

# 程序控制液相外延炉

邹志膺 萨支天 邹美琪 张庆汉 金奉善

(北京控制工程研究所)

1982年7月16日收到

## 提 要

本文介绍用于 III-V 族半导体液相外延工艺的新炉子、它的主要设计思想和所达到的指标(温度稳定度优于  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ ,  $\pm 0.01^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ ; 等温区均匀度优于  $\pm 0.025^{\circ}\text{C}/400\text{mm}$ ; 最小降温速率  $0.05^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )。它采用高温铂电阻温度计作为温度的测量和反馈元件; 在炉膛中央放置一根以钠为工作介质的同轴热管作为均热元件; 详细地介绍了三段控制系统的控制器和可编程序的精密定值器。

文献[1]讨论了温度起伏对镓砷-镓铝砷双异质结表面细微平整度的影响, 要求稳定度和均匀度达到  $0.01^{\circ}\text{C}$  或更好, 该文中介绍的液相外延炉其主要技术指标如下:

稳定度( $850^{\circ}\text{C}$ ) $\pm 0.01^{\circ}\text{C}/2$  小时; 等温区  $\pm 0.02^{\circ}\text{C}/110$  毫米; 最小降温速率  $0.050^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 。

这些指标是在  $24 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  的恒温室中测得的。文献[2]提出了类似的要求, 但其温度稳定度优于  $\pm 0.03^{\circ}\text{C}$ 。

为达到上述指标, 要解决以下的困难:

### 1. 测量 $0.01^{\circ}\text{C}$ 温度变化

要求控制稳定度达到  $\pm 0.01^{\circ}\text{C}$ , 则在  $850^{\circ}\text{C}$  条件下的测量分辨率必须优于  $0.01^{\circ}\text{C}$

在  $600^{\circ}\text{C}$  至  $1200^{\circ}\text{C}$  的温度范围内一般多采用铂铑-铂热电偶作为测量元件。液相外延炉如采用这种测温元件, 首先要求系统的放大器具有很低的漂移率。在  $900^{\circ}\text{C}$  附近, 铂铑-铂热电偶的灵敏度约为  $10$  微伏/ $^{\circ}\text{C}$ , 若要求  $0.01^{\circ}\text{C}$  的分辨率, 则放大器的漂移应低于  $0.1$  微伏, 这虽然是可能的, 但实现起来却相当复杂。其次要求有精确的冷点, 冷点的稳定性应优于  $0.02^{\circ}\text{C}$ 。采用模拟冷点的电补偿, 也有同样的要求。

铂铑-铂热电偶的长期稳定性亦不能完全满足控制精度的要求。铂铑-铂热电偶周围的气氛为空气时, 由于氧化、挥发与扩散等原因, 工作  $24$  小时的漂移小于  $0.01^{\circ}\text{C}$  是有困难的。

### 2. 测量温度均匀度

对均匀度稍差的温度场, 一般采用铂铑-铂热电偶作为测量工具。但对均匀度优于  $0.1^{\circ}\text{C}$  的温度场则不宜采用热电偶测量, 因为偶丝的成份、结晶、应力等化学或物理因素不可能均匀, 因而存在着与加热长度有关的寄生热电势, 寄生热电势所引起的温度变化一般均大于  $0.1$ — $0.2^{\circ}\text{C}$  (在  $850^{\circ}\text{C}$  下, 热电偶受热长度变化数百毫米时)。在用热电偶测量均

匀度的过程中，热电偶将沿着炉膛长度方向移动，由于受热长度不同，其寄生热电势亦不同，从而不能获得精确的测量结果。

### 3. 获得高均匀度等温区

在一定空间获得均匀温度场与温度控制的点有限，二者之间存在着矛盾。温度控制仪能控制反馈点的温度，而反馈点以外空间的温度则决定于炉体的发热、散热和传热的条件。通常在等温区内只设置一个控温点，此外在散热较多的两端各设置一控温点，起热补偿作用，即三点三段控制方法，要进一步提高等温区内的均匀性应从均匀发热和均匀散热的观点出发，选择保温材料并采取相应的技术措施。目前等温区的指标一般在±0.5℃/600毫米；要使上述均匀度指标提高一数量级是很困难的。

液相外延工艺还要求保证降温过程中温度场的均匀度。这不但要求静态均匀温度场，还要求动态均匀温度场。炉体结构除了要求静态参数的均匀性之外，还要动态参数（如热容）的均匀性，这比仅要求静态均匀性复杂得多。

针对上述三个技术问题并考虑到其它技术性能，程序控制液相外延炉采用了高温铂电阻温度计、等温热管、三点三段控制方法，高稳定基准源、低漂移放大器、数字-模拟转换器和均匀分布的过零触发可控硅功率调节器等技术措施，达到了对液相外延炉的技术指标要求。

程序控制液相外延炉的结构图如图1所示，其结构特点是：(1) 不用铂铑-铂热电偶而用高温铂电阻温度计作为测量元件，增加了电阻温度计所需的恒定电源；(2) 在炉膛内增设了传热效率很高的钠热管；(3) 定值器部分包含了一可编程序的数字-模拟转换器，供程序控温之用。现将各部分分述如下：

**高温铂电阻温度计** 高温铂电阻温度计是利用铂丝的电阻值随温度单值变化这一原理来测量温度的。铂丝的电阻值与温度的函数关系为

$$R(T)=R(0)[1+AT+BT^2+CT^3], \quad (1)$$

式中  $R(0)$  为 0℃ 的电阻值；  $R(T)$  为  $T$ ℃ 的电阻值；  $A, B, C$  为待定系数，由  $R_{100}, R_{Zn}, R_{Au}$  确定，  $R_{100}, R_{Zn}, R_{Au}$  分别为水，锌，金相变温度下的阻值。

高温铂电阻温度计允许的最高使用温度为 1000℃ 左右，因此其电阻值在高温下的稳定性是最突出的问题，这与铂丝的质量，绕铂丝骨架的高温漏电，高温变形，以及它对铂丝的污染，铂丝所处的气氛等因素有关，其中以骨架的材料和形状最为关键。

超纯  $Al_2O_3$  的高温绝缘电阻高<sup>[3]</sup>，对铂丝的污染也较小，所以选用人造宝石作为骨架

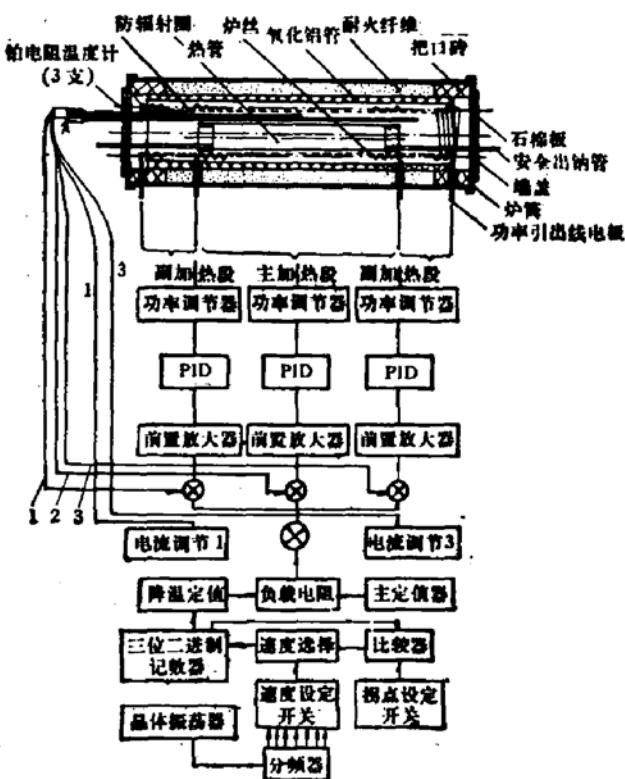


图1 程序控制液相外延炉结构图

材料。其缺点是难以加工。

骨架的形状应在能支持铂丝的条件下，使铂丝与骨架的接触面积和骨架本身的截面积尽可能小。因而选用十字形整体的骨架，这将使骨架的漏电影响和对铂丝的污染大为减小。

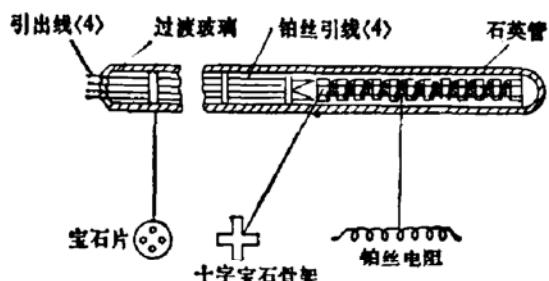


图 2 高温铂电阻温度计

铂电阻温度计的结构如图 2 所示。将  $R(100)/R(0) \geq 1.3925$  的铂丝( $\phi 0.08$ )绕成  $\phi 1$  的螺旋线，再将螺旋线绕在带牙槽的十字形骨架上，这就是铂电阻温度计的主体。螺旋线两端各焊两根  $\phi 0.5$  的铂丝作为引出线，引出线之间用石英毛细管及四孔宝石片隔开。铂电阻温度计的外壳为  $\phi 8$  的石英管，内充少量惰性气体和干燥空气。

铂电阻温度计为四端子结构，两端为电流端，另两端为电压端。这样既可以测量温度计主体的电阻值又避免了引线电阻的影响。改变工作电流方向可以消除引线的附加电势、接触电势等的影响。用这种温度计可以精确测量等温区的均匀度。虽然所测到的数据不是某一点的温度，而是铂电阻温度计所处空间的平均温度，但在高均匀度的温度场内这两者差异是很小的。

从公式(1)可以看出，电阻-温度变换灵敏度决定于  $R(0)$  值。 $R(0)$  大，则变换灵敏度高。但  $R(0)$  大就要采用较细的铂丝从而使稳定性降低。在液相外延炉中采用  $R$  为 25 欧姆的铂电阻温度计，铂电阻温度计的电压-温度变换灵敏度还取决于工作电流。采用 5 毫安工作电流， $R$  为 25 欧姆的铂电阻，在  $900^{\circ}\text{C}$  附近电压-温度变换灵敏度约为 375 微伏/ $^{\circ}\text{C}$ ，若允许放大器零漂所引起的温度误差为  $0.01^{\circ}\text{C}$ ，则允许放大器的零漂为 3.7 微伏这一要求很容易实现。

液相外延炉利用的高温铂电阻温度计，其稳定性在  $800^{\circ}\text{C}$  至  $900^{\circ}\text{C}$  工作 200 小时后， $R(0)$  变化值为  $4-20 \times 10^{-6}$ ，据文献[4]介绍，铂电阻的稳定性主要取决于  $R(0)$ 。因温度系数( $A, B, C$ )在高温长期工作条件下变化甚微。按上述数据可估计出在  $900^{\circ}\text{C}$  点的误差为  $0.008^{\circ}\text{C}$  ( $R(0)$  变化为  $10 \times 10^{-6}$ )，这一误差比热电偶小两个数量级。

**高稳定度的电流源和电压源** 电阻的测量可以用电桥法、电位差法等。一般说来，电桥法较为精确。但由于液相外延炉中采用三点三段控制方式，在降温过程中这三个控制点的温度下降必须同步，才能保证等温区的均匀性。因此如采用电桥法，必须用三个同步电桥，这样结构太复杂。采用电位差法则简单得多，它只需采用一套定值器，使其输出电压同时与三支铂电阻温度计的输出电压相比较即可。但它要求有三个独立的高稳定电流源分别向三支铂电阻供给电流。电流的误差将相应地产生电阻值的误差。

电压的误差将通过反馈产生对应的电阻值误差。电阻值误差与温度误差的关系近似

为：

$$dT/T = dR(T)/[R(T) - R(0)], \quad (2)$$

这说明电阻值测量的精度应高于所要求的温度控制精度。炉温在900℃时，要求控温精度为±0.1℃，若电阻测量和定值输出的误差各占总误差的1/4，则要求电流源和电压源的稳定性约为±20×10<sup>-6</sup>。

为了统一线路起见，电流源和电压源采用同样的线路，如图3所示。电源的基准是经长期老化和严格挑选的，工作于零温漂电流下的稳压二极管。采用线性放大器作为比较放大器，以稳定工作电流和输出电压。输出电压为16V。经3kΩ电阻和可变电阻W对铂电阻温度计R<sub>Pt</sub>供电。调节W，即可调节电流，从而调节副控段的温度，以获得最佳的等温区均匀度。

为了获得良好的稳定性，对稳压管的时漂、温漂；运算放大器的失调电压、失调电流、温漂、电压抑制比、分压电阻的跟踪温度系数等均要严格控制。高稳定电流源和电压源达到以下指标：

时间稳定性：±20×10<sup>-6</sup>/24小时；温度稳定性：3×10<sup>-6</sup>/℃(15—55℃)；电压稳定性：2×10<sup>-6</sup>/伏；重复性：1×10<sup>-5</sup>。

**定值器** 液相外延工艺要求炉膛温度经若干时间后缓慢下降，总下降温度小于100℃，下降速度在1℃/分至0.1℃/分范围内应用数挡可供选择。整个工艺过程中，下降速度最多可改变六次。下降速度的变化点也可以选择。温度-时间关系曲线如图4所示，要求温度与时间的关系是可编程序的。温度与时间的关系还可以用温度下降速度与温度，温度下降速度与温度下降次数等不同关系来表示。温度下降速度与温度下降次数关系实现起来比较方便，所以选用这种关系来编程序。

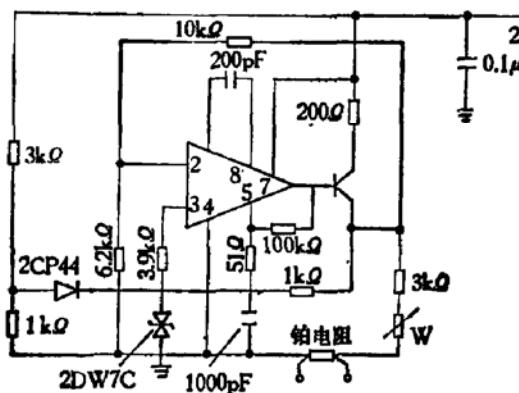


图3 高稳定性电流源线路

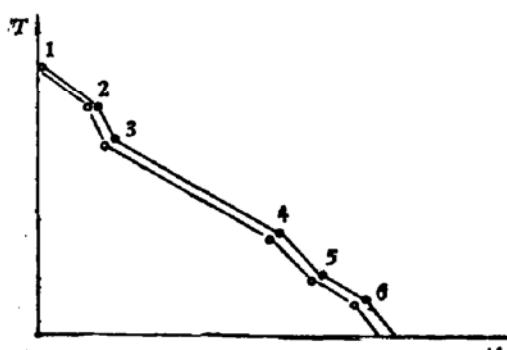


图4 降温-时间关系曲线

●给定温度 ○实测炉膛温度

为了满足上述要求，定值器由固定温度定值器和降温定值器两部分组成。其主要技术要求是输出电压的稳定性，降温程序的可编性和输出的精确性，保证外延炉温度的长时间稳定性达到±0.05℃/24小时、降温程序可编和降温准确。

定值器的结构如图1所示。固定温度定值器是三位十进制(999)机械开关式数字-模拟转换器。降温定值器是用数字电路控制的场效应管作开关的三位十进制(99.9)模拟转换器，它们都采用权电阻网络<sup>[3]</sup>。固定温度定值器和降温定值器的输出在负载电路上代数

相减。炉温下降是靠负载电压按程序减小而得到的。

固定温度定值器采用精密线绕电阻作为权电阻，降温定值器采用精密金属膜电阻作为权电阻。模拟开关采用低导通电阻场效应管，每位单刀双掷的两个场效应管要根据导通电阻配对，每位权电阻都应将场效应管的导通电阻计算在内。

模拟开关由计数器推动，因此数-模转换器输出阶梯波的斜率取决于计数器的输入计数频率。定值器将晶体振荡器的频率分成周期为6秒，8秒，12秒，20秒，30秒和60秒的方波，这样对应的降温速率为 $1^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ， $0.75^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ， $0.5^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ， $0.33^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ， $0.2^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ， $0.1^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 。

降温速率改变点是按降温次数来设定的，降温次数由一计数器计数。当计数数目与设定数目相等时，对应的速度门打开，输出某一频率的方波到速率计数器。

**比较放大器和校正网络** 比较放大器主要要求低漂移和高抗干扰能力。铂电阻温度计的电压灵敏度为375微伏/ $^{\circ}\text{C}$ ，若要求比较放大器的零漂引起的误差 $\leq 0.01^{\circ}\text{C}$ ，则放大器的漂移应小于3.75微伏，若工作环境的温度有 $15^{\circ}\text{C}$ 的变化，则放大器的温漂应小于0.25微伏/ $^{\circ}\text{C}$ ，时漂(24小时)应为3.75微伏。

比较放大器的前置级为斩波型直流放大器，其漂移主要与前置级电路的布局和所用的斩波器件有关。液相外延炉采用场效应管作为斩波元件，加上适当幅度的激励源，并按场效应管的结电容配对，以及采用对称输入等措施能较好地解决漂移问题。

抗干扰的措施包括：尽可能降低信号源的内阻；在放大器输入端加滤波网络；第一级选择低噪声放大管和输出端采用同步开关滤波等。同步开关的电路如图5所示，它有很强的选频特性。

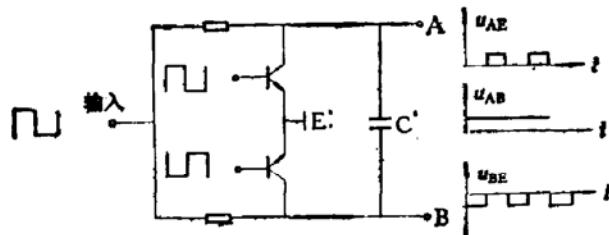


图5 同步开关滤波器线路

前置放大器达到下述指标：时漂 $<1$ 微伏/24小时，温漂( $15^{\circ}\text{C}-55^{\circ}\text{C}$ ) $<0.03$ 微伏/ $^{\circ}\text{C}$ ，噪声(<1赫兹) $<0.3$ 微伏，零输出(无调零装置) $<2$ 微伏，重复性(半年) $<1$ 微伏。

外延工艺要求在降温过程中工件降温平滑单调。降温信号是一系列幅度为 $0.1^{\circ}\text{C}$ 的阶梯波，其时间宽度由降温速度决定。所谓降温平滑单调是指当输入为某一斜率阶梯波时，除初始段之外，温度与输入信号应按同一斜率下降，每一阶梯之间不应发生超调现象。

为了充分利用热管内空间，根据炉体的结构，将主控铂电阻温度计置于热管外壁上，这样放置带来的一个间接好处是采用PID校正电路比较容易实现平滑单调降温过程。因为热管内对加热功率变化响应的延迟要比热管外大得多，所以铂电阻温度计处即使有些超调或不够平滑，而在热管内仍可得到平滑单调的结果。为防止超调过大，在保证控制过程稳定的条件下，加大微分增益，使每个阶梯的变化对铂电阻温度计处的温度超调很小，炉膛内温度能达到单调平滑且线性下降。铂电阻温度计放在热管之外的缺点之一是跟踪

稳态误差较大，试验表明速度改变时跟踪过渡时间约为3分钟。

**功率调节器** 通常可控硅功率调节器采用移相触发方法，其主要缺点是电源干扰大，有微波公害且电网利用率差。为了保证液相外延炉数字电路可靠工作并减少微波辐射，功率调节器采用了均匀分布的过零触发方法，如图6(c)所示。图6(a)是移相触发，图6(b)是时间比例式调功。可以看出功率在时间轴上的分布(c)比(a)差，但比(b)好，且具有过零触发的优点。工作原理见图7。现对照各点的波形(图8)说明其工作过程。输入电压 $U_i$ 使压控振荡器产生间隔可变的脉冲序列B，B使双稳触发器置1从而使“与”门处于等待状态，当电源的零位脉冲A到达时，经“与”门送出触发脉冲D。由于脉冲在零位出现，所以 $SCR_1$ 通过了上半周，同时这半周经二极管 $D_1$ 对电容C充电，在下半周的零位处，电容C放电电流将 $SCR_2$ 触发，从而在负载上得到一完整周期正弦波形。脉冲D触发 $SCR_1$ 同时又使双稳触发器置“0”。等待下一个B脉冲的到来。

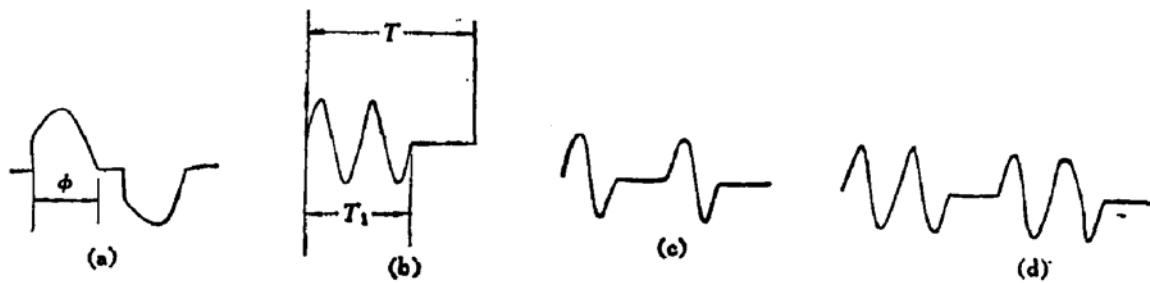


图6 可控硅触发器波形图

$$(a) P(\phi) = \left[ 1 - \frac{\phi}{\pi} + \frac{1}{2\pi} \sin 2\phi \right] P_{\text{全}} \quad (b) P(T_1) = \frac{T_1}{T} P_{\text{全}}$$

$$(c) P = \frac{1}{2} P_{\text{全}} \quad (d) P = \frac{2}{3} P_{\text{全}}$$

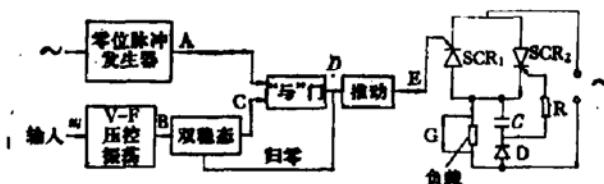


图7 均匀分布过零触发器方块图

这种方法的输出功率

$$P = N \frac{E_M^2}{R_L} \cdot \frac{1}{50}, \quad (3)$$

式中N为脉冲个数， $R_L$ 为炉丝电阻值， $E_M$ 为电压峰值。

要对电压自动补偿，即当电网电压变化时，N能相应地变化，以保持功率的稳定从而提高温度稳定性。在

$$\frac{dN}{dE} = \frac{2N}{E_m} \quad (4)$$

时，可实现最佳补偿。采用单结管作为压控振荡器时，用图9的线路可以得到公式(4)的结果。试验表明：电网电压变化为±10%时，功率变化小于±1%。

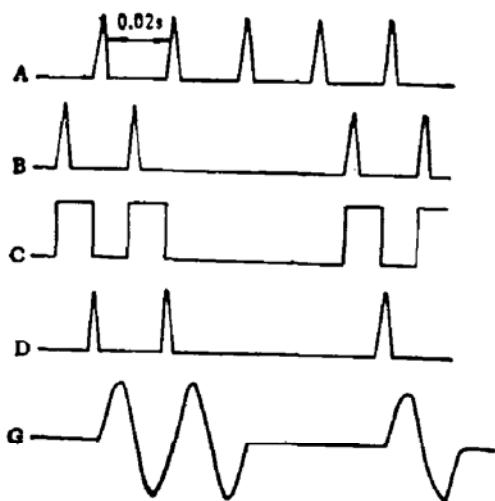


图 8 各点波形图

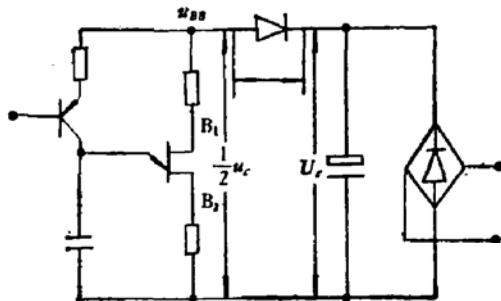


图 9 电压补偿线路

**等温热管** 热管是在密闭容器内利用工作介质吸收和释放相变潜热来传递热量并靠吸液芯的毛细作用使工作介质循环的高效率传热器件。它的当量导热系数一般要比铜高数百倍至数千倍。

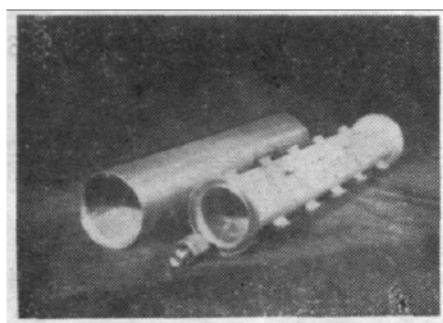
热管在液相外延炉中的作用是将不够均匀的等温区进一步均匀。起这种作用的热管称之为等温热管。等温热管的设计要点是在低热流密度条件下降低热阻而不追求高的传热功率。

就等温热管而言，要求在等温区的热管内壁温度均匀。因此设计等温管时应注意以下几点：

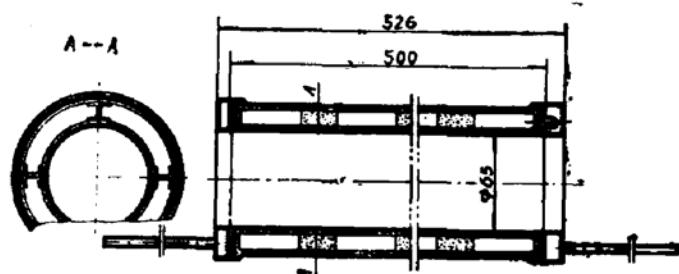
(1) 尽可能减少热管本身的各项热阻；(2) 在等温区内热管的管壁和吸液芯厚度要均匀；(3) 缩短工作液体及其蒸气的流动距离。

在制造过程中要尽可能排去不凝结气体，因为在热管工作时，不凝结气体将被蒸汽驱赶至热管某一区域，严重影响热管的等温性。热管使用寿命要长，并要求在使用寿命期内可靠性高，避免在使用寿命期内因热管损坏而发生事故。

液相外延炉采用同轴钠热管，其外形和结构图分别如图 10(a)、(b) 所示。它的主要结构参数如下：外径：(最大)  $\phi 110$  毫米；内径： $\phi 60$  毫米；长度：总长度(不计排气管) 526 毫米，热管长度 500 毫米；钠量  $\sim 150$  克；外壳材料 1Cr18Ni9Ti。



(a)



(b)

图 10 热管外形结构图

这种热管合适的工作温度为 500°C 至 900°C。

热管本体的两端, 加焊两个保护端盖和排气管, 其作用是当热管注入孔或两端盖焊接处损坏时, 钠气可以从排气管排出从而避免在炉内燃烧。经验证明, 注入孔及焊缝是热管的薄弱环节, 这种方法效果如何, 尚有待实践证明。

由于热管的热阻非常小, 铂电阻温度计的测温主体部分较大, 故三点测量和三段控制之间的交叉影响比较严重, 如果布置不慎, 可能产生温度牵连振荡。为了减少交叉影响, 液相外延炉用三支铂电阻温度计分别置于各自的加热区内, 其中两支副控铂电阻温度计靠近副控段炉丝安装, 距热管端面稍远, 并在热管两端各放置一耐火泡沫砖制成的圆环, 以减少热管对副控铂电阻温度计的影响和副控加热对热管的影响。

主控段的测温铂电阻温度计尽可能靠近热管外壳, 以保证炉膛中心温度的稳定。

程序控制液相外延炉采用上述主要技术措施后, 达到了下述指标:

温度控制稳定性  $\pm 0.03^\circ\text{C}/24$  小时,  $\pm 0.01^\circ\text{C}/2$  小时; 等温区静态均匀度  $\pm 0.025^\circ\text{C}/400$  毫米; 等温区动态均匀度  $\pm 0.05^\circ\text{C}/400$  毫米; 最小冷却速度  $0.05^\circ\text{C}/\text{分}$ 。

该外延炉用于砷化镓双异质结激光器, 锗镓砷磷双异质结激光器, 光集成电路, 微波器等工艺中, 取得了提高质量和成品率的效果。

### 参 考 文 献

- [1] Takeshi Kobayashi and Yashitaka Furukuwa, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 15, 171 (1976).
- [2] B. I. Miller, E. Pinkas, I. Hayashi and R. J. Capik, *J. Appl. Phys.*, 43, 2817 (1972).
- [3] 今井勇之进, “耐火材料ハニト・アツタ”, (1965).
- [4] S. Sawada, Stability of 25 ohm platinum thermometer up to 1100°C, *Bulletin of N. B. L. M.*, Oct., 1973, No. 27.
- [5] H. Schmid, *Electronic Analog/Digital Convension*, New York, VNR, 1970.
- [6] 金奉善等, 同抽等温钠热管, 热管技术交流会报告文集 (1980).

## Programable Liquid Phase Epitaxial Furnace

Zou Zhiying, Sa Zhitian, Zou Meiqi, Zhang Qinghan and Jin Fongshan  
(Beijing Institute of Control Engineering)

### Abstract

A new furnace used in liquid phase epitaxial technology of III-V semiconductors is described and its principle design ideas are presented. The new LPE has high performance (temperature stability is better than  $0.03^\circ\text{C}/24\text{h}$ ,  $0.01^\circ\text{C}/2\text{h}$ ; uniformity of flate zone is better than  $\pm 0.025^\circ\text{C}/400$  mm; minimun cooling rate is  $0.05^\circ\text{C}/\text{min}$ ). The high temperature platinum thermometers are used as its feedback elements and measurement element. A coaxial Na heat pipe set in the central part of the furnace is used as temperature equalizer. A three zone control system with three solid state controller and a programable precicion reference unit is described in detail.