

Andrzej KIDAWA

URZĄDZENIE DO HODOWLI MONOKRYSTAŁÓW METODAMI  
CZOCHRALSKIEGO I SCHOLZA

**Streszczenie.** W pracy przedstawiono uniwersalne urządzenie do hodowli monokrystałów półprzewodników metodami Czochralskiego i Scholza. Urządzenie może być stosowane do otrzymywania monokrystalicznych półprzewodników, których temperatura topnienia nie przekracza  $600^{\circ}\text{C}$ . Podano schemat urządzenia, sposób działania oraz ważniejsze parametry techniczne.

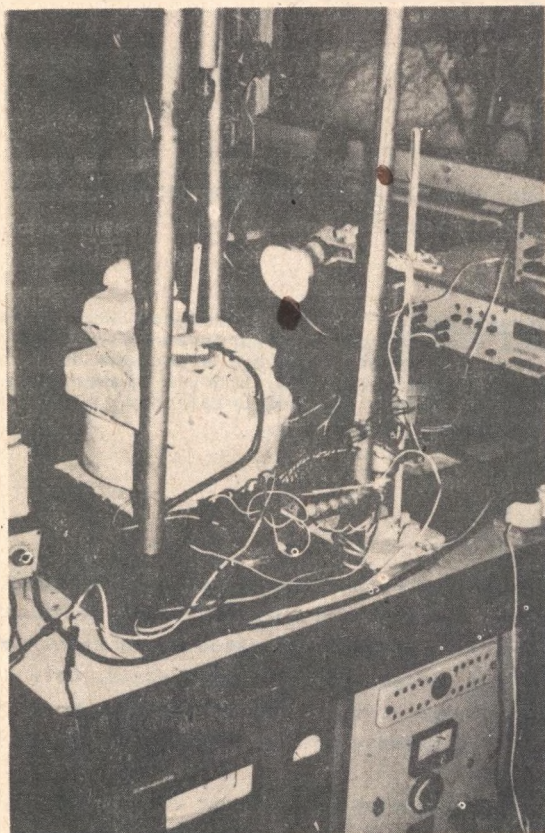
1. Wstęp

Rozwój mikroelektroniki tworzy popyt na coraz to nowsze materiały półprzewodnikowe. Aby sprostać zapotrzebowaniu konieczne są badania zmierzające do opanowania optymalnych metod wytwarzania nowych materiałów. W tym celu buduje się różnego rodzaju urządzenia. Dotychczasowe wyniki, uzyskiwane w dziedzinie otrzymywania przydatnych w zastosowaniach półprzewodników, preferują głównie metody hodowli technikami Czochralskiego i Scholza [1, 2].

W tej pracy przedstawiono schemat i możliwości pieca hodowlanego, który zbudowano głównie dla hodowli monokrystałów  $\text{SbSj}$ . Stosując niżej opisane urządzenie można również wytwarzać monokrystały związków, które topią się kongruentnie w temperaturach nie przekraczających  $600^{\circ}\text{C}$ .

2. Budowa urządzenia

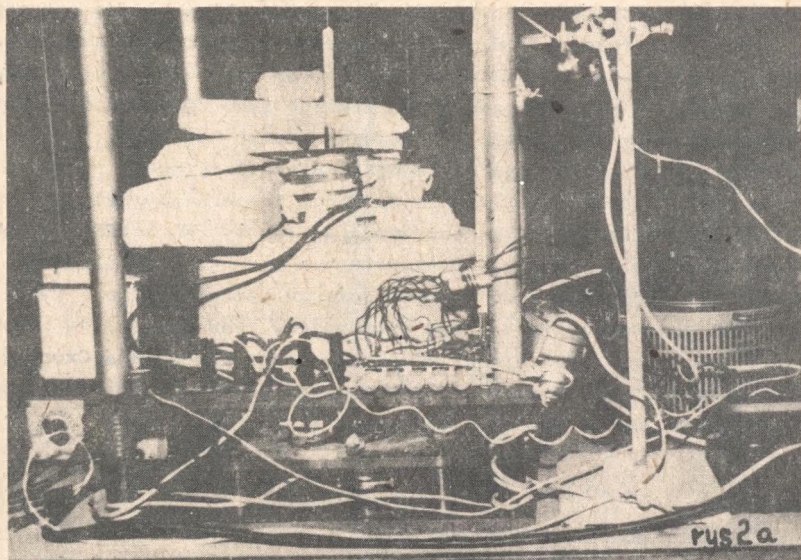
Zewnętrzny wygląd urządzenia pokazują rysunki 1, 2a, 2b. Składa się ono z pieca hodowlanego zanurzonego częściowo w ceramicznej osłonie (w centralnej części rys. 1), dwóch obwodów zasilania spiral grzejnych, układu pomiaru temperatury oraz układów obracania tygla i wyciągania zarodka. Najważniejszą część stanowi piec hodowlany umożliwiający bezpośrednią obserwację procesu krystalizacji. Część pieca, w której umieszcza się ampulę, jest pozbawiona ceramicznej osłony. Jak widać z rys. 2a, b, uzwojenie nawinięto na rurę kwarcową o średnicy 6 cm. Umieszczając materiał hodowlany w przezroczystych ampułach (pyrex lub kwarc) i stosując oświetlenie lampą (widoczną na rys. 1) można bez trudu obserwować procesy zachodzące w ampule w czasie krystalizacji. Fakt ten jest rzadko stosowanym udogodnieniem, zwłaszcza przy hodowli kryształów z fazy gazowej [1].



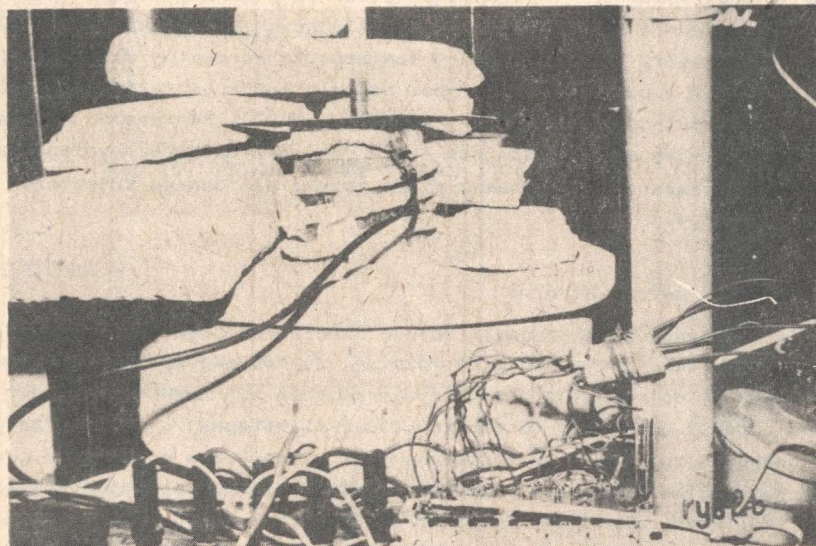
Rys.1. Uniwersalne urządzenie do hodowli monokryształów metodami Czochralskiego i Scholza

Schemat budowy pieca hodowlanego przedstawia rys. 3. Piec składa się z umieszczonej w osłonie ceramicznej (o) rury kwarcowej, na której nawinięto uzwojenie (p1) tak, że pozwala ono na wytworzenie pionowego gradientu temperatury. Wewnątrz rury kwarcowej umieszczono koncentrycznie rurę ceramiczną, na której nawinięto uzwojenie (p2). Uzwojenie (p1) zasilane jest ze stabilizatora napięcia sieci typu ES 531 poprzez autotransformator typu TaR 2,5, którego prąd wyjściowy zasilający p1 kontrolowany jest amperomierzem. Uzwojenie p2 połączono poprzez autotransformator typu TaR 2,5 o kontrolowanym amperomierzem natężeniu prądu wyjścia z zasilaczem stabilizowanym typu TS-0A. Zasilacz stabilizowany TS-0A otrzymuje informację o temperaturze wewnątrz pieca z termopary T3. Ampułę wewnątrz pieca osadza się w metalowej rurce (u) przechodzącej przez wewnętrzny grzejnik i obracanej silnikiem. Silnik poruszający uchwyt (u) z ampułą (rys. 2a, dolna część zdjęcia) pozwala na skokową regulację szybkości obrotów: 33,





Rys. 2a. Zewnętrzny wygląd pieca hodowlanego



Rys. 2b. Część pieca umożliwiającą obserwację rosnących kryształów



45 i 78 obr/min. W piecu umieszczonych jest sześć termopar NiCr-NiAl (produkcji NRD) - rys. 3: T1, T2, T3, T4 (termopary T3 i T4 są termoparami podwójnymi - dwie termopary w jednym płaszczu). Połączone są one poprzez przełącznik klawiszowy widoczny na rys. 2a (na tle osłony ceramicznej w centrum rysunku) z woltomierzem prądu stałego typu DC-G1206,010. Pomiar temperatury dokonywany jest przez jednoczesny odczyt napięcia z termopary i temperatury złącza będącego na zewnątrz pieca (termometr rtęciowy widoczny na rys. 2) [3]. Do przeliczenia wartości temperatury wskazywanej przez termoparę służy wzór i tabelka podane w [4] (Normy PRL i NRD są zgodne). Dodatkowo dla ciągłej kontroli temperatury w strefie krystalizacji jedną z termopar T3 podłączono do miliwoltomierza samopiszącego typu H 39. Ponad piecem zamocowany jest układ wyciągający, pozwalający na wysuwanie rosnącego kryształu ze stopionej masy przy pracy w systemie Czochralskiego z prędkościami od 0,6 mm do 360 mm w ciągu godziny. Końcówka uchwytu układu widoczna jest w górnej części rys. 1.

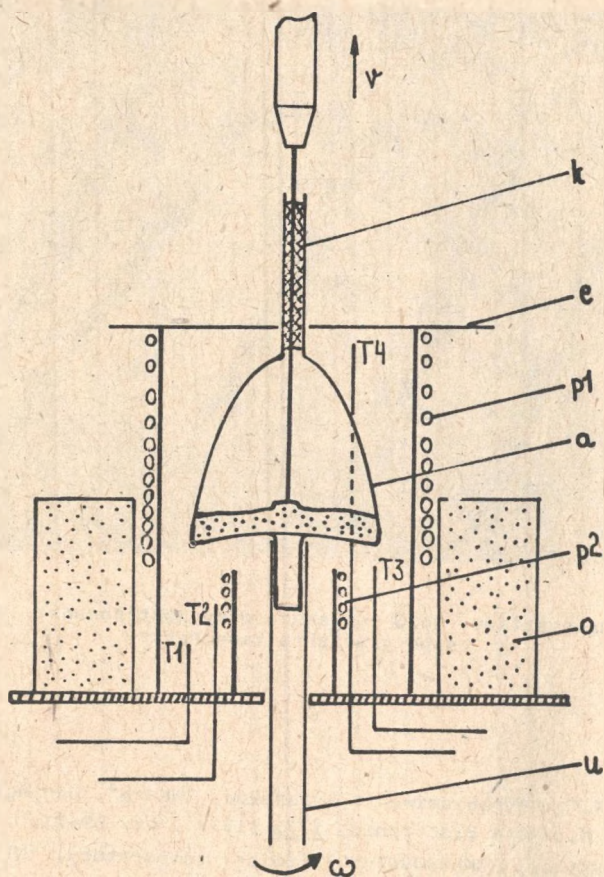
### 3. Możliwości wykorzystania pieca

#### 3.1. Hodowla metodą Czochralskiego

W celu przeprowadzenia hodowli kryształów metodą Czochralskiego stosuje się ampuły o kształcie przedstawionym na rys. 3. Kryształy mogą być wyciągane na drucie wolframowym lub na zarodku przyklejonym do drutu wolframowego. Drut mocuje się w uchwycie widocznym w górnej części rys. 1. Poprzez odpowiednią regulację prądów zasilających grzejniki p1 i p2 można stworzyć wewnątrz ampuły gradient temperatury korzystny dla hodowli monokryształów. W ampułach możliwa jest hodowla monokryształów substancji o dużej prężności par nad stopioną masą (np. Sb<sub>2</sub>S<sub>3</sub>). Wystarczy wówczas uszczelnić szyjkę ampuły kaolinem (k) - rys. 3. Szybkość wyciągania drutu i gradient temperatury wewnątrz pieca trzeba dla danego kryształu dobrze doświadczać.

#### 3.2. Hodowla metodą Scholza

Dla przeprowadzenia hodowli metodą Scholza stosuje się podobne ampuły jak w poprzednim przypadku z tą różnicą, że dno ampuły posiada w centrum wybrzuszenie do wewnątrz, na którym umieszcza się zarodek. Ponadto ampułę można zatopić ewakuując do ciśnienia próżni wstępnej w atmosferze gazu obojętnego. W tej metodzie konieczne jest periodyczne odwracanie gradientu temperatury, zmieniając odpowiednie prądy zasilania spiral grzejników p1 i p2 [2]. Można dodatkowo chłodzić periodycznie zarodek poprzez wdmuchiwanie od dołu ampuły przez rurę pieca p2 chłodnego powietrza. Dla znalezienia optymalnych warunków hodowli konieczne jest przeprowadzenie kilkunastu prób.



Rys. 3. Schemat budowy pieca hodowlanego

#### 4. Podsumowanie

Przedstawione urządzenie jest bardzo użyteczne przy hodowli kryształów z fazy gazowej i stopionej masy. Podstawową zaletą urządzenia jest możliwość bezpośredniej obserwacji procesu wzrostu kryształów. W opisanym piecu udało się między innymi wyhodować monokryształki  $Sb_2S_3$  przedstawione na rys. 4.

Piec można w prosty sposób przystosować do hodowli metodą Bridgmana, umieszczając wewnątrz  $p_2$  i  $p_1$  koncentrycznie ekran w postaci rurki metalowej. Ampuły mogą być przeciągane w górę lub w dół wewnątrz rurki, w której bez trudu można wytworzyć za pomocą  $p_2$  i  $p_1$  odpowiedni gradient temperatury. Urządzenie charakteryzuje się prostą budową, a jednocześnie pozwala na uniwersalne zastosowania.





Rys. 4. Monokryształy SbSI uzyskane przy zastosowaniu metody odwracalnego gradientu temperatury

#### LITERATURA

- [1] WILKE K.T.: Wyraszcziwanie kryształów. "Nedra", Leningrad 1977.
- [2] SCHOLZ H.: Acta Electronica 17/1 (1974), ss. 69-73.
- [3] MICHALSKI L., ECKERSDORF K.: Pomiarы temperatury. "NT", Warszawa 1969.
- [4] Polska Norma "Termometry elektryczne" PN-75, M-53854.

#### УНИВЕРСАЛЬНОЕ УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ПОЛУПРОВОДНИКОВ МЕТОДАМИ ЧОХРАЛЬСКОГО И ШОЛЬЦА

#### Резюме

В работе представлено универсальное устройство для выращивания монокристаллов полупроводников методами Чохральского и Шольца. Устройство может быть применено для выращивания монокристаллических полупроводников которых температура плавления не превышает  $600^{\circ}\text{C}$ . Представлено схему устройства, принцип действия и некоторые существенные технические параметры.

AN INSTALLATION FOR CRYSTAL GROWTH BY THE  
CZOCHRALSKI AND SCHOLZ METHODS

S u m m a r y

The paper presents a description of a general-purpose installation used for crystal growth by the methods of Czochralski and Scholz. This installation can be used to obtain monocrystals of semiconductors which have melting temperatures not exceeding  $600^{\circ}\text{C}$ . The diagram, principle of operation and some technical parameters of the installation are also presented.

Wpłynęło do Redakcji 22.II.1980 r.

Recenzent

Prof. dr hab. Aleksander Opilski