде тонкого стержня диаметром в несколько мм устанавливают в кристаллодержатель и погружают в расплав. Столбик расплава, осуществляющий связь растущего кристалла с расплавом, поддерживается силой поверхностного натяжения и формирует мениск между поверхностью расплава и растущим кристаллом. При этом граница расплав-кристалл, т. е. фронт кристаллизации, оказывается расположенной над поверхностью расплава. Высота расположения границы раздела зависит от степени перегрева расплава и условий теплоотвода от затравки. После частичного оплавления торца затравки ее вместе с растущим на ней кристаллом вытягивают из расплава. В результате теплоотвода через затравку на ней начинается ориентировочная кристаллизация. Диаметр растущего кристалла регулируется путем подбора скорости вытягивания и температуры расплава. В процессе вытягивания кристалл вращают с целью перемешивания расплава и выравнивания температуры на фронте кристаллизации.

Преимущество метода вытягивания из расплава по сравнению с другими методами заключается в том, что кристалл растет в свободном пространстве без контакта со стенками тигля, при этом достаточно легко можно менять диаметр растущего кристалла и визуально контролировать рост. Методами вытягивания из расплава в настоящее время выращивают большинство полупроводниковых (кремний, арсенид галлия, фосфид и арсенид индия и др.) и диэлектрических материалов, синтетических кристаллов драгоценных камней. Технологические особенности проведения процесса определяются свойствами выращиваемого материала и требованиями, как по геометрическим параметрам, так и по физико-химическим свойствам, предъявляемыми к монокристаллу.

Наиболее существенным недостатком метода Чохральского является значительная химическая неоднородность выращиваемых кристаллов, выражающаяся в монотонном изменении состава последовательных слоев кристалла вдоль направления роста [3 – 7].

Идея метода получения кристаллов по Чохральскому заключается в росте монокристалла за счет перехода атомов из жидкой или газообразной фазы вещества в твердую фазу на их границе раздела (см. рис. 1.1).

Оборудование для выращивания монокристалла методом Чохральского, его схематическое изображение показаны на рис. 1.2.

1.2.1. Характеристика метода

Метод относят к тигельным, поскольку при выращивании используются контейнеры из материалов устойчивых к расплаву и атмосфере установки. При выращивании кристаллов из тигля происходит загрязнение расплава материалом тигля (так для кремния, выращиваемого из кварцевого тигля, главными загрязняющими элементами являются содержащиеся в кварце кислород, бор, фосфор, алюминий, железо).

Метод характеризуется наличием большой открытой площади расплава, поэтому летучие компоненты и примеси активно испаряются с

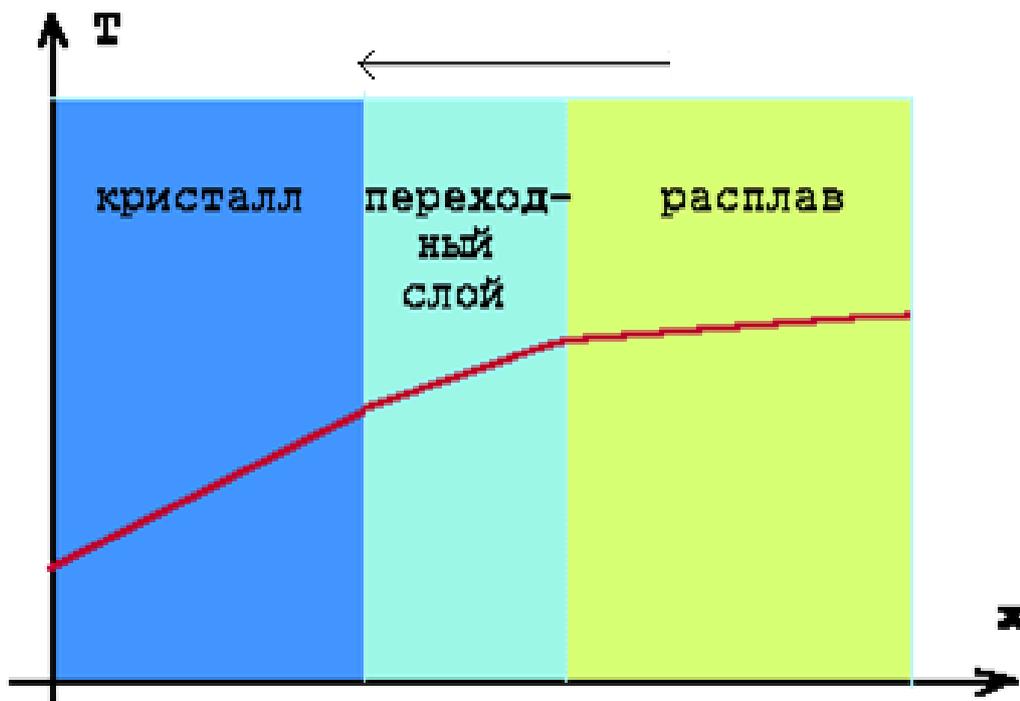


Рис. 1.1. Граница раздела фаз и направление роста кристалла.

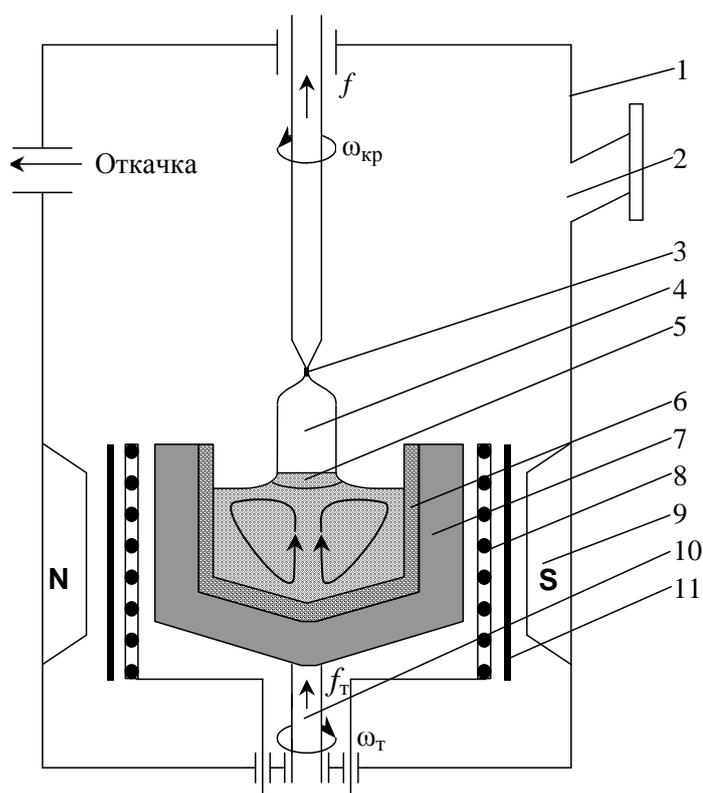


Рис. 1.2. Схематическое изображение оборудования для выращивания кристалла методом Чохральского: 1 – камера роста; 2 – смотровое окно; 3 – затравка; 4 – монокристалл; 5 – переохлажденный столбик расплава; 6 – тигель из кварцевого стекла; 7 – графитовый стакан; 8 – резистивный нагреватель; 9 – источник магнитного поля; 10 – устройство подъема и вращения тигля; 11 – тепловые экраны.

поверхности расплава. Соответственно, содержанием летучих легирующих компонентов управляют, изменяя давление и/или состав атмосферы в ростовой установке.

Так, к примеру, с поверхности расплава кремния, выращиваемого из кварцевого тигля, активно испаряется монооксид кремния — SiO , образующийся при растворении материала тигля. Концентрация кислорода и равномерность её распределения в готовом слитке являются важными параметрами, поэтому давление и скорость потока над расплавом аргоновой атмосферы, в которой слитки кремния выращивают с 70-х годов XX-ого века, обычно подбирают экспериментально и регулируют в течение всего процесса.

Для обеспечения более равномерного распределения температуры и примесей по объёму расплава затравочный кристалл и тигель с расплавом вращают, причём обычно в противоположных направлениях. Несмотря на это, вращения в заведомо неоднородном тепловом поле всегда приводят к появлению на поверхности слитка мелкой винтовой нарезки. Более того, в случае неблагоприятных условий роста помимо винтовой нарезки на поверхности сам слиток может расти в форме штопора (коленвала). Аналогичная картина и с распределением примесей: несмотря на вращения, вдоль фронта кристаллизации всегда остаётся неподвижная область расплава переменной толщины, в которой транспорт компонентов расплава (например примесей) осуществляется медленно, исключительно за счёт диффузии. Это обуславливает неравномерность распределения компонентов расплава по диаметру слитка (по сечению). Дополнительным фактором оказывающим влияние на распределение примесей по сечению являются устойчивые и не устойчивые турбулентные вихри в расплаве при выращивании слитков большого диаметра.

Метод отличается наличием большого объёма расплава, который по мере роста слитка постепенно уменьшается за счёт формирования тела кристалла. При росте кристалла на фронте кристаллизации постоянно происходит оттеснение части компонентов в расплав. Расплав постепенно

обедняется компонентами, более интенсивно встраивающимися в кристалл, и обогащается компонентами, оттесняемыми при росте кристалла. По мере роста концентрации компонента в расплаве его концентрация повышается и в кристалле, поэтому распределение компонентов по длине слитка неравномерно (для кристаллов кремния характерно повышение концентраций углерода и легирующих примесей к концу слитка). Кроме того, при уменьшении объёма расплава уменьшается площадь контакта расплава с материалом тигля, что уменьшает поступление загрязнений из тигля в расплав (в случае кремния кислород из тигля непрерывно поступает в расплав и затем испаряется с поверхности в виде монооксида кремния; в результате из-за уменьшения площади контакта расплава и тигля концентрация кислорода в слитке уменьшается от начала слитка к его концу).

Выращивание кристалла идёт со свободной поверхности расплава, не ограничивается стенками контейнера (тигля), поэтому кристаллы, полученные методом Чохральского, менее напряжены, чем кристаллы, полученные другими тигельными методами. Форма кристалла близка к цилиндрической, но при этом проявляются искажения, определяемые тепловыми условиями выращивания, скоростью вытягивания, кристаллической структурой и кристаллографической ориентацией выращиваемого слитка. Так, бездислокационные слитки кремния, выращиваемые в ориентации [111], всегда имеют выраженную огранку, т.е. на цилиндре как правило формируется одна чёткая грань, как если бы с цилиндра срезали сегмент высотой до 1/6 диаметра слитка, и две нечётких грани, как если бы с цилиндра срезали сегмент высотой в несколько миллиметров. Бездислокационные слитки кремния, выращиваемые в направлении [100] при значительном переохлаждении стремятся приобрести выраженную квадратную огранку, причём снижение скорости вытягивания способствует проявлению огранки. Чрезмерное повышение скорости вытягивания и/или переохлаждение расплава нередко приводят к тому, что слиток приобретает более или менее винтообразную форму (твистинг).

Инициация процесса выращивания производится путём введения в расплав затравочного кристалла необходимой структуры и кристаллографической ориентации. При смачивании затравки расплавом из-за поверхностного натяжения в жидкости на поверхности затравочного кристалла сначала образуется тонкий слой неподвижного расплава. Атомы в этом слое выстраиваются в упорядоченную квазикристаллическую решётку, продолжающую кристаллическую решётку затравочного кристалла. Таким образом, выращиваемый слиток получает ту же кристаллическую структуру, что и исходный затравочный кристалл [8, 9].

1.2.2. Затравочный кристалл

Затравочные кристаллы представляли собой плоскогранные монокристаллы длиной 3-4 см сечением 2-3 мм, заданной структуры и кристаллографической ориентации в контакт со свободной поверхностью расплава (рис. 1.3).

В начале процесса роста монокристалла часть затравочного монокристалла расплавляется для устранения в нем участков с повышенной плотностью механических напряжений и дефектами.

Существует много способов изготовления затравочного кристалла. Основным методом является вырезание монокристаллического затравочного кристалла из поликристаллического бруска олова, выявляя область ориентации кристалла рентгеноскопией.

В данной работе главной целью является вырастить кристалл олова, не имея доступа к рентгенокопии я использовал самый простой способ выращивания затравочного кристалла, загрузив навеску шихты в тигель, расплавляем олово и затягиваем расплав в тоненькую тугоплавкую стеклянную трубку, сечением несколько мм. После остужаем трубку и разбиваем. В итоге получается затравочный монокристалл сечением несколько мм [10, 11].

1.2.3. Приготовление расплава

Расплав — жидкое расплавленное состояние вещества при температурах, в определённых границах удалённых от критической точки плавления и расположенных между температурами плавления и кипения.

На практике расплавами, как правило, называют вещества, находящиеся в жидком агрегатном состоянии, которые при нормальных условиях существуют исключительно или преимущественно в твёрдом агрегатном состоянии. Так, к примеру, жидкие воду и спирт, сжиженные газы, как правило, не относят к расплавам несмотря на то, что физика и химия воды, спирта и газов в жидком состоянии, строго говоря, описываются в понятиях и терминах поведения расплавов.

Природа и характер поведения расплавов по своей сути определяются видом химических связей элементов в расплавленном веществе. Расплавы принято характеризовать наличием ближнего порядка связей между образующими его частицами и отсутствием среднего и дальнего порядков.

Приготавливается навеска шихты и помещается в контейнер (тигель). В случае больших навесок (десятки и сотни килограмм) навеску стараются формировать из небольших кусочков (от 10 до 50мм), чтобы исключить разрушение контейнера и выплёскивание части расплава (рис. 1.4.): при плавлении твёрдые куски, остающиеся в верхней части навески в какой-то момент начинают проседать и падать в расплав. Формирование навески из более мелких фракций навески нецелесообразно, поскольку не достигая температуры плавления частицы могут спекаться, образуя массивное тело. Особенно небезопасным может быть плавление мелкоизмельчённых многокомпонентных навесок, поскольку в зонах контакта частиц могут образовываться спайки [12].



Рис. 1.3. Круглый затравочный кристалл олова с фрагментом начала оттяжки.



Рис. 1.4. Тигель заполнен кусками олова.

1.2.4. Печь

Лабораторная электропечь — установка для нагрева материалов при помощи электрической энергии в лабораторных условиях, в ходе химических и физико-химических исследований, анализа и т. п. Конструкции и диапазоны рабочих температур лабораторных электропечей определяются их назначением и могут быть весьма разнообразны.

В зависимости от способа нагрева различают:

- Печи сопротивления, нагрев в которых осуществляется за счёт пропускания тока через нагревательные элементы из металла (нихром, вольфрам, молибден и пр.) или неметаллических материалов (карбид кремния, дисилицид молибдена, хромит лантана, графит). Достоинства таких установок — простота регулирования температуры, возможность создания требуемого распределения температур в зоне нагрева.
- Индукционные печи. Нагрев осуществляется за счёт теплового действия вихревых электрических токов, наводимых в нагреваемом телеэлектромагнитным полем индуктора. Такие установки позволяют получить высокие температуры, легко регулируются, но в них затруднён нагрев неметаллических и немагнитных материалов. В индукционных печах с индуктором особой формы возможна плавка металлов во взвешенном состоянии, когда полностью исключён нежелательный контакт расплава с футеровкой или тиглем.

В зависимости от способа нагрева различают:

- Дуговые печи, источником тепла в которых служит электрическая дуга между двумя или более электродами. В лабораторной практике подобные установки имеют довольно ограниченное применение, они позволяют достигать высоких температур, но плохо поддаются регулировке, зону равномерного распределения температуры в них создать сложно.

- Плазменно-дуговые печи, источник тепла в которых — струя плазмы, создаваемая плазмотроном. Позволяют нагревать материал до очень высоких температур в разнообразных атмосферах, но поддерживать заданную температуру и обеспечивать однородный нагрев во всём рабочем объёме сложно. Так, часто используются плазменно-дуговые печи с керамическим тиглем, удобные для исследования литейных процессов.
- Электроннолучевые печи, в которых нагрев материала осуществляется при бомбардировке его потоком ускоренных электронов. В лабораторной практике применяются для зонной очистки металла, для выращивания монокристаллов и пр.

В данной работе использовалась тигельная электропечь сопротивления. Изготовленного из металлического, тугоплавкого, нержавеющей материала, помещенного в кварцевую трубу, предназначенная для изоляции тигля от нагревательного элемента, поверх нагревательного элемента находится асбестовая бумага, и вся печь помещена в керамическую трубу, предназначенная как для изоляции печи от поверхности так и для большего теплового экранирования(сохранения тепла).

Температура печи контролируется термодатчиком. Термодатчик состоит из термопары подключенный к термоконтроллеру. Термопара измеряет температуру путем изменения сопротивления, термоконтроллер автоматически отключает электропечь после достижения заданной температуры (рис. 1.5) [13,14].

1.2.5. Тигель

Тигель (от нем. *Tiegel* — *горшок*) — это ёмкость для нагрева, высушивания, сжигания, обжига или плавления различных материалов. Тигли — это неотъемлемая часть металлургического и лабораторного оборудования при литье различных металлов, сплавов, и пр. Отличительной особенностью тиглей является применение для их конструкции огнеупорных

материалов и высокоустойчивых к различным воздействиям металлов и сплавов.

Тигли разных форм, размеров и из различных материалов применяются:

- Metallургия: плавление, обжиг, сжигание, разливка металлов, флюсов, рудных концентратов.
- Metallообработка: литье, обжиг, отжиг и др.
- Лабораторная техника: растворение, сжигание, плавление, взвешивание и др.
- Химическая промышленность: растворение, сжигание, плавление, гомогенизация и др.

Для производства тиглей в различных областях применения, применяются следующие материалы:

Цирконий, платина — инертные тигли для лабораторий.

Metallургия, металлообработка, химическая промышленность:

- Огнеупорные материалы общего назначения: плавление и розлив чёрных металлов, флюсов.
- Оксидные огнеупорные материалы: корунд, оксид циркония, оксид хрома, оксид церия, оксид иттрия и др.
- Графит: розлив цветных металлов.
- Сталь, чугун: для работы с неагрессивными материалами, плавление легкоплавких металлов (свинец, олово, цинк, кадмий, амальгамы, щелочные металлы, сурьма, галлий, индий, таллий, висмут).
- Кварц: плавленный и спеченный кварц.
- Базальт: плавленный базальт.
- Тантал: metallургия лантаноидов.

Лабораторная техника:

- Термостойкое стекло: «пирекс», «симакс», и др.
- Кварц: Плавленный кварц.
- Фарфор: химстойкий фарфор.
- Высокочистый графит: плавка и обжиг.

- Оксидные огнеупорные материалы: оксиды — хрома, алюминия, бериллия, циркония, тория, урана, церия, иттрия, скандия и др.

В данной работе был использован тигель из нержавеющей стали. Так как сталь используется для работы с неагрессивными материалами, плавление легкоплавких металлов (свинец, олово, цинк, кадмий, амальгамы, щелочные металлы, сурьма, галлий, индий, таллий, висмут), а нержавеющая поверхность минимизирует легирование посторонних примесей в расплав олова (рис. 1.6) [15].

1.2.6. Скорость вытягивания

Механизм вытягивания кристалла должен с минимальной вибрацией и высокой точностью обеспечить реализацию двух параметров процесса роста:
- скорости вытягивания;

Затравочный кристалл изготавливается с точной (в пределах установленного допуска) ориентацией, поэтому держатель затравки и механизм вытягивания должны постоянно удерживать его перпендикулярно поверхности расплава.

Направляющие винты часто используются для подъема и вращения слитка. Этот метод позволяет безошибочно центрировать кристалл относительно тигля, однако при выращивании слитков большой длины может оказаться необходимой слишком большая высота установки. Поэтому, когда поддержание необходимой точности при выращивании длинных слитков не обеспечивается винтовым устройством, приходится применять многожильные тросы. В этом случае центровка положения монокристалла и тигля затруднена

Более того, в процессе наматывания троса возможно возникновение маятникового эффекта. Тем не менее применение тросов обеспечивает плавное вытягивание слитка из расплава, а при условии их наматывания на барабан высота установок значительно уменьшается. Из системы продувки

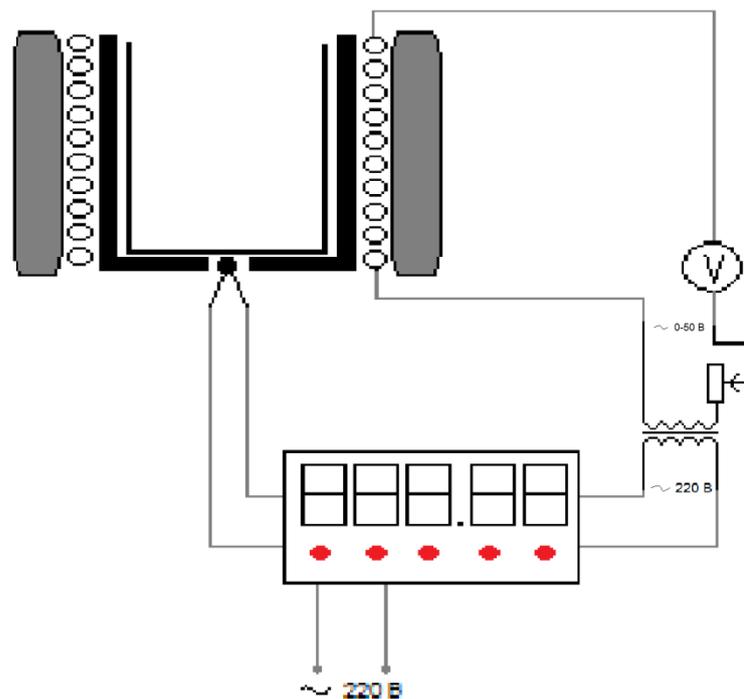


Рис. 1.5. Схематическое изображение тигля, печи и блока управления.



Рис. 1.6. Вид стального тигля.

слиток попадает в верхнюю камеру, которая обычно отделена от высокотемпературной зоны изолирующим клапаном.

Так тросовый метод выращивания кристаллов предназначен для поддержания необходимой точности при выращивании длинных слитков, то в данной работе этот метод не использовался, так как мы выращиваем не длинные слитки..

И для того что бы избежать маятникового эффекта в данной работе использовался винтовой метод выращивания кристалла.

Скорость роста V определяется числом мест на поверхности растущего кристалла для присоединения атомов, поступающих из жидкой фазы, и особенностями переноса на границе раздела. Условия теплопереноса на границе раздела фаз с использованием макропараметров можно записать в виде уравнения (1.1)

$$L \cdot dm/dt + k_1 \cdot (dT/dx)_1 \cdot A_1 = k_s \cdot (dT/dx)_2 \cdot A_2 \quad (1.1)$$

где, L -удельная теплота плавления кристалла,

dm/dt - скорость перехода вещества в новое состояние,

T -температура,

k_1, k_s - коэффициенты теплопроводности жидкости и кристалла,

$(dT/dx)_1, (dT/dx)_2$ - градиенты температуры в переходном слое и в твердом олова,

A_1, A_2 - коэффициенты, пропорциональные площади изотерм.

Максимальная скорость вытягивания кристалла V_{\max} не превышает мгновенную скорость кристаллизации и при условии отсутствия изменения градиента температуры в переходном слое задается уравнением (1.2)

$$V_{\max} = (k_s/L \cdot \rho) \cdot (dT/dx) \quad (1.2)$$

где, ρ - плотность олова в твердом состоянии.

(dT/dx) - градиенты температуры в переходном слое

k_s - коэффициенты теплопроводности кристалла

L - удельная теплота плавления кристалла.

Поскольку скорость вытягивания V и диаметр пластины влияют на концентрацию дефектов и распределение примеси, то в технологическом процессе ее оптимизируют. Обычно скорость вытягивания кристаллического слитка олова составляет величину порядка 1 мм/мин, т. к. при больших скоростях вытягивания происходит резкое уменьшение температуры кристалла, приводящее к конденсации в нем точечных дефектов, которые не успевают подвергнуться процессу закалки и образуют впоследствии дислокационные петли [16].

1.2.7. Коэффициент распределения примеси

Коэффициентом распределения называется отношение концентрации примеси в твердой фазе к ее концентрации в фазе жидкой. Это важный параметр металлургического процесса, который определяет характер распределения примеси вдоль выращиваемого кристалла. Различают равновесный k_0 и эффективный k коэффициенты распределения. Равновесный коэффициент распределения примеси k_0 характеризует отношение концентраций примеси в твердой и жидкой фазах в условиях термодинамического равновесия (1.3)

$$k_0 = \frac{C_{i\Gamma}}{C_{i\text{ж}}} \quad (1.3)$$

и тесно связан с бинарной диаграммой состояния "полупроводник – примесь". При малых концентрациях примеси (доли атомных %) и температурах, близких к температуре плавления основного компонента, можно представить кривые ликвидуса и солидуса в виде двух отрезков, касательных к линиям ликвидуса и солидуса в точке плавления основного компонента A (рис. 1.7).

Примеси, у которых значение коэффициента распределения меньше единицы, понижают температуру кристаллизации основного вещества. Если коэффициент распределения больше единицы, то введение примеси увеличивает температуру кристаллизации.

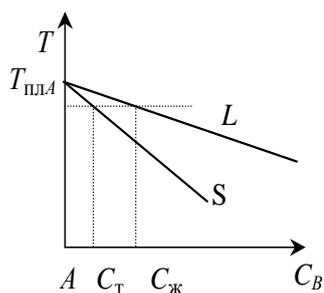
В реальности термодинамически равновесные условия не могут быть реализованы. Это связано в первую очередь с тем, что процесс кристаллизации имеет конечную скорость, коэффициенты диффузии примесей в твердой фазе довольно малы и диффузионные процессы в твердой фазе замедлены, вследствие чего состояние термодинамического равновесия на границе "твердое – жидкость" не успевает устанавливаться. При малых скоростях направленной кристаллизации равновесный коэффициент распределения может описывать условия равновесия на границе раздела жидкой и твердой фаз (рис. 1.8, а, в). В этом случае концентрация примеси во всем объеме расплава будет одинакова, и ее концентрация в закристаллизовавшейся части $C_T = k_0 C_{ж}$.

Если скорость кристаллизации имеет конечное значение, то перед фронтом кристаллизации по мере роста кристалла образуется слой расплава с эффективной толщиной δ , обогащенный примесью, если $k_0 < 1$, и обедненный примесью, если $k_0 > 1$ (рис. 1.8, б, г). В этих условиях содержание примеси в закристаллизовавшейся части слитка C_T будет определяться концентрацией примеси в расплаве у фронта кристаллизации $C_T = k_0 C_{ж0}$. Значение $C_{ж0}$, как правило, неизвестно, поэтому в неравновесных условиях связь между концентрациями примеси в твердой C_T и жидкой $C_{ж}$ фазах осуществляют с помощью эффективного коэффициента распределения k . Под $C_{ж}$ здесь следует понимать концентрацию примеси в объеме расплава.

Связь между равновесным k_0 и эффективным k коэффициентами распределения определяется по уравнению Бартон – Прима – Сликтера (1.4)

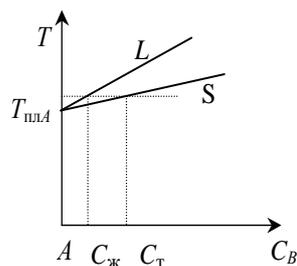
$$k = \frac{k_0}{k_0 + (1 - k_0) \exp\left(-\frac{f\delta}{D}\right)}, \quad (1.4)$$

$k_0 < 1$



a

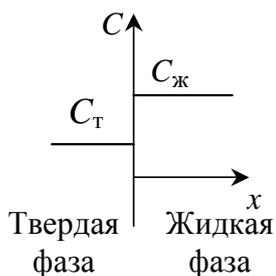
$k_0 > 1$



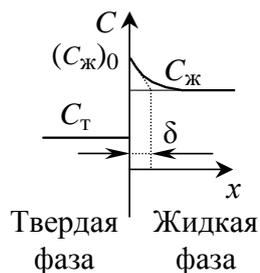
б

Рис. 1.7. Фазовые диаграммы вблизи точки плавления основного компонента *A*: *a* – примесь, понижающая температуру плавления; *б* – примесь, повышающая температуру плавления.

$k_0 < 1$

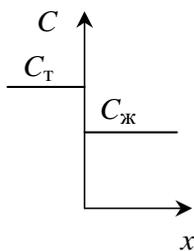


a

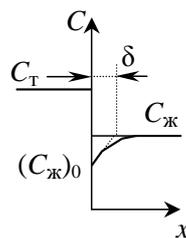


б

$k_0 > 1$



в



г

Рис. 1.8. Распределение примесей на границе раздела твердой и жидкой фаз: *a*, *в* – в равновесных условиях (скорость кристаллизации бесконечно мала); *б*, *г* – в неравновесных условиях (скорость кристаллизации имеет конечное значение).

где f – скорость кристаллизации; δ – толщина диффузионного слоя; D – коэффициент диффузии примеси в жидкой фазе.

Толщина диффузионного слоя δ рассчитывается по формуле Сликтера (1.5):

$$\delta = 1,6 D^{1/3} \nu^{1/6} \omega^{-1/2}, \quad (1.5)$$

где D – коэффициент диффузии примеси в жидкой фазе, $\text{см}^2/\text{с}$; ν – кинематическая вязкость расплава, $\text{см}^2/\text{с}$; ω – скорость вращения кристалла относительно тигля, $\text{рад}/\text{с}$. Значение δ может меняться от 1 до 10^{-3} см.

$$\ln k_B = \frac{\Delta H_{\text{пл}B}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\text{пл}B}} \right) + \ln \frac{\gamma_B^{\text{ж}}}{\gamma_B^{\text{т}}}, \quad (1.6)$$

где $\Delta H_{\text{пл}B}$ – энтальпия плавления чистого компонента B ; T – температура ликвидус твердого раствора "полупроводник – примесь", К; $T_{\text{пл}B}$ – температура плавления чистого компонента B , К; $\gamma_B^{\text{т}}$ и $\gamma_B^{\text{ж}}$ – коэффициенты активности компонента B в равновесных твердой и жидкой фазах; R – универсальная газовая постоянная, $R = 8,31$ Дж/(моль·К).

Поскольку работа производится в области малых концентраций примеси в твердой фазе ($T \approx T_A$), то уравнение (1.6) принимает следующий вид (1.7):

$$\ln k_B = \frac{\Delta H_{\text{пл}B}}{R} \left(\frac{1}{T_{\text{пл}A}} - \frac{1}{T_{\text{пл}B}} \right) + \ln \frac{\gamma_B^{\text{ж}}}{\gamma_B^{\text{т}}}. \quad (1.7)$$

Расчетные значения коэффициентов активности зависят от выбранной модели раствора. Если жидкий и твердый растворы идеальны и $\gamma_B^i = 1$, то уравнение для расчета равновесного коэффициента распределения принимает вид (1.8)

$$\ln k_B = \frac{\Delta H_{\text{пл}B}}{R} \left(\frac{1}{T_{\text{пл}A}} - \frac{1}{T_{\text{пл}B}} \right). \quad (1.8)$$

Однако это приближение в большинстве случаев не является достаточно корректным. Существенно большую точность удается получить при использовании приближения регулярного раствора, которое учитывает межатомное взаимодействие в смеси компонентов. Согласно этой модели, коэффициент активности γ компонентов в бинарной системе $A-B$ определяется с помощью выражения (1.9)

$$RT \ln \gamma_B = \alpha_{AB}(1 - x_B)^2, \quad (1.9)$$

где α_{AB} – параметр межатомного взаимодействия в соответствующей жидкой или твердой фазе; x_B – концентрация компонента B (в атомных долях) в соответствующей фазе. В модели регулярных растворов параметр взаимодействия α_{AB} принимают независимым от температуры и концентрации компонентов. В приближении квазирегулярного раствора параметр взаимодействия обычно рассматривают как линейную функцию температуры (1.10) [17 - 19]:

$$\alpha_{AB} = a - bT. \quad (1.10)$$

1.2.8. Распределение примеси вдоль слитка при вытягивании кристаллов из расплава

Математическое описание распределения концентрации примеси в растущем кристалле выводится при распространенных в полупроводниковой металлургии допущениях, впервые четко сформулированных Пфанном. Они состоят в следующем:

1. Процессами диффузионного перераспределения компонентов в твердой фазе можно пренебречь, т. е. предполагается, что коэффициент диффузии компонентов в твердой фазе $D_T = 0$.

2. Перераспределение компонентов и, соответственно, выравнивание состава в жидкой фазе происходит мгновенно, т.е. эффективный коэффициент диффузии в жидкой фазе $D_{ж} = \infty$. Это условие обычно называют условием полного перемешивания жидкой фазы.

3. Эффективный коэффициент распределения k есть величина постоянная. Это допущение справедливо в области малых концентраций примеси, когда значение эффективного коэффициента распределения не зависит от концентрации примеси. Однако эффективный коэффициент распределения зависит от условий проведения процесса (скорости роста кристалла и условий перемешивания расплава), поэтому подразумевается их постоянство в течение процесса выращивания.

4. Объем кристаллизующегося материала не изменяется при плавлении и затвердевании, плотности жидкой и твердой фаз равны, т. е. $d_T = d_{ж}$.

5. Отсутствует обмен материалом между конденсированными (жидкой или твердой) и газовой фазами; в системе нет диссоциирующих и летучих компонентов.

Для вывода уравнения расчета распределения примеси вдоль слитка предполагаем, что за время dt объем закристаллизовавшейся твердой фазы составит dV_T . Запишем уравнение материального баланса следующим образом (1.11):

$$dQ_T + dQ = 0, \quad (1.11)$$

где dQ_T , dQ – изменение количества атомов легирующей примеси в твердой и жидкой фазах в процессе кристаллизации соответственно; $Q_i = C_i V_i$, где C_i – концентрация примеси, а V_i – объем соответствующей фазы.

Уравнение баланса объемов можно представить в виде (1.12)

$$dV_T + dV = 0, \quad (1.12)$$

где dV_T , dV – изменение объемов твердой и жидкой фаз в процессе кристаллизации.

Учитывая, что $Q_i = C_i V_i$, а также (1.3) и (1.12), перепишем уравнение (1.11) в следующем виде (1.13):

$$-kCdV + CdV + VdC = 0. \quad (1.13)$$

Введем величину $g = 1 - \frac{V}{V_0}$, обозначающую долю закристаллизовавшегося расплава, где V – текущий, а V_0 – начальный объем жидкой фазы. При отсутствии подпитки $g = \frac{V_T}{V_0}$, где V_T – объем закристаллизовавшейся фазы. Тогда $1 - g = \frac{V}{V_0}$; $dg = -\frac{dV}{V_0}$. Подставим эти выражения в (1.13) и, разделяя переменные, получим уравнение материального баланса в следующем виде (1.14):

$$\frac{dC}{C} = -\frac{(k-1)}{1-g} dg. \quad (1.14)$$

Учитывая, что при $g = 0$ концентрация примеси в расплаве C равна ее начальному значению C_0 , в результате интегрирования (1.14) получим следующий закон распределения примеси вдоль слитка (1.15):

$$C_T = kC_0(1-g)^{k-1}. \quad (1.15)$$

Выражение (1.15) называют уравнением Галливера. Кривые, иллюстрирующие эти зависимости при различных значениях коэффициента распределения, приведены на (рис. 1.9).

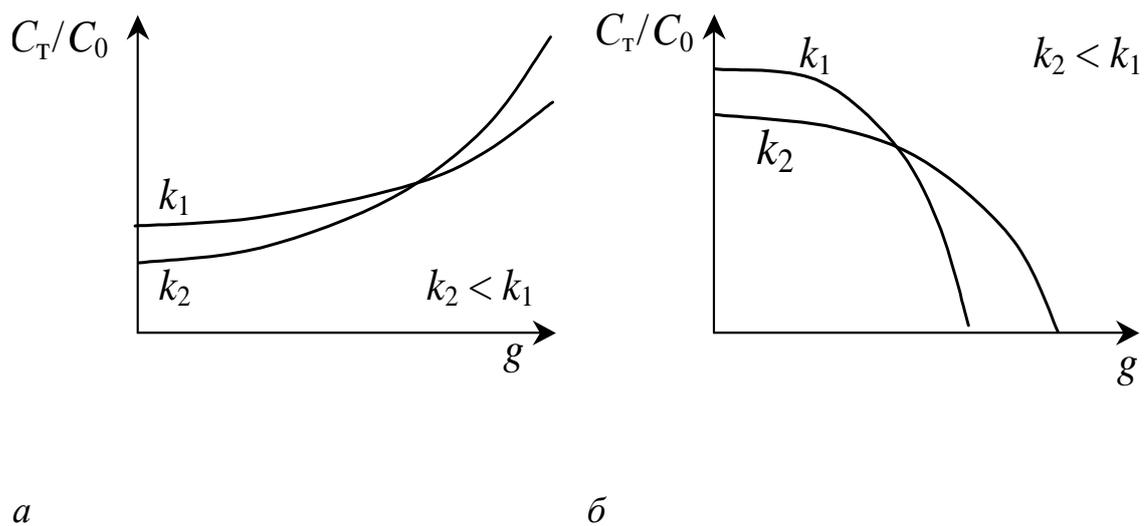


Рис. 1.9. Распределение примесей с различными коэффициентами распределения по длине кристаллов, выращенных нормальной направленной кристаллизацией: $a - k_0 < 1$; $b - k_0 > 1$.

Если выращивание кристалла происходит из расплава с одинаковым содержанием примеси и меняются только условия выращивания, приводящие к изменению коэффициента распределения k (например, скорость кристаллизации f или скорость вращения кристалла относительно тигля ω), то площади под кривыми, соответствующими коэффициентам распределения k_1 и k_2 , должны быть равны, так как площадь под кривой определяет суммарное количество примеси в расплаве.

Уравнение Галливера справедливо также для описания процессов легирования кристаллов при выращивании другими методами направленной кристаллизации, например, методами Бриджмена и Киропулоса [20].

ГЛАВА II. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

2.1. Экспериментальная установка

2.1.1. Электрическая часть установки

Для создания лабораторно – экспериментальной установки выращивания монокристалла олова методом Чохральского были поставлены следующие задачи: создать печь и блок управления печи; создать подъемный механизм и блок управления скорости подъема; держатель затравочного кристалла и способ его вращения.

Для решения данной проблемы требовалось создать отдельный для каждой части установки блок управления с единой электрической цепью для минимизации количества проводов идущих к сети. В результате чего была собрана электрическая цепь (блок управления) с одним проводом входящая в сеть и разделенная в результате на 3 электрические цепи, отдельно для каждой части установки в частности (рис. 2.1. и рис. 2.2.) Не было использовано ни каких генераторов, аккумуляторов и иных источников энергии малых напряжений. Вся сеть питается от обычной розетки с напряжением 220 В.

I-я электрическая цепь (рис. 2.3) (блок управления печи) предназначена для контроля за температурой резистивной печи. Дынная цепь позволяет нам автоматически контролировать температуру, не отвлекая нас тем временем от процесса роста кристалла.

Принцип работы основан на терморегулятор и термопаре. На табло терморегулятора выставляется температура и печь начинает нагреваться, а термопара отслеживает температуру в печи, и подает сигнал на терморегулятор. Если температура в печи равна или выше заданный температуры, то терморегулятор отключает печь, и она начинает остывать.



Рис. 2.1. Электрические цепи блок управления установки для выращивания монокристалла олова методом Чохральского.

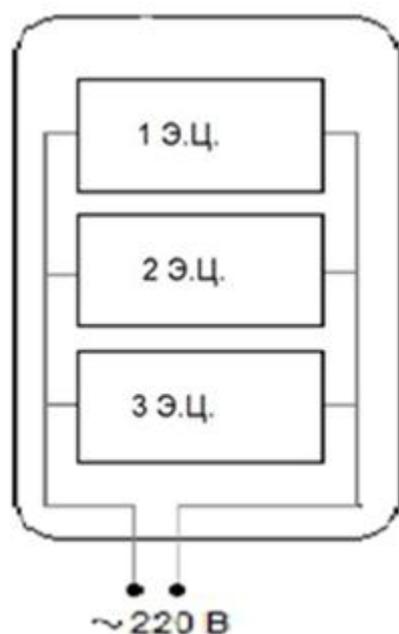


Рис 2,2 Схематическое изображение блока управления:

1. I-я электрическая цепь (блок управления печи).
2. II-я электроическая цепь (блок управления скорости подъема)
3. III-я электрическая цепь (блок уравления вращения затравочного кристалла)

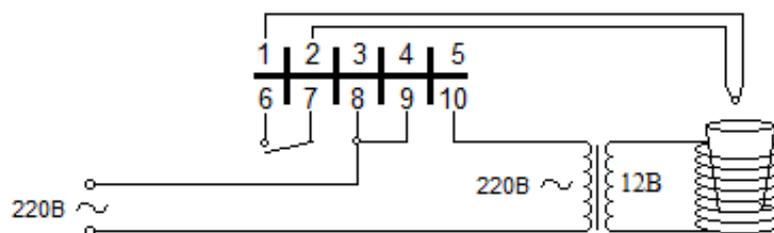


Рис. 2.3. I-я Электрическая цепь.

Когда температура остывает до температуры равной или ниже заданной температуры, терморегулятор включает печь, и процесс повторяется.

Принцип работы основан на терморегулятор и термопаре. На табло терморегулятора выставляется температура и печь начинает нагреваться, а термопара отслеживает температуру в печи, и подает сигнал на терморегулятор. Если температура в печи равна или выше заданной температуры, то терморегулятор отключает печь, и она начинает остывать. Когда температура остывает до температуры равной или ниже заданной температуры, терморегулятор включает печь, и процесс повторяется.

Из выше сказанного следует что терморегулятор, одновременно являющийся и пультом управления (рис. 2.4), так же играет роль включателем и выключателя печи, источника тока для печи, «термометра» отслеживающий температуру печи при помощи термопары.

Термопара (термоэлектрический преобразователь температуры) — термоэлемент, применяемый в измерительных и преобразовательных устройствах, а также в системах автоматизации (рис. 2.5).

Принцип действия основан на эффекте Зеебека или, иначе, термоэлектрическом эффекте. Между соединёнными проводниками имеется контактная разность потенциалов; если стыки связанных в кольцо проводников находятся при одинаковой температуре, сумма таких разностей потенциалов равна нулю. Когда же стыки находятся при разных температурах, разность потенциалов между ними зависит от разности температур. Коэффициент пропорциональности в этой зависимости называют коэффициентом термо-ЭДС. У разных металлов коэффициент термо-ЭДС разный и, соответственно, разность потенциалов, возникающая между концами разных проводников, будет различная. Помещая спай из металлов с отличными коэффициентами термо-ЭДС в среду с температурой T_1 , мы получим напряжение между противоположными контактами, находящимися при другой температуре T_2 , которое будет пропорционально разности температур T_1 и T_2 .



Рис. 2.4. Терморегулятор.

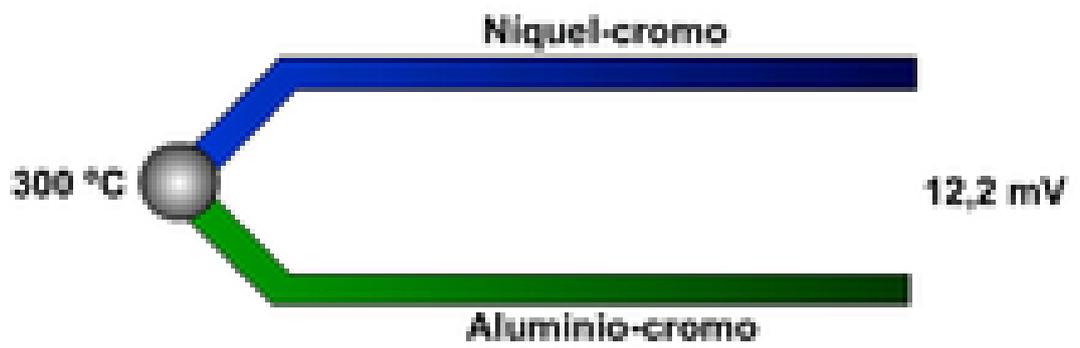


Рис. 2.5. Схема термопары.

II-я электрическая цепь (рис. 2.6.) (блок управления скорости подъема) предназначена для управления скоростью подъема и ориентацией движения (вверх/ вниз) держателя затравочного кристалла и самого затравочного кристалла. Данная цепь позволяет нам контролировать скорость подъема и ориентацию движения вручную, и позволяет самому задавать скорость подъема и направление движения.

Скорость подъема регулируется через ручку регулятора скорости (рис. 2.7), который играет роль и выключателя. В выключенном положении ручка регулятора повернута в лево до упора. Для включения и дальнейшего контроля скорости подъема необходимо повернуть ручку в право.

Ориентация движения (вверх/вниз) осуществляется через ручку переключателя ориентации движения (рис. 2.7). Переключив ручку переключателя в верхнее положение, движение производится в верхнее направление, при переключении переключателя в нижнее положение движение производится в нижнее направление.

III-я электрическая цепь (рис. 2.8) (блок управления вращения затравочного кристалла). Вращение затравочному кристалла придается про помощи обычного электродвигателя на 5В. Электродвигатель и держатель затравочного кристалла (рис. 2.9).

2.1.2. Механическая часть установки

К механической части установки относится механизм установки отвечающий за подъем и спуск электродвигателя вращающий держатель затравочного кристалла. Так же к этой части установки относится держатель затравочного кристалла.

Механизм вытягивания кристалла должен с минимальной вибрацией и высокой точностью обеспечить реализацию двух параметров процесса роста: -скорости вытягивания;

Затравочный кристалл изготавливается с точной(в пределах установленного допуска)ориентацией, поэтому держатель затравки и

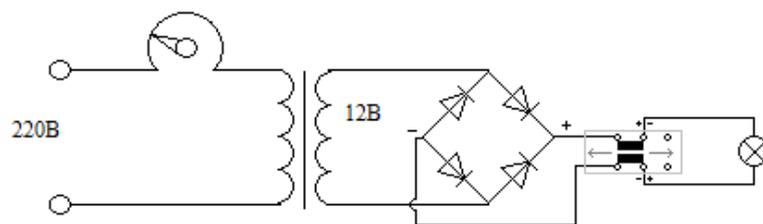


Рис. 2.6. II-я электрическая цепь.



Рис. 2.7. Блок управления скорости подъема и ориентации движения.

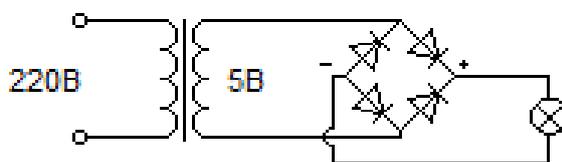


Рис. 2.8. III-я электрическая цепь.



Рис. 2.9. Электродвигатель и держатель затравочного кристалла.

механизм вытягивания должны постоянно удерживать его перпендикулярно поверхности расплава.

Направляющие винты часто используются для подъема и вращения слитка. Этот метод позволяет безошибочно центрировать кристалл относительно тигля, однако при выращивании слитков большой длины может оказаться необходимой слишком большая высота установки. Поэтому, когда поддержание необходимой точности при выращивании длинных слитков не обеспечивается винтовым устройством, приходится применять многожильные тросы. В этом случае центровка положения монокристалла и тигля затруднена. Более того, в процессе наматывания троса возможно возникновение эффекта маятника. Тем не менее применение тросов обеспечивает плавное вытягивание слитка из расплава, а при условии их наматывания на барабан высота установок значительно уменьшается.

В данной работе было использовано винтовой метод подъема, так как длина выращиваемого слитка не превышает 2-3 см.

Подъемный механизм данной работы состоит из направляющего корпуса цилиндрической формы, вала с нарезанной внешней резьбой, находящийся внутри направляющего корпуса и играющая роль подъемника. Так же вал вращается внутри цилиндра (бегунок) с нарезанной внутренней резьбой, которая играет связующую роль между валом и электродвигателем, вращающий затравочный кристалл.

Вся данная система приводится в движение электродвигателем на 24В и системой шестеренок (редуктор). Максимальная вращающая скорость двигателя 5000 об/мин, что очень быстро для нашего подъемного механизма. Для того что бы уменьшить скорость подъема мы воспользовались редуктором и понизили скорость вращения двигателя до 100 об/мин. Благодаря этому мы достигли максимальной скорости подъема около 10 мм/мин не теряя мощности электродвигателя при понижении скорости вращения через понижения напряжения.

Как уже было сказано скорость оборота двигателя равна 5000 об/мин, что является очень большой скоростью для нас. Мы воспользовались

понижающим редуктором передаточное отношение равно 5000/100, следовательно за один оборот вала двигателя совершает 50 оборотов. Из формулы (2.1)

$$U = \frac{n_{\text{ВХ}}}{n_{\text{ВЫХ}}} \quad (2.1)$$

$n_{\text{ВХ}}$ - количество оборотов входного вала редуктора, т.е. обороты электродвигателя, об/мин.

$n_{\text{ВЫХ}}$ - необходимое количество оборотов выходного вала редуктора, об/мин.

следует что передаточное число редуктора необходимого для достижения скорости в 10 мм/мин равна 50

Схематическое изображение подъемного механизма (рис. 2.10).

Следующая механическая часть установки «Цанговый держатель», (рис. 2.11) играющий роль держателя затравочного кристалла. Состоит из трех частей: основа – крепится на электродвигатель; цанговый держатель – держит затравочный кристалл и вставляется в основу; зажим – зажимающий цанговый держатель и крепится на резьбу основы.

2.1.3. Печь

Лабораторная электропечь — установка для нагрева материалов при помощи электрической энергии в лабораторных условиях, в ходе химических и физико-химических исследований, анализа и т. п. Конструкции и диапазоны рабочих температур лабораторных электропечей определяются их назначением и могут быть весьма разнообразны.

Печи сопротивления, нагрев в которых осуществляется за счёт пропускания тока через нагревательные элементы из металла (нихром, вольфрам, молибден и пр.) или неметаллических материалов (карбид кремния, дисилицид молибдена, хромит лантана, графит).

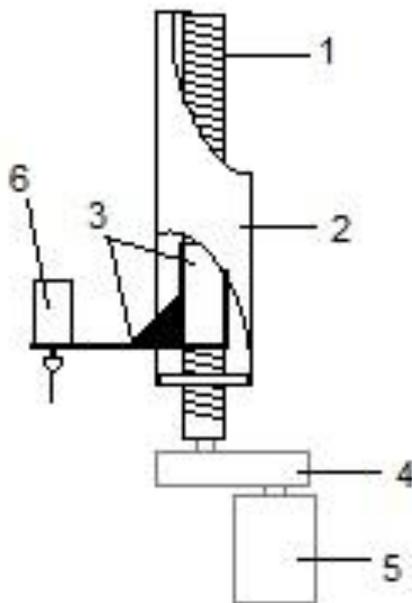


Рис. 2.10. Подъемный механизм.

1. Вал подъемного механизма с нарезанной внешней резьбой.
2. Направляющий корпус в разрезе.
3. Бегунок с нарезанной внутренней резьбой.
4. Редуктор.
- 5 электродвигатель.
6. Электродвигатель с держателем затравочного кристалла.



Рис. 2.11. Цанговый держатель.

Достоинства таких установок — простота регулирования температуры, возможность создания требуемого распределения температур в зоне нагрева.

Тигельные печи используют для плавки металлов и сплавов, и к тому же для хранения всевозможных расплавов. Обычно тигельные печи создаются в стационарном и опрокидываемом положений. Разновидность тигельных стационарных печей хорошо подходит для плавки металла и также хранения его в расплавленном состоянии в зависимости от заливки в специальные формы. Устройства тигельных печей часто используют для того чтобы разлить металл из печи благодаря ее наклону вокруг своей оси.

Нагревание в тигельных печах производится с помощью спиралей, сделанных из фехральной проволоки, которая намотана на корундовую трубку, также для этой цели может использоваться карбид кремниевый. Встроенный стержневой нагреватель в тигельной печи предоставляет возможность достичь более высоких температурных режимов при плавлении металлов.

В данной работе использовалась печь представляет собой электропечь сопротивления состоящий из 5 элементов: 1. Стальной тигель; 2. Кварцевая труба; 3. Нагревательный элемент; 4. Асбестовая бумага; 5. Керамическая труба (рис. 2.12).

Тигель - это сосуд предназначенный для загрузки шихты и его расплава. Кварцевая труба предназначена для изоляции тигля от нагревательного элемента. Так как тигель металлический следовательно при соприкосновении тигля с нагревательными элементами будет происходить замыкание и элементы не будут нагреваться.

Нагревательный элемент представляет собой нихромовую проулку, обмотанную, спиралевидной формы, вокруг кварцевой трубы. Сопротивление нагревательного элемента $R=3 \text{ Ом}$, $V=12 \text{ В}$, по закону Ома (2.2)

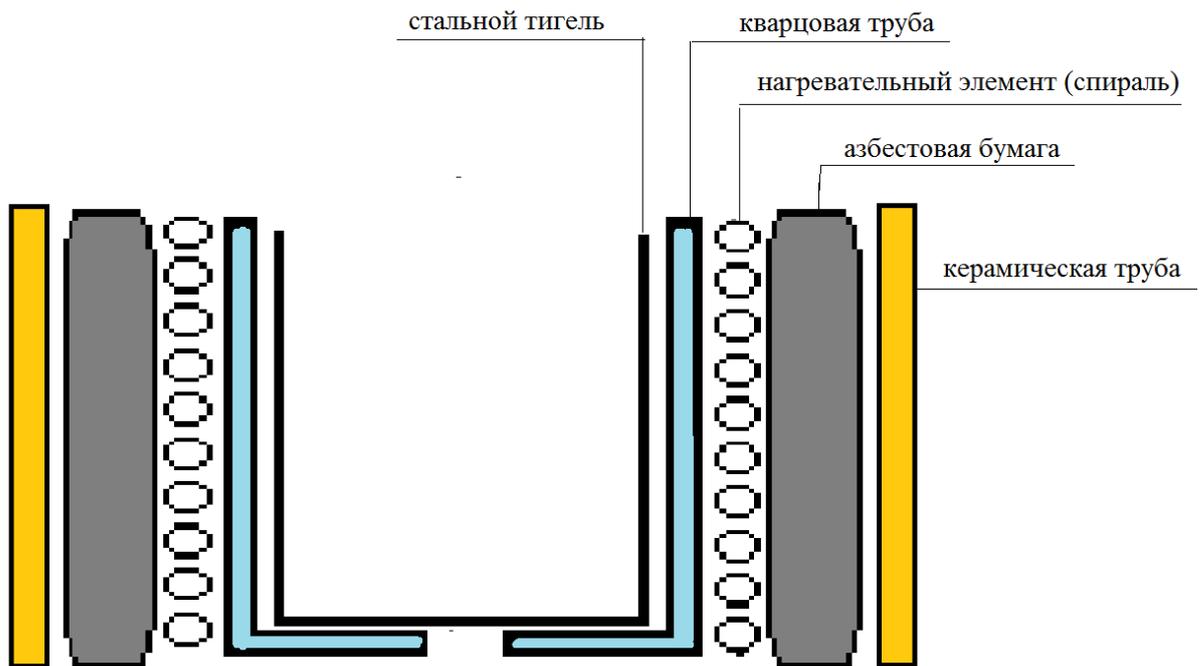


Рис. 2.12. Схематическое изображение печи и его элементов.

$$I = \frac{U}{R}, \quad (2.2)$$

следует, что $I=4$ А. зная это можно рассчитать мощность печи по формуле мощности постоянного тока (2.3)

$$P = I \cdot U. \quad (2.3)$$

Отсюда следует что мощность печи $P = 48$ В.

Асбестовая бумага и керамическая труба, в которой находятся нагревательный элемент и кварцевая трубка, играет роль тепловой изоляции окружающей среды от печи и роль теплового экрана, который позволяет нам сохранять температуру внутри печи.

2.1.4. Лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристаллов олова методом Чохральского

Используя вышеперечисленные динные была создана лабораторно – экспериментальную установку для выращивания монокристалла олова методом Чохральского в не вакуума, в открытом пространстве, для того что бы узнать, можно ли вырастить кристалл данным методом, какие факторы наиболее сильно воздействуют на рост кристалла (температура, скорость подъема, скорость вращения затравочного кристалла, воздействие окружающей среды, разные виды затравочного кристалла).

При создании установки, стремились как можно ближе держаться оригинальной версии устройства для выращивания монокристаллов методом Чохральского, было потрачено много времени, было просмотрено много литературы. Но при создании были допущены некоторые технические ошибки, а именно: затравочный кристалл в момент спуска в тигель находился не по центру тигля; в момент подъема, спуска затравочного

кристалла кристалл «гуляет» , т.е. из-за ошибки в создании подъемного вала не была соблюдена центровка, из-за этого затравочный кристалл в момент спуска, подъема движется не по одной оси.

Лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристалла олова (рис. 2.13).

После создания лабораторно – экспериментальной установки выращивания монокристаллов методом Чохральского, и учитывая сделанные ошибки, проводили эксперимент на данной установке и было выяснено, что а данной установке можно вырастить кристалл олова с рассчитанной длиной в несколько сантиметров.

Удобства данной установки в том, что все процессы (нагрев печи, регулировки скорости подъема и ориентации движения) производится автоматически при помощи пульта управления.

2.2. Расчетная часть

Расчет мощности печи.

Нам известно входящее напряжение, и сопротивление нагревательного элемента:

$$U=12\text{В}$$

$$R=3\text{ Ом}$$

По закону Ома рассчитаем силу тока протекающий в нагревательном элементе (2.4)

$$I = \frac{U}{R}, \quad (2.4)$$

$$I = \frac{12}{4}$$



Рис. 2.13. Лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристаллов олове методом Чохральского.

$$I = 4 \text{ A.}$$

Для сравнения: 0,01 А смертелен для человека, но при наличии пробивного напряжения про данной силе тока.

В данной печи напряжении не пробивное но сила тока довольно сильное, что и придает нашей печи мощность в $P = 50 \text{ Вт}$ рассчитанный по формуле мощности постоянного тока (2.5)

$$P = I \cdot U. \quad (2.5)$$

$$P = 4 \cdot 12$$

$$P = 48 \text{ Вт.}$$

Данная мощность в ходе проведения эксперимента была достаточна что бы разогреть печь выше 400°C .

Из расчета следует что мощность печи $P = 50 \text{ Вт}$.

Расчет скорости подъемного механизма.

$$n_{\text{max. э.д.}} = 5000 \text{ об/мин}$$

Шаг подъемного вала $S = 2$ следовательно за один оборот вала проходит расстояние $L = 2 \text{ мм}$

Требуемая максимальная скорость вращения подъемного вала $n_{\text{max. п.д.}} = 100 \text{ об/мин.}$

Следовательно за 100 оборотов подъемного вала проходит расстояние в $L = 200 \text{ мм.}$

Следовательно скорость подъема $V_{\text{max. п.в.}} = 200 \text{ мм/мин.}$

Для достижения данной скорости подъема, как видно из расчета, необходима воспользоваться редуктором, понижающий скорость вращения подъемного вала от 5000 об/мин до 100 об/мин. Для этого пользуясь формулой расчета передаточного числа редуктора

$$U = \frac{n_{\text{ВХ}}}{n_{\text{ВЫХ}}} \quad (2.6)$$

$$U = \frac{5000}{100}$$

$U=50$

Следовательно, из расчета видно, необходимо подобрать редуктор с передаточным числом $U = 50$.

2.3. Методика работы на установке

- 1) Очищаем тигель от пыли и грязи пользуясь алмазным порошком, промываем и сушим. После загружаем шихту в (стальной) тигель и помещаем тигель в печь (рис. 2.14 и рис. 2.15).
- 2) Закрепляем затравочный кристалл в кристаллодержатель и проводим центровку затравочного кристалла (рис. 2.16 и рис. 2.17).
- 3) Включаем установку с помощью выключателя, расположенного с боку, в нижней части установки (рис. 2.18). После включения вы заметите синий свет под ручкой регулировки скорости подъема (рис. 2.19), загорится циферблат на контроллере печи (рис. 2.20) и услышите щелчок контроллера печи, сообщающий о готовности контроллера к работе. После того как все части установки будут готовы к работе, можно начинать работу.
- 4) После подготовки установки начинаем работу.
 1. На контроллере печи устанавливаем нужную нам температуру 231°C и ждем пока шихта не расплавится и не превратится в расплав.

Примечание: из-за хорошего теплосохранения печи остывания печи происходит очень медленно. Помимо того после автоматического выключения печи, температура некоторое время будет расти.



Рис. 2.14. Шихта загруженная в тигель.



Рис. 2.15. Тигель загруженный шихтой и помещенный в печь.



Рис. 2.16. Затравочный кристалл.

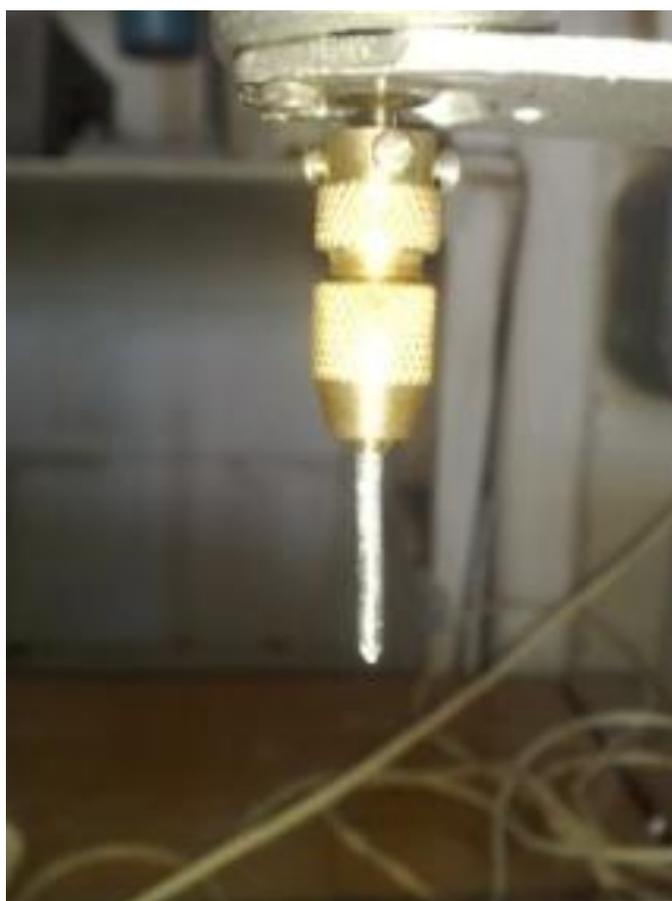


Рис. 2.17. Затравочный кристалл закрепленный в кристаллодержатель.



Рис. 2.18. Выключатель.



Рис. 2.19. Ручка регулировки скорости подъема в включенном виде.



Рис. 2.20. Включенный Термоконтроллер печи.

2. После отпускаем затравочный кристалл в расплав, переключая на ориентации подъема тумблер на нижнее положения и поворачивая регулятор скорости в право (рис. 2.21).
3. В момент касания затравочного кристалла и расплава крутим регулятор скорости подъема в лева до полной остановки процесса спуска, переключаем тумблер ориентации подъема в верх и медленна поворачиваем регулятор скорости опять на лево, подбирая тем самым скорость подъема, до тех пор пока не увидим зону кристаллообразования (переходный слой) (рис. 2.22).
4. После проведения эксперимента, поднимаем затравочный кристалл с выросшим кристаллом, освобождаем от кристалла держателя (рис. 2.23).



Рис. 2.21. Пульт управления подъемного механизма.



Рис. 2.22. Переходный слой.



Рис. 2.23. Выращенный монокристалл олова методом Чохральского.

ГЛАВА III. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Влияние затравочных кристаллов и оксидной пленки на рост кристалла

Проверяя первую поставленную задачу, в ходе эксперимента были сделаны следующие выводы:

В момент выращивания кристалла используя оловянный затравочный кристалл вырастить тело кристалла невозможно, так как поверхность расплава покрывается оксидной пленкой (рис. 3.1) и в момент касания расплава и затравочного кристалла, часть затравочного кристалла коснувшаяся с расплавом расплавляется не доходя до расплава из-за реакцию с оксидной пленки и происходит обрыв и рост кристалла к момент подъема не происходит.

Следующий использованный затравочный кристалл является гетераструктура (медный затравочный кристалл). Причина использования данного вещества в том, что медь обладает хорошей адгезией и температура плавления на много выше температуры плавления олова. Благодаря высокой температуры плавления, медь не вступает в реакцию с оксидной пленкой, проходя оксидную пленку и проникая в расплав. На поверхности меди образуется тонкий оловянный слой. В данном слое концентрация примесей маловероятна и этот слой является ориентацией для образования монокристалла. Благодаря хорошей адгезией образуется хорошее поверхностное натяжение и в момент подъема затравочного кристалла он не обрывается с расплавом и происходит рост кристалла (рис. 3.2). Но и при этом невозможно вырастить кристалл большой длины. Причина тому: в момент роста кристалла, в переходном слое образуется микро обрывы и окисная пленка проникая в этот обрыв увеличивает его и обрывает расплав с затравочным кристаллом.



Рис. 3.1. Поверхность расплава покрытая оксидной пленкой.



Рис. 3.2. Момент роста кристалла при помощи медного затравочного кристалла.

Так же в ходе исследования было замечено что оловянный расплав смачивается с поверхностью стального тигля и залипает на нем в момент роста кристалла. Так как объем расплава уменьшается и из-за смачивания поверхности тигля, на поверхности расплава в момент роста происходит напряжение и это напряжение тянет переходный слой вниз и в критический момент происходит обрыв. Это одна из причин почему невозможно вырастить кристалл большей длины.

Из выше сказанного следует, что при выращивании кристалла олова наиболее приемлемо использовать медный затравочный кристалл не же ли оловянный.

В ходе исследования так же стремились избавиться от оксидной пленки. И решили использовать канифоль. И было выяснено, что при введении небольшого количества канифоли в расплав поверхность расплава очищалась от оксидной пленки и покрывалась тонким защитным слоем, на то время пока канифоль полностью не испариться. После очищения поверхности расплава небольшим количеством канифоли был провиден еще один эксперимент по росту монокристалла, используя оловянный и медный затравочный кристалл. И было выяснено, что вероятность роста кристалла используя оловянный затравочный кристалл выше, чем в первый раз. Так как поверхность расплава была очищена, затравочный кристалл проникал в расплав через тонкий слой канифоли, образовывалась связь между расплавом и затравочным кристаллом и осуществлялся рост (рис. 3.3). Но при этом было необходимо следовать, строгим правилам следующих факторов:

5. Температура не должна превышать 238°C . Если же данное условие не соблюдается, то часть оловянного затравочного кристалла вступившая в контакт с расплавом расплавляется и происходит обрыв, и рост не возможнее.
6. Скорость подъема не должно превышать $V_{\max} = 5$ мм/мин, в противном случае расплав в переходном слое не успевает охладиться и происходит обрыв и рост кристалла прерывается.

При использовании же медного затравочного кристалла, было выяснено что можно вырастить кристалл большей длины нежели в первый раз, так как произошло избавление поверхности расплава от окисной пленки и проникание ее в микро обрывы не происходит (рис. 3.4).

Так же благодаря введению канифоли расплав не смачивается с поверхностью тигля благодаря тому что канифоль увеличивает поверхностное натяжение расплава и освобождает его от смачивания с тиглем и придает расплаву форму сферы

После введения канифоли, при максимальной скорости роста и перегрева расплава больше 240°C было получены сверхтонкие кристаллы диаметром от 0,008мм до 1мм (рис. 3.5, 3.6). Данный кристалл был выращен только при использовании медного затравочного кристалла

3.2. Влияние перегрева расплава и скорости подъема на диаметр слитка

Следующий вопрос в данной работе касался «влияние скорости подъема и температуры расплава на диаметр тела кристалла. И было выяснено, что чем выше скорость роста, тем меньше диаметр кристалла, а при превышении скорости подъема 5 мм/мин рост кристалла невозможен. Зависимость скорости роста от диаметра слитка приведена в рис. 3.7.

Так же чем выше перегрев расплава тем тоньше выращенный кристалл. А при достижении температуре выше 239°C рост кристалла невозможен. Зависимость температуры перегрева от диаметра тела кристалла приведено на рис. 3.8.



Рис. 3.3. Образование переходного слоя при выращивании монокристалла олова при помощи медного затравочного кристалла после введения канифоли.



Рис. 3.4. Рост монокристалла олова при помощи медного затравочного кристалла после введения канифоли.

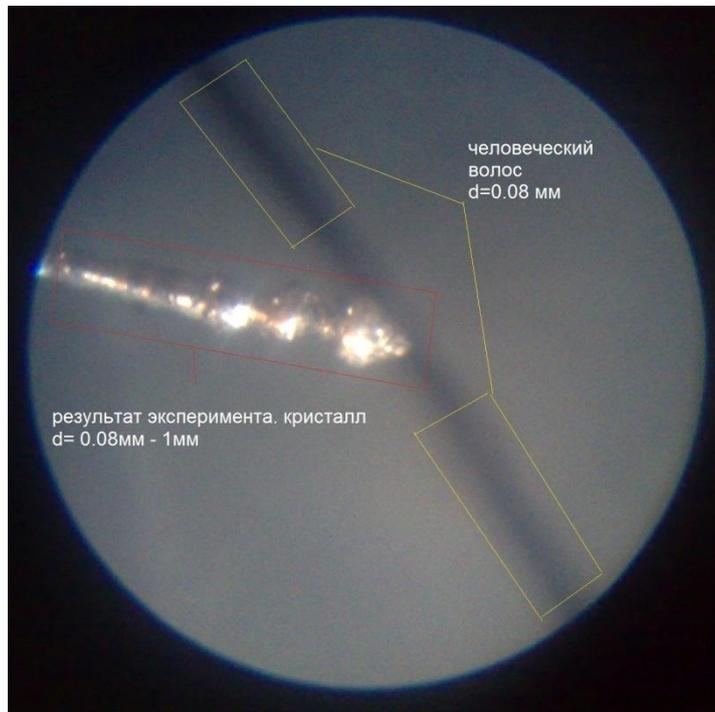


Рис. 3.5. Выращенный микро кристалл и сравнение его с человеческим ВОЛОСОМ.

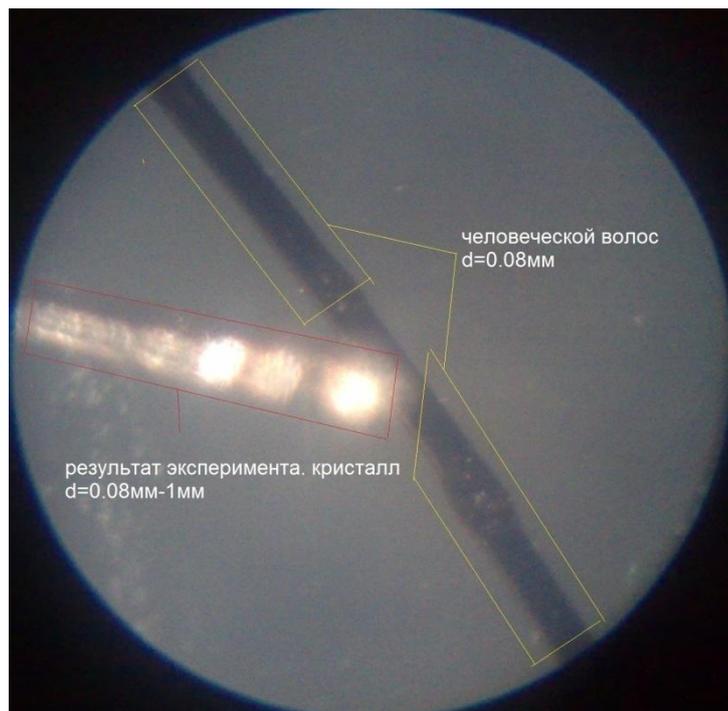


Рис. 3.6. Выращенный микро кристалл и сравнение его с человеческим ВОЛОСОМ.

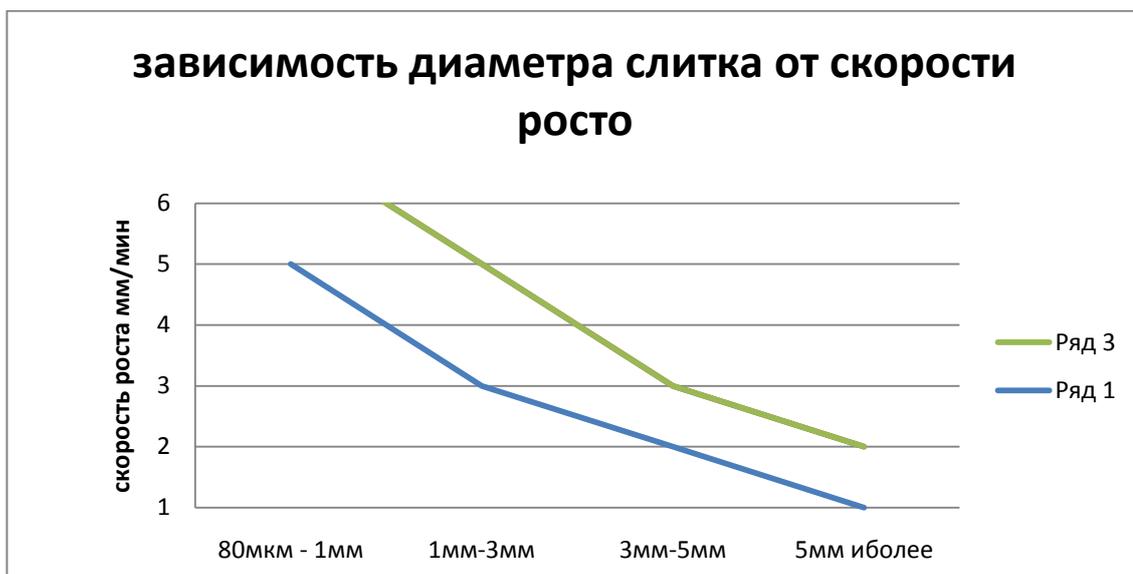


Рис. 3.7. Зависимость диаметра слитка от скорости роста.

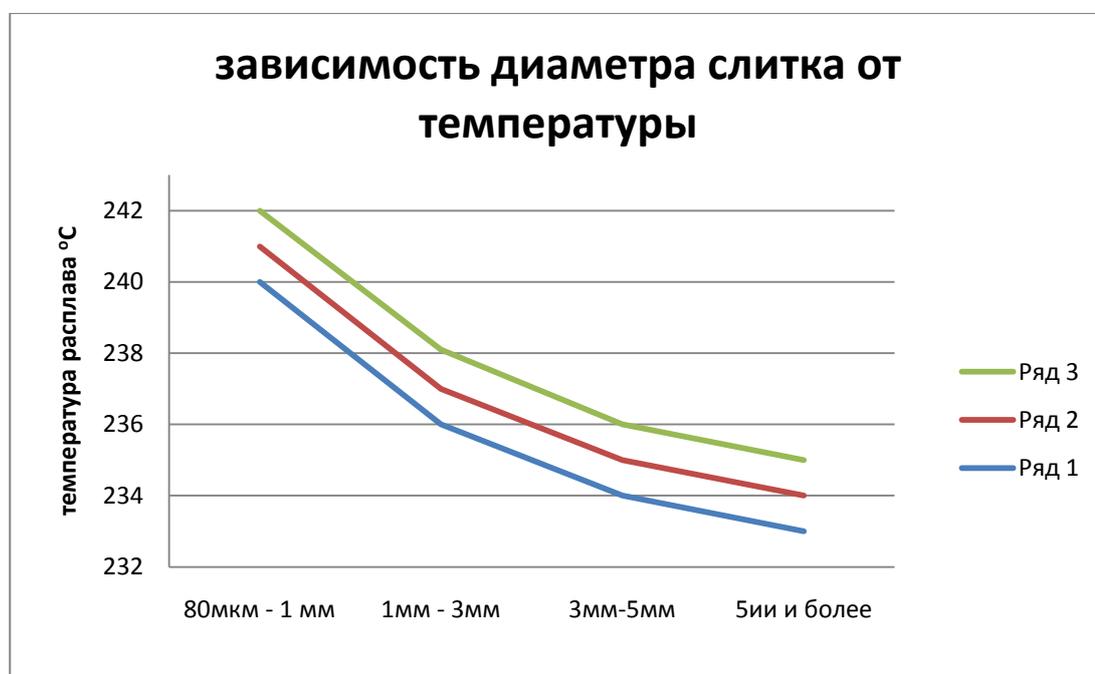


Рис. 3.8. Зависимость диаметра слитка от температуры расплава.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Изучен принцип выращивания монокристаллов методом Чохральского.
2. Создана лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристаллов олова методом Чохральского в не вакуума.
3. Проведено исследования возможности роста кристалла при использовании 2-х видов затравочных кристаллов (оловянный, медный).
4. Воздействие оксидной пленки на рост кристалла.
5. Выращены кристаллы олова лабораторно – экспериментальная установка для выращивания монокристаллов олова методом Чохральского вне вакуума.

БЕЗОПАСНОСТЬ ЖИЗНЕДЕЯТЕЛЬНОСТИ

Производственная санитария

Для получения монокристаллов кремния высокого оптического качества используют в основном метод Чохральского, обеспечивающий максимальный контроль за процессом роста выращиваемых монокристаллов. В этом случае нет прямого контакта кристалла с контейнером, но материал последнего все же загрязняет кристалл. При использовании инертной атмосферы и технологических приемов можно свести этот процесс к минимуму [21 – 23].

При эксплуатации установки для выращивания монокристаллического кремния по методу Чохральского температура воздуха в помещении и его относительная влажность должны соответствовать нормам Н 587-75 и быть: температура зимой – $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$; летом – $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$; относительная влажность – не более 80 %.

Питание установки осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В, частоты 50 Гц.

Приведем основные меры защиты для устранения опасности поражения электрическим током.

Надежная изоляция проводов от земли и корпусов электроустановок создает безопасные условия для обслуживающего персонала. Основная характеристика изоляции - сопротивление. Во время работы электроустановок состояние электрической изоляции ухудшается вследствие нагрева, механических повреждений, влияния климатических условий и окружающей производственной среды. Согласно ПУЭ сопротивление изоляции в электроустановках напряжением до 1000 В должно быть не менее 0,5 МОм. Сопротивление изоляции необходимо регулярно контролировать. Для периодического контроля изоляции применяется мегомметр, для постоянного контроля - специальные приборы контроля изоляции (ПКИ).

Для обеспечения недоступности токоведущих частей оборудования и электрических сетей применяют сплошные и сетчатые ограждения. Сплошные конструкции ограждений (кожухи, крышки, шкафы, закрытые панели и т.п.), а также сетчатые конструкции применяют в электроустановках и сетях напряжением как до 1000 В, так и свыше 1000 В. Блокировку применяют в электроустановках напряжением свыше 250 В, в которых часто производят работы на ограждаемых токоведущих частях. С помощью блокировки автоматически снимается напряжение (отключается питание) с токоведущих частей электроустановок при прикосновении с ним, без предварительного отключения питания.

При обслуживании и ремонте электроустановок и электросетей обязательно использование электробезопасных средств, к которым относятся: изолирующие штанги, изолирующие и электроизмерительные клещи, слесарно-монтажный инструмент с изолирующими рукоятками, диэлектрические перчатки, диэлектрические боты, калоши, коврики, указатели напряжения. С целью предупреждения работающих об опасности поражения электрическим током широко используют сигнализацию, плакаты и знаки безопасности.

Защитное заземление предназначено для устранения опасности поражения электрическим током в случае прикосновения к корпусу и к другим нетоковедущим частям электроустановок, оказавшимся под напряжением вследствие замыкания на корпус и по другим причинам. При этом все металлические нетоковедущие части электроустановок соединяются с землей с помощью заземляющих проводников и заземлителя.

Защитное заземление применяют в сетях напряжением до 1000 В с изолированной нейтралью и в сетях напряжением свыше 1000 В как с изолированной, так и с заземленной нейтралью.

С помощью защитного заземления уменьшается напряжение на корпусе относительно земли до безопасного значения, следовательно, уменьшается и сила тока, протекающего через тело человека. Напряжение, приложенное к телу человека в случае прикосновения к оборудованию,

можно снизить, уменьшая сопротивление заземляющего устройства. Согласно ПУЭ сопротивление заземления в электроустановках до 1000 В не должно превышать 4 Ом.

Защитному заземлению (занулению) подвергают металлические части электроустановок и оборудования, доступные для прикосновения человека и не имеющие других видов защиты, например, корпуса электрических машин, трансформаторов, светильников, каркасы распределительных щитов, металлические трубы и оболочки электропроводок и т.п.

Обязательно заземляют электроустановки, работающие под напряжением 380 В и выше переменного тока и питающиеся от источника постоянного тока с напряжением 440 В и выше. Требования к сопротивлению защитного заземления регламентируются ПУЭ.

Электробезопасность при работе электродвигателя

Если работа на электродвигателе или приводимом им в движение механизме связана с прикосновением к токоведущим и вращающимся частям, электродвигатель отключается с выполнением предусмотренных Правилами технических мероприятий, предотвращающих его ошибочное включение. Работа, не связанная с прикосновением к токоведущим или вращающимся частям электродвигателя и приводимого им в движение механизма, может производиться на работающем электродвигателе. Вращающиеся части работающих электродвигателя и соответствующего механизма ограждаются.

Травление. При осуществлении травления поверхности полученных слитков используется смесь плавиковой, азотной и уксусной кислот или раствор щелочей натрия. Рассмотрим опасные и вредные факторы, воздействующие на человека в данном случае, на примере уксусной кислоты.

Кислота уксусная CH_3COOH , мол. масса 60,05. Свойства. Прозрачная, бесцветная, легковоспламеняющаяся жидкость (ЛВЖ) с резким запахом. Смешивается в любых соотношениях с водой, спиртом, эфиром.

Наибольшую концентрацию (почти 100%) имеет так называемая ледяная уксусная кислота. Плотность ее 1,049 г/куб.см, температура плавления 16,3-16,7°C, температура кипения 118,1°C. В продажу поступает пищевая уксусная кислота в виде 80%-ного раствора - так называемая уксусная эссенция, а также в виде 9%-ного водного раствора - уксус. Уксусная кислота пожароопасна. Температура вспышки паров 38°C, температура воспламенения 65° С, самовоспламенения 454°C. Область воспламенения (по объему): нижний предел 3,3%, верхний 22%. Температурные пределы взрываемости насыщенных паров в воздухе: нижний 35°C, верхний 76°C (данные для ледяной уксусной кислоты). *Хранение.* В стеклянной закрытой таре. Ледяную уксусную кислоту следует хранить выше температуры замерзания (т.е. выше 16°C), так как в противном случае сосуд может лопнуть (уксусная кислота при замерзании расширяется). Срок хранения 1 год.

Действие на организм. Уксусная кислота относится к 3-му классу опасности. ПДК 5 мг/куб.м. При превышении ПДК пары уксусной кислоты действуют на слизистую оболочку верхних дыхательных путей. Многократное вдыхание паров даже разбавленной кислоты может вызвать хронический бронхит. Кислота вызывает также ожоги кожи. Для глаз опасны растворы уксусной кислоты начиная с 2%-ной.

Правила безопасности и первая помощь. Работы с уксусной кислотой следует проводить вдали от огня. При загорании для тушения необходимо применять химические пены, пар, угольную кислоту. Во время работы с уксусной кислотой использовать СИЗ (защитные очки, резиновые перчатки, респиратор, фартук, халат). Первая помощь при ожогах - обильное промывание водой

Меры защиты:

1. Все работы проводятся в спецодежде (халатах);
2. Токсичные жидкости хранят в местах, исключая случайный доступ. Посуда, содержащая эти жидкости, имеет предупреждающую маркировку;

3. Необходимо применение средств индивидуальной защиты: респиратор "Лепесток", резиновые перчатки, защитные очки из оргстекла (особенно при резке и обработке кристаллов);

4. При попадании пыли внутрь обеспечить пострадавшему свежий воздух, провести промывание желудка 2 % - ным раствором соды, дать пострадавшему успокоительное.

Категорирование помещений. Согласно ОНТП 24-86 помещения рассматриваемого в данной работе участка относятся к следующим категориям по пожаровзрывоопасности:

- отделение роста, механическое отделение – категория "Г";
- отделение контроля и упаковки – категория "В" (пожароопасная);
- остальные помещения участка – категория "Д".

По классу взрывоопасности помещение отделения контроля и упаковки относится к классу В-1б. К этому классу относятся помещения, в которых возникновение взрывоопасных смесей ЛВЖ с воздухом возможно лишь в аварийных ситуациях. ЛВЖ имеются в небольших количествах, недостаточных для создания общей взрывоопасной концентрации, и работа с ними проводится без применения открытого огня.

Электробезопасность. По опасности поражения людей электрическим током помещение относится к помещениям без повышенной опасности 1 класса (помещение сухое, влажность 75%, температура 18-23⁰С, нет электропроводящей пыли). В помещениях класса В-1б допускается установка электрических машин в защищенном и брызгозащитном исполнении, электрических светильников и других приборов в закрытом исполнении.

Меры безопасности при работе с ростовой установкой. В производстве применяется ростовая установка с индукционным нагревом и питанием от сети 380 В (50 Гц) а также блоком управления, позволяющим задавать мощность генератора, скорости вытягивания и вращения кристалла. Во избежание несчастных случаев при поражении электрическим током, установки заземлены и занулены, внутренние провода имеют изоляцию. Перед началом работы проверяется надежность изоляции. Вблизи рабочих

мест имеются средства пожаротушения (огнетушители ОУ-5, асбестовое полотно).

Меры безопасности при работе с печью. Питание печи осуществляется от сети 220 В (50 Гц). Все токопроводящие детали защищены от случайного прикосновения ограждениями и снимать их разрешается только при проведении ремонтных работ. Во избежание поражения электрическим током корпус заземлен и занулен. Стены сооружаемых нагревательных печей и горнов для уменьшения тепловыделения имеют тепловую изоляцию, обеспечивающую температуру наружных поверхностей не выше 35°C.

Устройство и эксплуатация электрических индукционных печей и печей сопротивления должны соответствовать требованиям «Правил технической эксплуатации и безопасности обслуживания электроустановок промышленных предприятий». В индукционных печах с водяным охлаждением температура отводимой воды должна быть не выше 50° С. Во избежание выхода воды под опасным для обслуживающего персонала потенциалом предусмотрены устройства, понижающие потенциал.

Освещение. В помещении участка используется искусственное освещение. На рабочих местах предусмотрено местное освещение.

Вентиляция. Вентиляция - естественная и приточно-вытяжная. Имеется один вытяжной шкаф.

Отопление. Имеется центральное водяное отопление, обеспечивающее в холодное время года температуру 17 – 22 °С.

Режим личной безопасности. Применение спецодежды (халаты). При выполнении работ, требующих СИЗ, используются: респиратор типа "Лепесток", резиновые перчатки, защитные очки из оргстекла. Для защиты глаз от светового излучения расплава необходимо следить за целостностью светофильтров на смотровом окне ростовой камеры, в тоже время, можно использовать специальные приспособления.

Пожарная безопасность

В целях пожарной безопасности имеются огнетушители ОП-5 и ОУ-5, асбестовые покрывала, пожарный водопровод. Средства оповещения служат пожарная сигнализация и телефон.

Технологические проемы в стенах и перекрытиях защищены огнепреграждающими устройствами. Во взрывопожароопасных участках и помещениях применяется только инструмент, изготовленный из безыскровых материалов или в соответствующем взрывобезопасном исполнении. Подача ЛВЖ к рабочим местам осуществляется централизованно. Допускается небольшое количество ЛВЖ доставлять к рабочему месту в специальной безопасной таре.

Не допускается совместное хранение веществ, химическое взаимодействие которых может вызвать пожар или взрыв. Хранение в лабораториях веществ и материалов производится строго по ассортименту. Лабораторная мебель и оборудование устанавливаются так, чтобы они не препятствовали эвакуации людей. Ширина минимально допустимых проходов между оборудованием должна быть не менее 1 м. Рабочие поверхности столов, стеллажей, вытяжных шкафов, предназначенные для работы с пожаро-, взрывоопасными жидкостями и веществами, имеют несгораемое покрытие. Для работы с кислотами, щелочами и другими химически активными веществами столы и шкафы выполнены из материалов стойких к их воздействию, с устройством бортиков из негорючего материала (для предотвращения пролива жидкости за пределы шкафа, стола).

В рабочих помещениях ЛВЖ и вредные летучие вещества хранятся в закрытых сосудах.

Применяемые средства пожаротушения определены в соответствии с ГОСТ 12.1.044-84 «Пожарная безопасность». В частности, определены: виды средств пожаротушения, допустимые и недопустимые для применения на пожаре; виды, количество, размещение и содержание первичных средств пожаротушения (огнетушители, асбестовые полотна, ящики с флюсом или

песком, емкости с огнетушащими порошками и т. п.); источники и средства подачи воды при пожаротушении; максимально допустимый запас специальных средств пожаротушения; необходимая скорость наращивания подачи средств пожаротушения и т.п.

Противопожарная защита обеспечена: максимально возможным применением негорючих и трудногорючих веществ и материалов вместо пожароопасных; ограничением количества горючих веществ и их размещения; изоляцией горючей среды; предотвращением распространения пожара за пределы очага; применением средств пожаротушения; применением конструкции объектов с регламентированными пределами огнестойкости и горючести; эвакуацией людей; системами противодымной защиты; применением средств пожарной сигнализации и средств извещения о пожаре; организацией пожарной охраны объектов.

ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

- I. Техничко-экономическое обоснование проекта.
- II. Определить объём инвестиции:
 - Стоимость основных фондов;
 - Объём инвестиции на покупку материально-производственных запасов;
 - Объём инвестиции на покупку малоценного инвентаря и контрольно-измерительных приборов;
 - Расчёт заработной платы производственных рабочих.
- III. Определить экономическую эффективность, годовой доход.
- IV. Определить срок окупаемости инвестиции
 1. Техничко-экономические обоснования проекта
 - Цель, сущность и задачи проекта и его актуальность.
 - Экономическая эффективность проекта.
 2. Определить объём инвестиции.

Нижеследующим таблицам дано приведенных затрат на ВКР.

Объём инвестиции на покупку материально-производственных запасов.

№	Наименование материалов	Количество	Цена материала за единицы	НДС	Стоимость материала с учетом НДС
1	Регулятор скорости	1	25 000	5 000	30 000
2	Держатель затравочного кристалла	1	20 000	4 000	24 000
3	Двигатель	2	30 000	6 000	36 000
4	Корпус	1	20 000	4 000	24 000
5	Олово	-	15 000	3 000	18 000
6	Печь	1	10 000	2 000	12 000
	Итого:				144 000

Объём инвестиции на покупку малоценного инвентаря и контрольно-измерительных приборов

№	Наименование материалов	Количество	Цена материала за единицы	НДС	Стоимость материала с учетом НДС
1	Термопара с терма датчиком	1	60 000	12 000	72 000
2	Мультиметр	1	10 000	2 000	12 000
	Итого:				84 000

Стоимость основных фондов

№	Наименование основных фондов	Количество	Стоимость основных фондов
1	Лаборатория	-	125 000
2	Оборудование	-	84 000
3			
	Итого		209 000

Амортизационные отчисления составляют 20% от стоимости основных фондов

$$A \text{ отчисл.} = 20 \% * ОФ.$$

$$A \text{ отчисл.} = 0,2 * 209 000 / 12$$

$$A \text{ отчисл.} = 3483,3 \text{ сум.}$$

Затраты на текущий ремонт и техническое обслуживание 12 % от стоимости основных фондов

$$P_T = 12 \% ОФ.$$

$$P_T = 0,12 * 209 000 / 12$$

$$P_T = 2 090 \text{ сум.}$$

Расчёт заработной платы производственных рабочих.

Наименование операций	Должность	Количество дней	Средняя однодневная плата	Стоимость сделанной работы
Выбор темы на разработку	СНС	1	15 000	15 000
Изучение и анализ литератур по выбранной теме	МНС	2	7 050	14 100
Разработка интерфейса программы	МНС	2	7 050	14 100
Занесение плана лекций	МНС	3	7 050	21 150
Отладка программы	МНС	1	7 050	7 050
Тестирование комплекса программ	МНС	2	7 050	14 100
Выявление ошибок	МНС	2	7 050	14 100
Исправление ошибок	МНС	2	7 050	14 100
Экономическая часть	МНС	2	7 050	14 100
	СНС	1	15 000	15 000
Охрана труда	МНС	2	7 050	14 100
	СНС	1	15 000	15 000
Разработка пояснительной записки	МНС	1	7 050	7 050

Рецензирование	СНС	1	15 000	15 000
Оформление и защита дипломного проекта	МНС	1	7 050	7 050
Итого		24		201 000

Основная заработная плата определяется как сумма оплаты труда всех рабочих и премии в размере 40 %.

$$З.осн = СОР * 0,4 + СОР$$

$$З.осн = 201\ 000 * 1,4$$

$$З.осн = 281\ 400 \text{ сум}$$

Дополнительной заработной платы производственных рабочих берётся 10 % от основной заработной платы.

$$Зд = КД * Зосн$$

$$Зд = 0,1 * 281\ 400$$

$$Зд = 28\ 140 \text{ сум}$$

Фонд оплаты труда определяется как сумма основной и дополнительной заработной платы

$$ФОТ = З.осн. + Зд$$

$$ФОТ = 281\ 400 + 28\ 140$$

$$ФОТ = 309\ 540$$

Затраты на социальное страхование рассчитывается 25 % от ФОТ

$$ОФСС = 25 \% * ФОТ$$

$$ОФСС = 0,25 * 309\ 540$$

$$ОФСС = 77\ 385$$

Транспортные расходы рассчитываются 20 % от Основных затрат

$$PTR = 0,2 * 281\,400$$

$$PTR = 56\,280 \text{ сум}$$

Расход пара на производственные нужды

Длина – 5

Ширина – 6

$V = \text{длина} * \text{ширина}$

$$V = 30 * 663,05 = 19891,5 \text{ сум}$$

Расходы на электроэнергию определяются по формуле

$$W = N * T * S$$

N – Установленная мощность, кВт;

T – время работы;

S – стоимость электроэнергии за 1 кВт.

$$W = 1 * 144 * 112,20$$

$$W = 16\,156,8 \text{ сум}$$

Объём инвестиций определяется по формуле

$$K = \text{МПЗ} + \text{ФОТ} + \text{АОФ} + \Sigma P$$

$$K = 144\,000 + 309\,540 + 3\,483,3 + 135\,755 = 592\,778,3 \text{ сум}$$

Смета затрат на проведение разработки.

№	Наименование статей затрат	Сумма
1	Стоимость выполненных работ	573 147, 1
2	Затраты на производство	440 882, 4
3	Производственная себестоимость	409 982, 4
4	Расходы периода	30 954
5	Материальные затраты	180 048
6	сырьё	144 000
7	Электроэнергия + отопление	36 048, 3
8	ФОТ	309 540
9	Социальное страхование	77 385
10	Амортизация	3 483, 3
11	Прочие затраты 1	19 520
12	Основная заработная плата	201 000

Расчёт экономической эффективности выполненных работ.

№	Наименование показателей	Единица измерения	Сумма	Примечание
1	Стоимость выполненных работ	сум	573 147,1	Таблица
2	Затраты на производство	сум	440 882, 4	Таблица
3	Инвестиции	сум	592 778, 3	Формула
4	Экономическая эффективность	сум	132 264	Формула
5	Срок окупаемости	Ой	4, 4	Формула
6	Рентабельность	%	22,3 %	Формула

Экономическую эффективность определим по формуле

$$\mathcal{E} = (C1 - C2) * Q$$

$$\mathcal{E} = 132\,264 \text{ сум}$$

C1 и C2 – себестоимость до и после

$$C1 = C2 * 1,3$$

Q – объём производства.

Рентабельность определяется по формуле

$$R = \mathcal{E} * 100 \% / K$$

$$R = 132\,264 / 100 / 592\,778,3$$

$$R = 22,3 \%$$

Определяем срок окупаемости

$$T_{ок} = K / \mathcal{E}$$

\mathcal{E} – экономическая эффективность;

K – капитал.

$$T = 592\,778,3 / 132\,264 = 4,4$$

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мюллер Г. «Выращивание кристаллов из расплава» М.: «МИР», 1991.
2. Петров Т. Г., Е. Б. Трейвус «Выращивание кристаллов из растворов», Л.: Недра, 1983.
3. Вильке К.Т. Выращивание кристаллов. Л.: Недра. 1977, 597 с.
4. Козлова О.Г. «Рост и морфология кристаллов», М.: МГУ 1972.
5. Лодиз Р., Р.Паркер. «Рост монокристаллов», М.: «МИР», 1974.
6. Хонигман Б. «Рост и форма кристаллов», М.: Иностранная литература, 1961.
7. Технология СБИС под редакцией С.ЗИ.,МОСКВА”МИР”1986
8. http://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9C%D0%B5%D1%82%D0%BE%D0%B4_%D0%A7%D0%BE%D1%85%D1%80%D0%B0%D0%BB%D1%8C%D1%81%D0%BA%D0%BE%D0%B3%D0%BE.html
9. <http://dic.academic.ru/dic.nsf/stroitel/6039.html>
- 10.Оборудование полупроводникового производства Блинов, Кожитов, ”МАШИНОСТРОЕНИЕ”1986
- 11.Чернов А.А. и др. “Современная кристаллография”, Москва 1980
12. Солнцев Ю.П., Пряхин Е. И., Войткун Ф. Материаловедение.- М.: МИСиС. 1999
13. Таиров Ю. М., Цветков В. Ф. Технология полупроводниковых и диэлектрических материалов. Учебник для вузов. 3 изд. / Изд-во «Лань». СПб., 2003.
14. Крапухин В. В., Соколов И. А., Кузнецов Г. Д. Технология материалов электронной техники / МИСИС. М., 1995.
- 15.Хонигман Б. «Рост и форма кристаллов», М.: Иностранная литература, 1961.
- 16.<http://www.ngpedia.ru/id435136p1.html>
17. Справочник по электротехническим материалам: В 3 т. Т. 3 / Под ред. Ю. В. Корицкого, В. В. Пасынкова, Б. М. Тареева. Л.: Энергоатомиздат, 1988.

18. Технология и автоматизация производства материалов и изделий электронной техники: Учеб. пособие / Б. Л. Антипов, Н. А. Смирнова, Е. Л. Солодовникова, В. С. Сорокин; СПбГЭТУ. СПб., 1992.
19. Нашельский А. Я. Технология полупроводниковых материалов. М.: Металлургия, 1981.
20. Мильвидский М. Г. Полупроводниковые материалы в современной электронике. М.: Наука, 1986.
21. Носов В.Б. Безопасность труда/Под ред. В.В. Амбарцумяна. – М.: Машиностроение, 2004. – 144с.
22. Безопасность жизнедеятельности: Учебн. /Под ред. С. В. Белова. – М.: Высшая школа, 2009. – 448 с.
23. Долин П.А. Основы техники безопасности в электроустановках. 2 - ое издание. М.: Энергоиздат, 1984.