

半导体致冷恒温浴槽*

咎育德 李瑞云 王 俊 林兰英

(中国科学院半导体研究所 北京 100083)

摘要 本文介绍一种用半导体致冷器件制作的恒温槽。该装置采用了高精度温控仪,磁耦合搅拌器以及适当的保温材料。可以很方便地将容器内液体介质及被控部件控制在 $-30 \sim 50$ 之间,其精度小于 0.05 。它可以广泛地应用于半导体工业及其他要求高精度恒温控制的装置中。

PACC: 0670, 0720; EEACC: 8460

1 引言

在气相外延系统中,常常使用液体反应源。通过载体气体携带源蒸气进入反应室,发生热化学反应,让反应产物沉积在衬底上。通常要求参与反应的源流量保持在一个恒定值。参与反应的液体源蒸气的流量不但与携带气体流量有关,而且与源液的饱和蒸气压有关。控制反应源的流量的简单方法是用质量流量计测出携带气体的流量以及源瓶之后的携带气体与源蒸气的混合气体的质量流量,通过计算机系统算出源蒸气的流量,将其与给定值进行比较用其差值控制携带气体的流量和(或)控制源瓶压力,实现输出一个恒定反应源流量。这种方法有时候是可以满足实验或工业生产的要求。但是,这种方法有一个缺点:所用液体源的饱和蒸气压与温度呈指数关系($e^{-E/kT}$),如果温度变化一点,流量就会增加或减少很多,要维持源流量恒定,就得改变携带气体的流量。有的要求大流量的携带气体;有的则要求小流量的携带气体。由于反应室一般控制在一定压强下工作,过大携带气体流量势必加大反应室后方的排气系统。有时这是不可能实现的。因此,新的方法孕育而生。采用源瓶温度恒定,维持或改变携带气体流量,以满足实验条件要求。在超高真空外延系统中,精确控制源瓶温度就是一个很好的手段。为此我们设计了能够满足以上要求可精确控制源瓶温度恒定的半导体恒温槽装置。将反应源瓶放置在恒温槽内,维持恒温槽内温度恒定,反应源瓶温度也就恒定了。

2 装置结构

本文介绍了一个高真空反应室异质外延 M^2A AlO_3/Si 专用三甲基铝源瓶恒温槽。这个恒温装置采用半导体致冷器件安装而成。其结构如图 1 所示。该装置分四大部分:

- (1) 恒温槽:它是恒温装置的核心部分,它的任务是保持 CVD 液体源源瓶恒定在所需温度。
- (2) 温控仪:它是将恒温槽的温度信号与给定温度进行比较后,输出一个控制信号,控制功率转换器。温控仪是一个独立部件,是惟一不与恒温槽共体部件,可以安装到方便操作的任意地方。
- (3) 功率转换:它是以 220V 交流电作为电源,在温控仪控制信号的控制下,交流电转换成可控直流电。

* 专利申请号: 98248792.4

咎育德 男,高级工程师,目前从事 SOI 材料生长和设备制造的研究

1999-03-24 收到本文

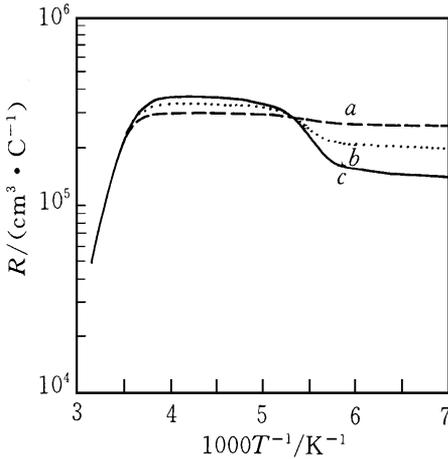


图 1 半导体致冷恒温装置示意图

线路采用国产 702 温控仪或日本进口岛电公司 SR 25 高精度温控仪控温,保证了反应源流量的高度稳定,从而能生长出高质量的薄膜^[1]。

在实际外延系统中,工作源瓶浸泡在恒温介质液体中,介质液体盛在一个叫“内胆”的容器内,“内胆”又被绝热固体介质材料包裹着,放在一个箱体内。使液体恒温的方式有两种:一种为内冷式;另一种为外冷式。前者是将半导体致冷器件直接粘附在“内胆”外侧,通过内胆壁传导热流,达到液体恒温的目的;后者是将半导体致冷器件直接插入“内胆”内的恒温液体介质中。内冷式和外冷式两种致冷方式各有特点,外冷式作用直接,便于拆装,但致冷部件结构较复杂,可利用的周围空间小,不利于外延生长薄膜过程的操作。内冷式结构简单,但维修拆装时需将整个恒温槽外壳打开。

无论是哪一种方式的恒温槽,热源不可能包围整个液体,要达到液体温度均匀,都需要搅拌。常用的搅拌是用马达带动装有叶片的搅拌杆进行搅拌。这种方式的搅拌是将马达固定在槽外,搅拌杆和叶片放入液体内。这样既占用了外面的空间又占用了液体介质空间,同时液体介质的温度分布也不稳定。现在采用了新型的搅拌方式——磁搅拌,见图 1。图 1 中标出了搅拌器的位置,它在恒温介质液体中的那一部分是一个装上永磁体的叶轮,详细说明见图 2。图中画出了一个有转动轴承的叶轮,轴可以固定在内胆的底盘上,也可以固定在轴托上。轴托是一块自由浮动的无磁不锈钢板,用来保护内胆底盘不受磨损。叶轮转动的原理如下:在内胆的下方放置一个旋转磁场,这个旋转磁场可以用马达带动恒磁磁体转动形成,也可以用电磁体形成,象普通异步交流电机的定子那样,只不过要求设计的旋转磁场一定要转速可控。无论那种方式,通电后内胆内的叶片旋转,使胆内液体产生漩涡。这种漩涡的效果是胆内底部的液体作离心旋转,旋转着的液体到达底盘边沿后,边旋转边沿着内胆侧壁上升,当到达上表面时形成向心的涡流,在涡心处的液体又向下流向叶轮片,如此往复,形成恒温介质的强对流。高温区的恒温介质液体被带到致冷区冷却,又将低温区的液体带到高温区加热。由于涡旋强度可控,热源和冷源引起的恒温介质的温差将被强迫对流所消除,所以整个液体介质温度维持恒定。同时,固定在轴托上的叶轮的位置受旋转磁场控制。这样一来,适当固定反应源源瓶与内胆底盘下部的旋转磁体的相对位置,使它们的轴心保持在同一垂线上,永磁体叶轮

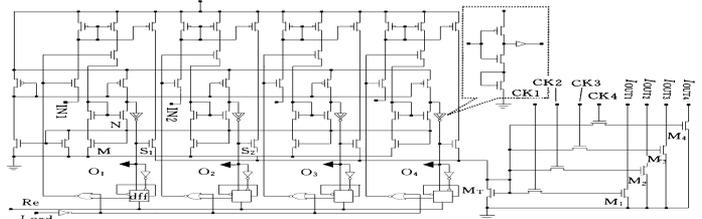


图 2 搅拌器结构的详细示意图

源 提供给恒温槽的致冷器件,使其产生温差,实现恒温槽总保持在一个恒定温度上

(4) 恒温介质搅拌器: 由于恒温介质液体总有一定粘度又受半导体致冷器件、液体源源瓶、恒温槽及周围环境温度的影响,依靠自然对流是不能保持其各处温度不变,搅拌器的作用就是消除这种影响,使恒温液体介质温度处处恒定

恒温槽的外形尺寸可根据反应源瓶的尺寸而定,为 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{Si}$ 的外延装置设计的尺寸为: $350 \times 200 \times 460$ (mm^3), 恒温槽容积为 4L, 耗电总功率约 100W。

3 装置的性能特点及其应用

由于源瓶温度在外延生长中的重要作用,控制源温极其重要。为使参与系统反应源的源瓶获得恒定的温度,从控温线路和结构两方面考虑,经过认真设计,温控

线路,从控温线路和结构两方面考虑,经过认真设计,温控线路采用国产 702 温控仪或日本进口岛电公司 SR 25 高精度温控仪控温,保证了反应源流量的高度稳定,从而能生长出高质量的薄膜^[1]。

在实际外延系统中,工作源瓶浸泡在恒温介质液体中,介质液体盛在一个叫“内胆”的容器内,“内胆”又被绝热固体介质材料包裹着,放在一个箱体内。使液体恒温的方式有两种:一种为内冷式;另一种为外冷式。前者是将半导体致冷器件直接粘附在“内胆”外侧,通过内胆壁传导热流,达到液体恒温的目的;后者是将半导体致冷器件直接插入“内胆”内的恒温液体介质中。内冷式和外冷式两种致冷方式各有特点,外冷式作用直接,便于拆装,但致冷部件结构较复杂,可利用的周围空间小,不利于外延生长薄膜过程的操作。内冷式结构简单,但维修拆装时需将整个恒温槽外壳打开。

无论是哪一种方式的恒温槽,热源不可能包围整个液体,要达到液体温度均匀,都需要搅拌。常用的搅拌是用马达带动装有叶片的搅拌杆进行搅拌。这种方式的搅拌是将马达固定在槽外,搅拌杆和叶片放入液体内。这样既占用了外面的空间又占用了液体介质空间,同时液体介质的温度分布也不稳定。现在采用了新型的搅拌方式——磁搅拌,见图 1。图 1 中标出了搅拌器的位置,它在恒温介质液体中的那一部分是一个装上永磁体的叶轮,详细说明见图 2。图中画出了一个有转动轴承的叶轮,轴可以固定在内胆的底盘上,也可以固定在轴托上。轴托是一块自由浮动的无磁不锈钢板,用来保护内胆底盘不受磨损。叶轮转动的原理如下:在内胆的下方放置一个旋转磁场,这个旋转磁场可以用马达带动恒磁磁体转动形成,也可以用电磁体形成,象普通异步交流电机的定子那样,只不过要求设计的旋转磁场一定要转速可控。无论那种方式,通电后内胆内的叶片旋转,使胆内液体产生漩涡。这种漩涡的效果是胆内底部的液体作离心旋转,旋转着的液体到达底盘边沿后,边旋转边沿着内胆侧壁上升,当到达上表面时形成向心的涡流,在涡心处的液体又向下流向叶轮片,如此往复,形成恒温介质的强对流。高温区的恒温介质液体被带到致冷区冷却,又将低温区的液体带到高温区加热。由于涡旋强度可控,热源和冷源引起的恒温介质的温差将被强迫对流所消除,所以整个液体介质温度维持恒定。同时,固定在轴托上的叶轮的位置受旋转磁场控制。这样一来,适当固定反应源源瓶与内胆底盘下部的旋转磁体的相对位置,使它们的轴心保持在同一垂线上,永磁体叶轮

源 提供给恒温槽的致冷器件,使其产生温差,实现恒温槽总保持在一个恒定温度上

的轴心自然地与前者的轴心保持在同一垂线上, 保证下降着的恒温介质液体围着反应源的源瓶旋转下降, 高效率地维持温度恒定精度。本装置在中国科学院半导体研究所 CVD 系统中使用, 反映良好, 尤其是温度均匀性及控温精度都优于进口的用压缩机作冷源的恒温装置。一个内冷式容积 4L 的恒温装置, 最低温度可达 -30°C 。图 3 是该装置与进口恒温装置的控温精度曲线比较, 纵坐标 T 为温度, 横座标 h 为离液面的高度。图中曲线是在液槽中纵向(从表面到槽底)两个位置上(中心位置和边角位置)测试的结果。从图中看到半导体制冷恒温装置(加搅拌)温度起伏小, 约在 $\pm 0.05 \sim \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 之间, 而机械制冷式

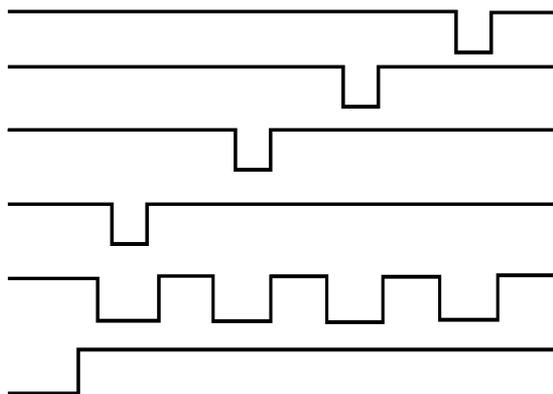


图 3 控温精度曲线

(进口恒温装置, 无搅拌), 低温只达到 -10°C 左右, 控温精度约在 $\pm 0.5 \sim \pm 0.75^{\circ}\text{C}$ 之间, 控温精度比半导体制冷装置低一个数量级。测试说明, 磁搅拌可使 20cm 深的恒温介质液体全部转动起来, 达到充分搅拌的效果, “内胆”内各处的温度均匀。这种磁搅拌声音小, 液流大, 节省空间, 结构简单。

4 结论

采用半导体致冷(又名电子致冷)的方式制作的恒温装置, 在气相外延系统中, 作为源瓶恒温槽, 已经在一些氧化物的外延生长中实际应用并取得了良好效果。半导体致冷器是固体化电子器件, 无转动部分, 无机械磨损, 无环境污染, 无噪音, 寿命长, 占地面积小, 可小型化、微型化, 致冷、加热可互易, 易于实现高精度的温控。高精度的温控仪保证了恒温介质温度的恒定精度。磁搅拌最大限度地降低了恒温介质液体空间各处温差变化。以上三项措施的应用, 保证了 CVD 系统反应源源瓶的恒温要求。而且结构简单, 占有空间小, 见图 4。图 4 给出一个正在外延系统中使用的恒温槽。它与温控仪的连接全部用屏蔽导线连接, 在高频强电场的恶劣环境中仍能正常工作。可以预期, 这一高稳定度的恒温装置, 将在半导体工艺以及其他工业需要小空间高精度恒温的环境中得到广泛应用。

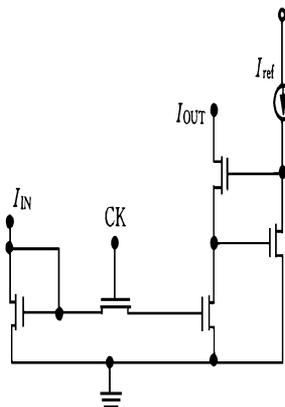


图 4 恒温浴槽实物图

前面板有水冷管和电源插座。电源插座为电源线 and 温控仪输入输出线提供接口。

参 考 文 献

- [1] 咎育德, 王俊, 韩秀峰, 等, 半导体学报, 1998, 19(12): 886