

# Diagnostyka stanu procesu syntezy związku półprzewodnikowego na podstawie pomiarów pośrednich

Marek Orzyłowski  
Wojciech Łobodziński  
Zbigniew Rudolf  
Tomasz Kałużniacki  
Grzegorz Nowicki  
Jan Paweł Sawicki  
Michał Zych\*

Synteza związków półprzewodnikowych jest przeprowadzana w warunkach wysokiej temperatury i ciśnienia. W urządzeniu produkcyjnym nie ma możliwości bezpośredniego pomiaru zmiennych procesu wewnątrz reaktora. Dla zapewnienia bezpieczeństwa pracy zastosowano system autodiagnostyczny, bazujący na modelu odniesienia, opisanym jako przebiegi mierzalnych pośrednich zmiennych procesu.

**The Semiconductor Compounds Synthesis Diagnostics Based on Indirect Measurements.** The synthesis of semiconductor compounds is processed in high temperature and pressure. The direct measurement of process variables inside of the reactor of the production system is unfeasible. For safety of the process the autodiagnosics based on the reference model described as the schedule of the changes of the measurable indirect process variables is applied.

## Wstęp

Związki półprzewodnikowe, takie jak arsenek galu i fosforek indu, są wykorzystywane do wytwarzania elementów półprzewodnikowych nowych generacji. Fosforek indu jest używany do produkcji bardzo szybkich elementów elektronicznych, np. układów scalonych do transmisji danych z szybkością 80 Gbit/s [1]. Niektórzy analitycy prognozują na najbliższą dekadę zapotrzebowanie na produkty z InP wartości miliarda dolarów [2]. Również szacuje się wielki wzrost zapotrzebowania na elementy optoelektroniczne z GaAs [3].

Proces wytwarzania wspomnianych związków polega na ich syntezie w fazie ciekłej, a następnie krystalizacji w postaci polikryształów, która następuje w wyniku kontrolowanego kierunkowego obniżania temperatury roztopionego związku. Uzyskane w ten sposób polikryształy są materiałem, z którego w oddzielnym procesie wytwarza się monokryształy. Te z kolei po pocięciu na płytki stanowią materiał do wytwarzania elementów półprzewodnikowych.

Najbardziej niebezpiecznym procesem w wymienionym łańcuchu operacji jest synteza i polikrysztalizacja, przeprowadzana z użyciem poziomego pieca rurowego umieszczonego w autoklawie. Synteza wymienionych związków przebiega w zaspawanych hermetycznie ampulach kwarcowych, w których panuje tempera-

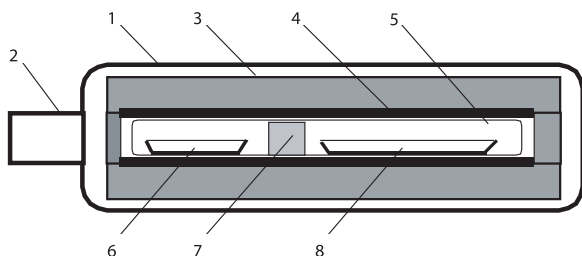
tura 1050 °C do 1250 °C oraz ciśnienie, dochodzące do 3 MPa. Wartość tego ciśnienia jest związana z kondensacją par i zależy wykładniczo od temperatury najchłodniejszej części reaktora. Ponieważ dopuszczalna różnica ciśnienia wewnątrz i na zewnątrz tych reaktorów nie przekracza 0,2 MPa, stosuje się równoważenie ciśnienia wewnętrznego z użyciem regulowanego ciśnienia argonu w autoklawie. Ze względów technicznych w urządzeniu produkcyjnym nie ma możliwości bezpośredniego pomiaru temperatury i ciśnienia wewnątrz ampuly. Należy podkreślić, że w razie niewystarczającego poziomu zrównoważenia ciśnienia podczas procesu może dojść do implozji lub eksplozji ampuly, a w konsekwencji do zniszczenia pieca. Dodatkowo operacja opróżnienia autoklawu po tego rodzaju awarii jest bardzo kłopotliwa ze względu na osadzenie się w autoklawie i na zniszczonym piecu kilku kilogramów fosforu. W trakcie takiego opróżniania może dojść do pożaru, skażenia środowiska oraz zarcucia i poparzenia obsługi.

Artykuł dotyczy problemu zapewnienia bezpieczeństwa przebiegu procesu syntezy i polikrysztalizacji poprzez diagnostykę stanu tego procesu, przedstawioną na przykładzie wytwarzania fosforku indu. Zagadnienia związane z wykrywaniem ewentualnego rozszczelnienia się ampuly są omówione w [4].

\* Dr hab. inż. Marek Orzyłowski prof. PIE, mgr inż. Wojciech Łobodziński, mgr inż. Zbigniew Rudolf, mgr inż. Tomasz Kałużniacki, mgr inż. Grzegorz Nowicki, mgr inż. Jan Paweł Sawicki, Michał Zych – Przemysłowy Instytut Elektroniki, Warszawa

## Budowa urządzenia i przebieg procesu technologicznego

Przemysłowy Instytut Elektroniki w Warszawie we współpracy z Instytutem Technologii Materiałów Elektronicznych opracował i wdrożył urządzenie do syntezy i polikrystalizacji InP na skalę przemysłową. Urządzenie do syntezy i polikrystalizacji InP metodą poziomego wędrującego gradientu (HGF – *Horizontal Gradient Freeze*) jest schematycznie przedstawione na rys. 1.



**Rys. 1.** Urządzenie do syntezy i polikrystalizacji fosforu indu: 1 - komora ciśnieniowa, 2 - przedsionek załadowczy, 3 - izolacja pieca rurowego, 4 - wielosekcyjny grzejnik, 5 - reaktor w postaci zamkniętej ampuly kwarcowej, 6 - łożka z fosforem, 7 - przegroda antykonwekcyjna przepuszczająca pary fosforu, 8 - łożka z roztopionym indem

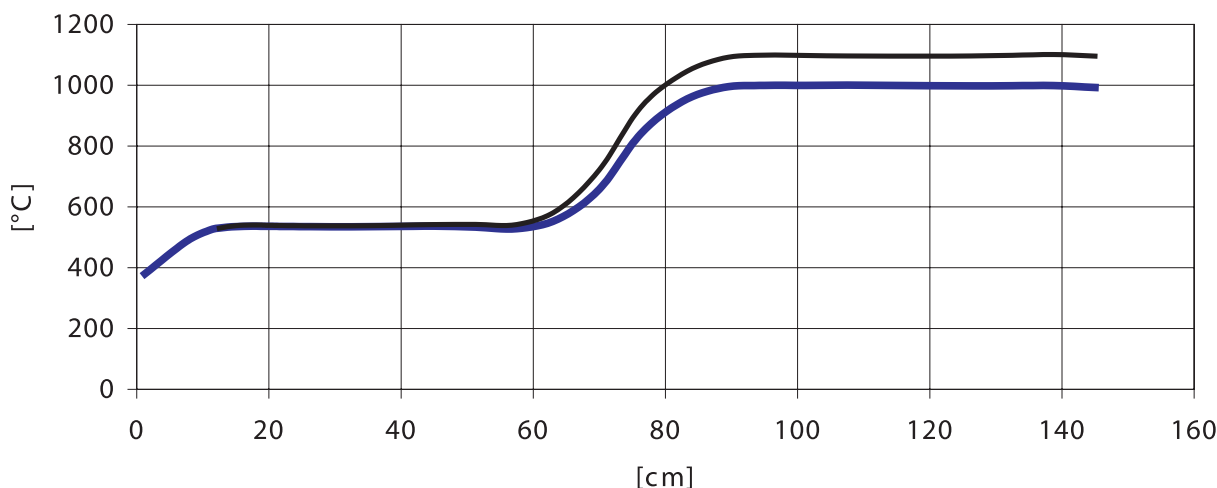
Składa się ono z komory ciśnieniowej, w której umieszczony jest dwustrefowy rurowy poziomy piec o grzaniu oporowym. W piecu znajduje się kwarcowy reaktor w postaci zaspawanej ampuly. Dla uzyskania odpowiedniego kształtowania temperatury wzdłuż osi pieca, grzejnik pieca składa się z wielu sekcji o temperaturze programowanej z komputera nadrzędnego. W strefie o temperaturze ok. 550 °C (rys. 1) jest nagrzewana łożka z fosforem, w wyniku czego reaktor wypełnia się parą fosforu. W drugiej strefie o temperaturze ok. 1100 °C znajduje się łożka z roztopionym indem.

Po uzyskaniu odpowiedniego ciśnienia par fosforu w trakcie etapu syntezy, na skutek wnikania par fos-

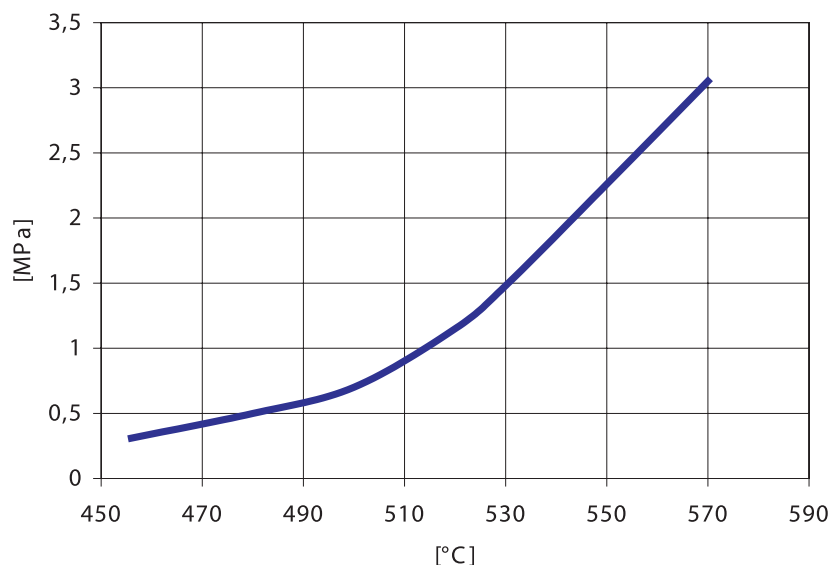
foru, w łożce z roztopionym indem powstaje płynny fosforek indu. Etap polikrystalizacji polega na kierunkowym schładzaniu łożki z fosforem indu. W tym celu należy uformować w tej części pieca gradient temperatury, wędrujący wzdłuż osi pieca. Dokonuje się tego przez odpowiednie sterowanie temperaturą sekcji grzejnych pieca. W trakcie krystalizacji w strefie fosforu powinna być utrzymywana stała temperatura. Początkowy i końcowy rozkład temperatury w reaktorze przedstawia rys. 2. Bardzo istotnym problemem w trakcie omawianego procesu jest odpowiednie nasylenie atmosfery ampuly parami fosforu. Pożądana prężność par fosforu w trakcie syntezy i polikrystalizacji wynosi 2-3 MPa (20-30 atm.).

Dużym utrudnieniem konstrukcji urządzenia oraz sterowania rozkładem temperatury w jego reaktorze jest to, że w warunkach wysokiego ciśnienia przeważa wymiana ciepła za pośrednictwem konwekcji. Właściwości gazu przy ciśnieniu 2-3 MPa przypominają właściwości cieczy. W związku z tym np. szczegóły konstrukcyjne, typu cienkiej częściowej przegrody, mają bardzo istotny wpływ na rozkład temperatury w urządzeniu. W efekcie występujących mechanizmów wymiany ciepła, rozkład temperatury w reaktorze opisywanego urządzenia zasadniczo różni się od rozkładu temperatury grzejnika, otaczającego reaktor. Drugim głównym powodem komplikacji jest to, że pomiar rozkładu temperatury i wartości ciśnienia w reaktorze podczas procesu jest w warunkach produkcyjnych praktycznie niemożliwy ze względu na agresywność fosforu i zakres temperatury i ciśnienia.

Wykres na rys. 3 przedstawia statyczną zależność ciśnienia par fosforu od temperatury tego obszaru. Warto zwrócić uwagę na to, że wzrost ciśnienia w funkcji temperatury jest typu wykładniczego. Świadczy to o tym, że do stabilizacji ciśnienia w ampule na określonym poziomie, konieczna jest bardzo dokładna regulacja i kontrola temperatury w chłodniejszej strefie ampuly, w której znajduje się łożka z fosforem.



**Rys. 2.** Rozkład temperatury w reaktorze przed krystalizacją (linia górna) i po niej (linia dolna)



Rys. 3. Zależność ciśnienia par fosforu od temperatury obszaru kondensacji

Zależność ilustrowana przez rys. 3 odnosi się do stanów statycznych, natomiast zmiany ciśnienia wewnątrz ampule na skutek nagrzewania się dużej ilości fosforu oraz sublimacji i kondensacji jego par są procesem dynamicznym. W rezultacie nie można statycznego związku między temperaturą pieca a ciśnieniem w ampule bezpośrednio odnieść do procesu. W efekcie estymacja wartości ciśnienia musi wiązać się odpowiednim dynamicznym sterowaniem procesem nagrzewania i schładzania ampule z fosforem.

Dodatkowym utrudnieniem opracowania urządzenia jest to, że program technologiczny syntezy i polikrystalizacji wymaga wieloetapowego sterowania rozkładem temperatury reaktora. Rozkład temperatury reaktora w strefie sublimacji fosforu utrzymuje kilkusekcyjny grzejnik rurowy, zaś w strefie syntezy i polikrystalizacji indu – kilkunastosekcyjny grzejnik. Podczas procesu można wyróżnić następujące stadia pracy urządzenia:

- wieloetapowe rozgrzewanie urządzenia ze stabilizacją ciśnienia par fosforu w reaktorze na poziomach pośrednich – dla każdego poziomu ciśnienia trzeba zapewnić odpowiedni rozkład temperatury w strefie sublimacji fosforu
- etap syntezy, który wymaga odpowiedniego ciśnienia par fosforu oraz rozkładu temperatury w strefie syntezy
- wieloetapową zmianę temperatury kilkunastu sekcji grzejnych strefy krystalizacji InP dla uzyskania właściwej wartości gradientu temperatury i odpowiedniej szybkości jego wędrówki wzdłuż reaktora
- wieloetapowe studzenie urządzenia ze stabilizacją ciśnienia par fosforu w reaktorze na poziomach pośrednich – dla każdego poziomu trzeba zapewnić odpowiedni rozkład temperatury w strefie sublimacji fosforu.

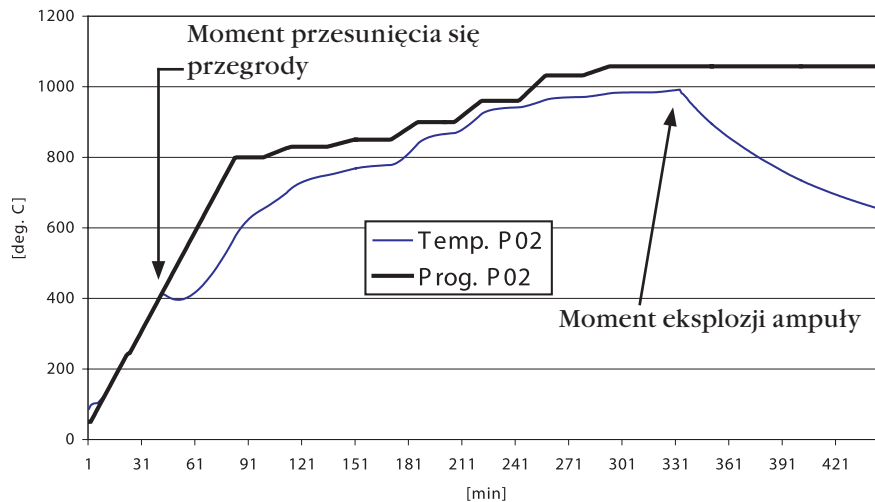
Odpowiednim rozkładom temperatury i wartościom ciśnienia w ampule reaktora dla poszczególnych etapów procesu odpowiadają określone rozkłady temperatury grzejników. Ze względu na niemożność sterowa-

nia bezpośredniego przebiegiem procesu, konieczne stało się pośrednie sterowanie procesem poprzez sterowanie rozkładem temperatury grzejników i ciśnieniem autoklawu. Należy dodać, że w rozważanym urządzeniu mogą wystąpić pewne zmiany w układzie cieplnym. Mogą to być przesunięcia pewnych elementów na skutek dylatacji cieplnych, wykruszenia się izolacji itp. Bardzo ważną sprawą jest też odpowiednia konstrukcja i umieszczenie przegrody antykonwekcyjnej w reaktorze pomiędzy strefą sublimacji fosforu i syntezy fosforu indu (rys. 1).

## System autodiagnostyki przebiegu procesu

Dla zapewnienia bezpieczeństwa pracy urządzenia konieczne było wyposażenie urządzenia w system autodiagnostyczny, czuwający nad założoną realizacją przebiegu procesu. Do określenia warunków bezpiecznej pracy podczas wstępnych badań urządzenia zastosowano specjalny laboratoryjny układ pomiaru dynamicznych zmian ciśnienia reaktora. Pozwoliło to na wyznaczenie funkcji typowych zmian ciśnienia dla danej konstrukcji i danego programu technologicznego. Konstrukcja pieca ulega jednak procesom starzenia, a ponadto na skutek operacji w trakcie załadunku i wyładunku pieca oraz serwisowania pieca zmienia się nieco rozkład temperatury wewnętrznej reaktora.

Prawidłowy przebieg procesu w reaktorze jest określany podczas okresowej identyfikacji przebiegów czasowych wybranych mierzalnych zmiennych stanu urządzenia na zewnątrz reaktora, a więc za pośrednictwem pomiarów pośrednich. Do kontroli temperatury w reaktorze są podczas identyfikacji użyte specjalne układy pomiarowe, które umożliwiają okresowy bezpośredni pomiar rzeczywistego rozkładu temperatury we wnętrzu. Zarejestrowane podczas procesu identyfikacyjnego przebiegi zmiennych stanu na zewnątrz reaktora, a więc zmiennych dostępnych pomiarowo pod-



Rys. 4. Programowana i rzeczywista temperatura sekcji pośredniej w stanie przedawaryjnym

czas rzeczywistego procesu produkcyjnego, stanowią model odniesienia. Model ten jest wykorzystywany do kontroli poprawności przebiegu procesu podczas kolejnych szarż produkcyjnych.

Model odniesienia dla celów autodiagnostycznych oparto na następujących, dostępnych pomiarowo wielkościach:

- przebiegach czasowych temperatury poszczególnych sekcji grzejnika
- średnich mocach grzejnych poszczególnych sekcji we wszystkich etapach procesu
- przebiegach temperatury w kilku dodatkowych punktach obszaru otaczającego reaktor
- zmianach ciśnienia argonu w reaktorze w trakcie procesu.

W razie wystąpienia istotnych różnic przebiegu procesu w stosunku do tak określonego modelu odniesienia, proces jest automatycznie wstrzymywany, zaś system komputerowy zgłasza alarm. O kontynuacji procesu lub zastosowaniu procedur awaryjnego schładzania urządzenia decyduje technolog nadzorujący produkcję, opierając się na komunikatach alarmowych i odczycie aktualnych wartości zmiennych stanu, monitorowanych przez komputer.

Jako ilustracja wpływu odstępstw od modelu na bezpieczeństwo pracy urządzenia zostanie zaprezentowana sytuacja awaryjna poprzedzająca wybuch ampuły urządzenia. Sytuacja ta została wywołana podczas prób urządzenia i polegała na przesunięciu się w trakcie nagrzewania przegrody antykonwekcyjnej. Posłużyła ona do sprawdzenia słuszności przyjętych założeń.

Na rys. 4 przedstawione są przebiegi programowanej i rzeczywistej temperatury jednej z sekcji pośrednich pomiędzy strefą fosforu i strefą indu urządzenia. Przesunięcie długiej przegrody, która zajmuje długość sekcji P02 pieca, spowodowało odekranowanie cieplne tej sekcji. W wyniku odekranowania spadła temperatura tej sekcji względem wartości zaprogramowanych (rys. 4), mimo pracy sekcji z pełną mocą. Jednocześnie w wyniku odekranowania cieplnego sekcja P02 nagrzewała nadmiernie całą strefę fosforu. W efekcie

wewnątrz ampuły panowało ciśnienie nieco wyższe od zaprogramowanego do kompensacji przez ciśnienie na zewnątrz ampuły. Praca tego rodzaju powoduje eksplozję ampuły.

## Podsumowanie

W artykule została zaprezentowana metoda diagnostyki procesu, stosowanej dla zwiększenia bezpieczeństwa pracy urządzenia do syntezy i polikrystalizacji fosforu indu. Opiera się ona na określeniu modelu odniesienia, który bazuje na przebiegu mierzalnych zmiennych procesu, do których zaliczają się temperatura w wybranych punktach urządzenia, moce sekcji grzejnych i ciśnienie w autoklawie. Istotne odstępstwo przebiegu procesu produkcyjnego od takiego modelu odniesienia umożliwi wykrycie stanów przedawaryjnych i podjęcie akcji zabezpieczających przed awarią.

Zaprezentowane wyniki uzyskano podczas prac w ramach projektu celowego pt. „Wspomagane komputerowo procedury i stanowisko technologiczne dla syntezy fosforu indu metodą gradientu wędrującego”, współfinansowanego przez KBN zgodnie z umową nr 3185/C.T10-6/2001.

## Bibliografia

- [1] Matsumoto C.: *Startup hits 80 Gbit/s with indium phosphide chips*, EE Times (EDTN), 24 January 2002.
- [2] Lamers, D.: *Indium Phosphide, The Art of Change: Technologies for Designing Our Future*, EE Times, September 12, 2002.
- [3] Derbyshire K.: *Prospects Bright for Optoelectronics*, Semiconductor Manufacturing Magazine, March 2002, Vol. 3, No. 3.
- [4] Orzyłowski M., Rudolf Z., Witowski A., Machalica P.: *Systemy monitorowania i eliminowania zagrożeń bezpieczeństwa w procesach wytwarzania związków półprzewodnikowych*, Elektronika, 2004, [przyjęte do druku].