

05; 12
© 1992 г.ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ СПОСОБОМ ЧОХРАЛЬСКОГО
С ОЦЕНКОЙ ВЕКТОРА СОСТОЯНИЯ ОБЪЕКТА УПРАВЛЕНИЯ*С.Н. Россоленко, И.С. Петьков,
В.Н. Курлов, Б.С. Редькин*

Рассматривается система управления процессом роста, предназначенная для установок, оснащенных датчиком веса. На основе решения уравнения наблюдения датчика веса в процессе роста находятся реальные значения радиуса кристалла и высоты жидкого мениска. Проведена экспериментальная проверка предложенного метода вычисления вектора состояния. Разработанный метод успешно использовался в системе управления выращиванием кристаллов ниобата лития (диаметром 80 мм) и молибдата гадолия (30 мм).

Введение

В настоящее время создание и совершенствование автоматизированных систем управления (АСУ) являются важной задачей при разработке технологических процессов выращивания кристаллов из расплава. Основной задачей автоматизации является поддержание заданной формы кристалла. Для решения этой задачи в АСУ применяются типы датчиков, такие как оптический, рентгеновский, датчик веса тигля с расплавом [1,2], телевизионный [3], датчик веса кристалла [4]. Подробный сравнительный анализ систем управления с различными датчиками можно найти, например, в работах [5,6]. Отметим, что при выращивании оксидных материалов наибольшее распространение получили датчики веса кристалла как наиболее удобные, экономичные и надежные при использовании их в компьютерных системах управления ростом кристаллов. Блок-схема на рис. 1 в упрощенном виде показывает структуру современных компьютерных АСУ, используемых при выращивании из расплава различных типов кристаллов. Цифровой код сигнала датчика веса поступает в ЭВМ, где производится расчет управляющих воздействий, а именно мощности нагрета тепловой зоны, скорости вытягивания и вращения кристалла и тигля. После цифроаналогового преобразования сигналы поступают на соответствующие исполнительные устройства.

По типу описанной структуры нами была разработана система управления технологическими процессами выращивания крупногабаритных кристаллов по способу Чохральского и модифицированному способу Степанова [7-9] с использованием датчика веса кристалла и компьютера

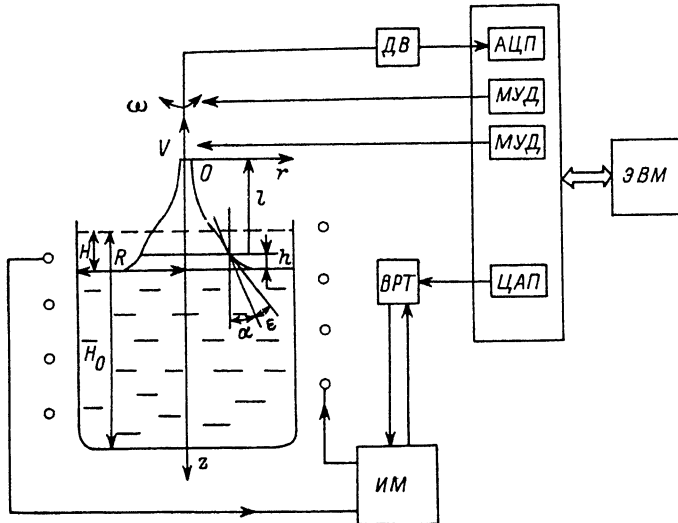


Рис. 1. Общая схема процесса выращивания кристалла.

ДВ — датчик веса, ЦАП — цифроаналоговый преобразователь, МУД — модуль управления двигателем, АЦП — аналого-цифровой преобразователь, ВРТ — высокоточный регулятор температуры, ИМ — источник мощности нагрева.

типа IBM PC. Данная система автоматизации успешно использовалась при выращивании кристаллов ниобия и редкоземельных молибдатов (рис. 2, 3).

К особенностям АСУ следует отнести следующее. С целью использования максимальной чувствительности датчика сигнал веса растущего кристалла компенсируется в тактовые моменты времени при превышении сигналом датчика веса заданного уровня. Фильтрация сигнала датчика веса осуществляется как аналоговым фильтром, так и программным алгоритмом. Для поддержки заданного профиля кристалла используются ПИД регуляторы в каналах управления мощностью нагревателя и скоростью вытягивания. С целью уменьшения влияния случайных возмущений управляющие воздействия имеют ограничения, определяемые характеристиками помех канала измерения веса. Совместная оптимизация фильтров и регуляторов производится на основе динамических характеристик объекта управления, определенных, например, в работе [10].

Монокристаллы ниобата лития с диаметром цилиндрической части 80 мм выращивались способом Чохральского на установке с индукционным нагревом. Тепловая зона была выполнена в виде труб из спеченной окиси алюминия. Выращивание проводилось на воздухе из Pt тигля диаметром и высотой 120 мм и толщиной стенки 3 мм в направлении, перпендикулярном плоскости (1014). В качестве исходного продукта использовалась шихта ниобата лития, полученная методом СВС. На начальном этапе выращивания скорость вытягивания составляла 5 мм/ч, при окончании формирования конуса и выращивании цилиндрической части — 2.5 мм/ч, скорость вращения изменялась от 12 до 8 об./мин.

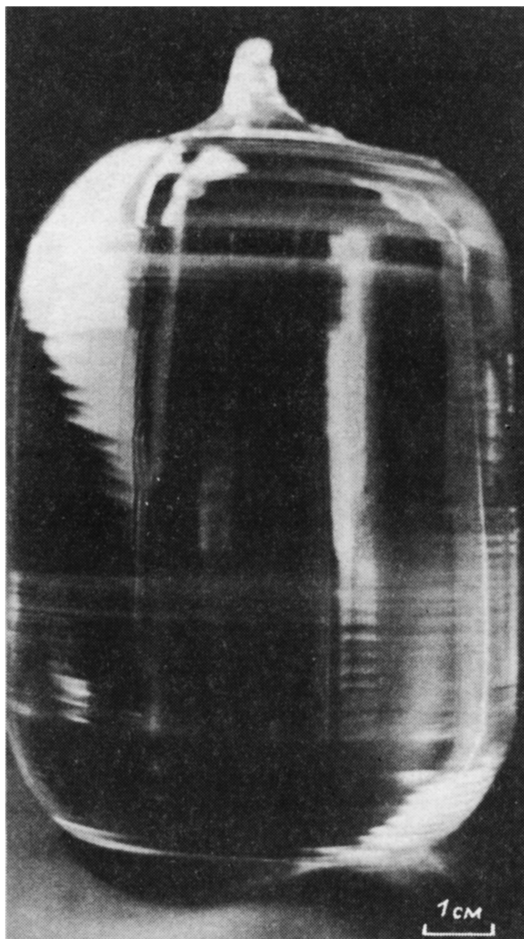


Рис. 2. Кристалл ниобата лития.

Монокристаллы молибдата гадолиния с максимальным поперечным размером 30 мм выращивались способом Чохральского и модифицированным способом Степанова на аналогичных установках по методике, описанной ранее в работе [8].

Постановка задачи

Одной из основных задач выращивания кристаллов заданной формы является разработка новых стратегий управления. Как известно [11], регуляторы по состоянию теоретически имеют преимущества перед регуляторами по отклонению массы, которые реализованы у нас в настоящее время. Регуляторы по состоянию целесообразно использовать для неустойчивых объектов, для обеспечения устойчивости которых необходимо вводить обратные связи по нескольким переменным состояниям.

Первым этапом практического синтеза этих регуляторов является решение задачи оценки состояния объекта управления в ходе техноло-

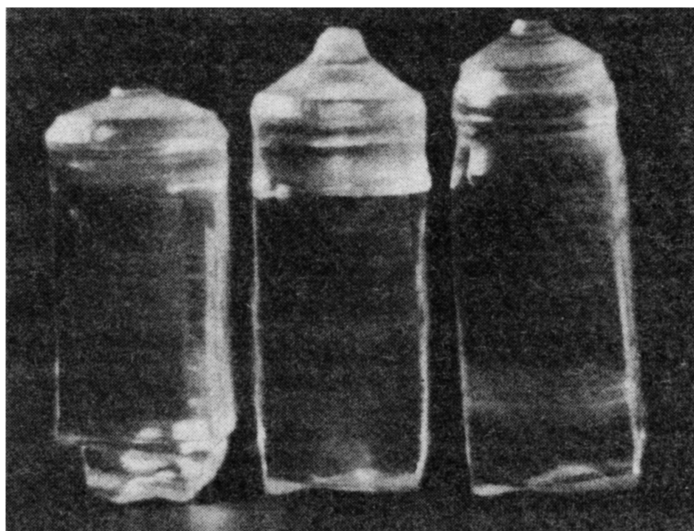


Рис. 3. Кристаллы молибдата гадолия.

гического процесса, что и является предметом рассмотрения данной работы. Подобная задача оценки состояния была решена в работе [12] для используемого при выращивании кристаллов кремния оптического датчика светящегося кольца, окружающего мениск. В работе [13] на основе линейной динамической модели процесса производилась оценка состояния объекта управления по реакциям системы кристалл—расплав на скачок скорости вытягивания.

В нашей работе определение вектора состояния осуществляется на основе решения нелинеаризованного уравнения наблюдения датчика веса в ходе технологического процесса как на этапе стационарного роста (формирование цилиндра), так и на этапе разращивания кристалла.

Итак, под объектом управления мы понимаем систему расплав—кристалл, а вектором x состояния считаем расширенный вектор, компонентами которого являются радиус r кристалла, высота h мениска и связанные с ними величины: угол α разращивания (сужения), длина l кристалла, уровень H расплава в тигле (рис. 1). Задача решается в предположении существования плоского фронта кристаллизации. Для кристалла, вытягиваемого со скоростью V и имеющего в момент времени t длину l , радиус r , высоту мениска h и угол α_m между вертикалью и мениском в точке встречи трех фаз, известно значение M массы, взвешиваемой датчиком веса. Выражение для массы M впервые было определено в работе [4] и имеет вид

$$\pi \rho_s \int_0^l r^2(z) dz + \pi \rho_l r^2(l) h + \pi \rho_l a^2 r(l) \cos \alpha_m = M(l), \quad (1)$$

где a — капиллярная постоянная; ρ_s , ρ_l — плотности твердой и жидкой фаз соответственно.

Длина l выращиваемого кристалла находится следующим образом:

$$l = l_s - h - H, \quad (2)$$

где $l_s = \int_{t_0}^t V(\tau) d\tau$ — величина перемещения вытягивающего штока.

Из закона сохранения массы в отсутствие подпитки расплава шихтой следует

$$H = - \frac{M - M_0}{\pi \rho_l R^2} + H_0. \quad (3)$$

Радиус тигля $R = R(H)$ может быть непостоянным и определяется уровнем расплава. Величины l_0 , M_0 и H_0 являются начальными значениями функций $l(t)$, $M(t)$, $H(t)$ (т.е. в момент времени $t = t_0$). Функции $V(t)$ или $l(t)$ считаются известными.

Для процесса⁵ кристаллизации в предположении существования угла ε роста можно записать [14]

$$\alpha = \operatorname{arctgr}'_2 = \alpha_m - \varepsilon \text{ при } z = l, \quad (4)$$

$$h = h(r, \alpha_m). \quad (5)$$

Для процесса плавления ($V_k \leq 0$), что также может иметь место при выращивании кристалла, соотношение (4) не выполняется [14]. Однако в этом случае профиль кристалла $r = r(l)$ и h известны, а выражение для

$$\alpha_m = f(h, r) \quad (6)$$

находится из приближенного уравнения Лапласа [15]. В начале процесса выращивания кристалла известны параметры затравочного кристалла

$$r \Big|_{l=l_0} = r_0 \quad (7)$$

и

$$\alpha \Big|_{l=l_0} = \alpha_0. \quad (8)$$

Таким образом, система уравнений (1)–(6) с начальными условиями (7), (8) определяет задачу Коши для определения вектора состояния x .

Метод вычисления реального вектора состояния

Система уравнений (1)–(6) является нелинейной и, как отмечено в работе [6], может иметь не единственное решение. В данной работе не

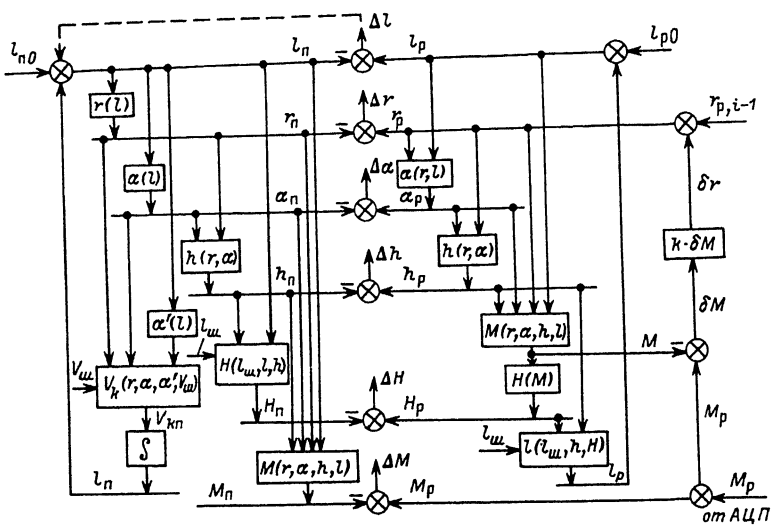


Рис. 4. Блок-схема процесса вычисления вектора состояния x и отклонения Δx .

ставится цель найти все возможные решения, а выделить лишь то, которое наиболее близко к программно задаваемому в процессе роста вектору x_n состояния, что действительно имеет место при выращивании кристаллов. В самом деле, в хорошо настроенной системе управления отклонение Δx реального вектора состояния от программного должно быть малым.

Для решения системы (1)–(6) предлагается итерационный процесс, блок-схема которого приведена на рис. 4. Прямоугольниками здесь обозначены вычисления соответствующих выражений. В левой части рисунка для заданного профиля $r(l)$ показано формирование программных значений вектора x_n и массы M_n согласно выражениям (1)–(5). Приближенное выражение для высоты h мениска известно из работ [16, 17], а выражение для скорости V_k кристаллизации определено в работе [7]. В последней работе также подробно описан алгоритм расчета программных зависимостей. В правой части блок-схемы определяются реальные значения вектора x_n . Для вычисления этих величин используется метод последовательных приближений, суть которого сводится к корректировке радиуса r на каждом итерационном шаге по рассогласованию δM между измеренной датчиком веса массой M_p и расчетной массой M_n . Таким образом, значение радиуса $r_{p, l}$ на l -м шаге итерации рассчитывается следующим образом:

$$r_{p, l} = r_{p, l-1} + k \delta M_l, \quad (9)$$

где k — весовой коэффициент, влияющий на сходимость вычислительного процесса.

Этот коэффициент выбирается так, чтобы обеспечить хорошую сходимость численного счета на всех стадиях процесса выращивания кристалла. После нахождения радиуса r_p вычисляются реальные значения l_p , α_p , h_p , H_p согласно выражениям (1)–(6). Поскольку значения массы M_p , измеряемые в процессе роста датчиком веса, как правило, зашумлены посторонним сигналом, то в ряде случаев наблюдалось отсутствие сходимости итерационного процесса. Для обеспечения надежной сходимости численного счета использовалось сглаживание профиля $r_p(l_p)$ одномерным сплайном или усреднение $\alpha_p(l_p)$ по нескольким точкам. Следует отметить, что определение r_p и α_p по (9) и (4), согласно приведенной блок-схеме вычислительного процесса, является справедливым только при кристаллизации ($V_k > 0$). В случае плавления ($V_k \leq 0$) поступаем следующим образом. Профиль $r_p(l_p)$ уже вычислен и известен, для найденного на этом профиле значения r_p и вычисленного значения h_p определяется угол $\alpha_p(r_p, l_p, h_p, l_{p-1})$ согласно выражению из работы [15]. Дальнейшие вычисления производятся аналогично случаю кристаллизации ($V_k > 0$).

На этапах формирования переходных участков для расчета программного вектора x_n и массы M_n целесообразно использовать вместо программной длины l_n ее реальное значение l_p (штриховая линия на рис. 4, обозначающая Δl — добавку к l_n). Как показано в работе [18], учет в АСУ реальной длины кристалла при формировании нецилиндрических фигур вращения позволяет повысить качество управления профилем кристалла.

Обсуждение численных и экспериментальных результатов

Для сравнения численных расчетов с экспериментальными результатами был проведен процесс роста кристалла ниобата лития диаметром 80 мм, который осуществлялся по стандартной технологии, кратко описанной во Введении. В ходе выращивания на этапе формирования цилиндрической части было произведено скачкообразное увеличение мощности нагревателя, которое привело к увеличению температуры в зоне кристаллизации и сужению кристалла. На некоторое время был отключен регулятор диаметра кристалла. После получения отклонения массы растущего кристалла от заданной в несколько десятков граммов был включен регулятор и кристалл снова был выведен на заданный диаметр. Описанный переходный процесс показан на рис. 5. На этом же рисунке показаны графики экспериментального (сплошная линия) и расчетного (штриховая линия) переходных процессов $r_p(l_p)$. Отличие расчетной кривой от экспериментальной может быть обусловлено имеющейся зоной нечувствительности датчика веса, временной задержкой программного фильтра, а также погрешностью вычислений радиуса r_p .

На рис. 6 показаны графики отклонений $\Delta l(l_p)$, $\Delta r(l_p)$, $\Delta \alpha(l_p)$, $\Delta h(l_p)$, построенные для всего экспериментального процесса выращивания

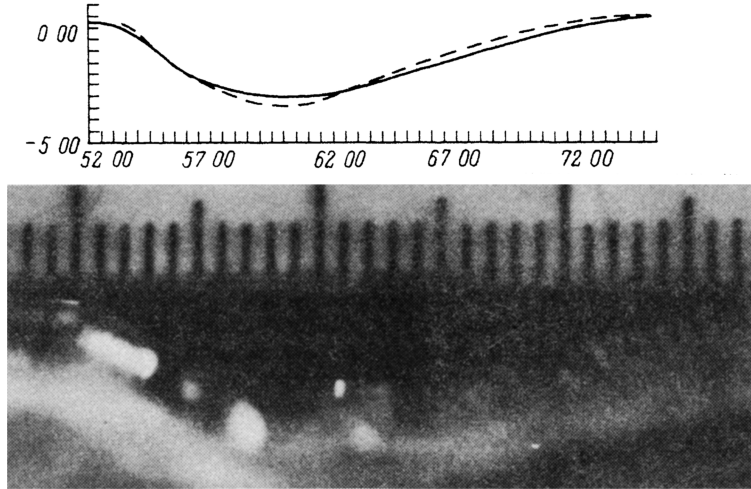


Рис. 5. Переходный процесс на боковой поверхности кристалла ниобата лития.

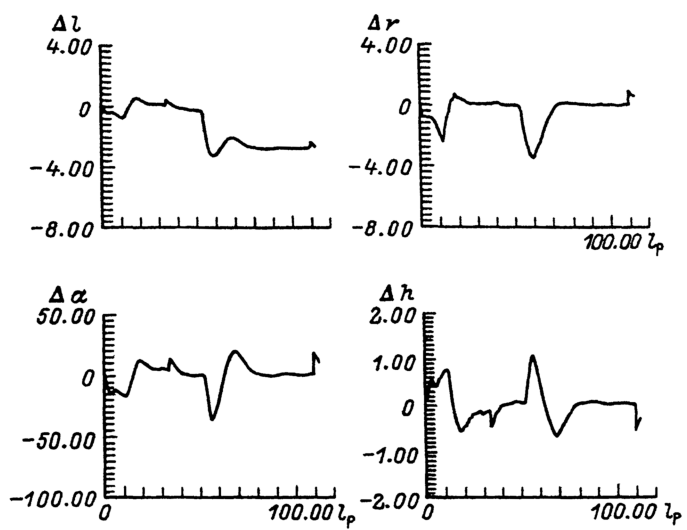


Рис. 6. Графики отклонений Δl , Δr , $\Delta \alpha$, Δh , полученные в процессе выращивания кристалла ниобата лития.

ния кристалла. Расчет этих функций производился предложенным методом для всех значений массива M_p , который был получен в ходе экспериментального роста. Вычисление отклонений для каждого значения $M_{p,j}$ (j — номер элемента массива M_p) производилось до тех пор, пока невязка δM не становилась достаточно малой (например, $|\delta M|_{\min} = 10^{-4}$ г, что соответствовало $|\delta r|_{\min} = 10^{-5}$ мм). При этом число N

итераций на различных стадиях роста кристалла ($r_n = 3$ мм) N находилось в пределах от 100 до 300, тогда как на этапе формирования цилиндра ($r_n = 40$ мм) N изменялось от 10 до 30. Уменьшение числа N итераций по мере увеличения радиуса r_n связано с уменьшением приведенного отклонения скорости изменения массы $\Delta \dot{M} / \dot{M}_n = (\dot{M}_n - \text{программная скорость изменения массы кристалла})$.

Аномальное поведение кривых на участке длины от 50 до 80 мм обусловлено экспериментальным скачкообразным увеличением мощности нагревателя. Скачкообразные изменения графиков на завершающей стадии роста кристалла объясняются переходом управляющей программы к формированию обратного конуса, заданные значения которого АСУ не успела обработать. Начальные участки кривых (до длины $l_p \cong 38$ мм) относятся к стадии разрачивания кристалла, которое производилось согласно алгоритму, предложенному в работе [7]. Большие ошибки управления на этой стадии, соответствующие максимальным отклонениям $\Delta l, \Delta r, \Delta \alpha, \Delta h$, относятся к большим углам разрачивания $\alpha_n = 60 - 75^\circ$.

Выводы

Разработанный метод оценки состояния объекта управления ростом кристаллов хорошо зарекомендовал себя в системе управления ростом кристаллов. Получаемая в процессе выращивания информация может быть использована для синтеза регуляторов по состоянию. Кроме того, стало возможным отображение состояния системы расплав—кристалл на экране дисплея. Это позволяет технологам следить за динамикой процесса роста не только по отклонениям массы и ее производных, но также по изменениям имеющих ясный физический смысл величин, какими являются радиус кристалла, высота мениска и т. д. Разработанная система управления может быть использована для выращивания различных оксидных материалов способом Чохральского и модифицированным способом Степанова.

С п и с о к л и т е р а т у р ы

- [1] Van Dijk H.J.A., Goorissen J., Gross U. et al. // J. Acta Electron. 1974. Vol. 54. P. 45—55.
- [2] Асташкин С.А., Булатов Е.Д., Осико В.В. и др. // Тр. ФИАН. 1983. Т. 135. С. 43—52.
- [3] Грузинцев С.А., Лубе Э.Л., Амброк А.Г., Пеллер В.В. // Изв. АН СССР. Сер. физ. 1985. Т. 49. С. 2324—2328.
- [4] Bardsley W., Hurlle D.T.J., Joyce G.C. // J. Cryst. Growth. 1977. Vol. 40. P. 13—20.
- [5] Бурачас С.Ф. // Канд. дис. Харьков, 1981. 191 с.
- [6] Gevelber M.A., Stephanopoulos G., Wargo M.J. // J. Cryst. Growth. 1988. Vol. 91. P. 199—217.
- [7] Satunkin G.A., Rossolenko S.N., Kurlov V.N. et al. // Cryst. Res. Technol. 1986. Vol. 1. 21. P. 1257—1264.
- [8] Red'kin B.S., Kurlov V.N., Pet'kov I.S., Rossolenko S.N. // J. Cryst. Growth. 1990. Vol. 104. P. 77—79.

- [9] *Pet'kov I.S., Red'kin B.S.* // *J. Cryst. Growth.* 1990. Vol. 104. P. 20—22.
- [10] *Satunkin G.A., Rossolenko S.N.* // *Cryst. Res. Technol.* 1986. Vol. 21. P. 1125—1138.
- [11] *Изерман Р.* Цифровые системы управления. М.: Мир, 1984. 541 с.
- [12] *Gross U., Kersten R.* // *J. Cryst. Growth.* 1972. Vol. 15. P. 85.
- [13] *Лейбович В.С., Затуловский Л.М., Ланин Д.Н. и др.* // *Изв. АН СССР. Сер. физ.* Т. 49. С. 2335—2342.
- [14] *Воронков В.В.* // *ФТТ.* 1963. Т. 5. Вып. 1. С. 415—417.
- [15] *Жданов А.В., Россоленко С.Н., Губина Л.И.* // *Сб. матер. Всесоюз. совещания по получению профилированных кристаллов и изделий способом Степанова и их применению в народном хозяйстве.* Л., 1989. С. 39—42.
- [16] *Цивинский С.В.* // *ИФЖ.* 1962. Т. 5. С. 59—65.
- [17] *Uelhoff W., Mika K.* // *Berichte der Kern for Sehungsanlage.* 1975. P. 1195.
- [18] *Россоленко С.Н., Татарченко В.А.* // *Тез. докл. III Всесоюз. конф. „Актуальные проблемы получения и применения сегнето- и пьезоэлектрических материалов и их роль в ускорении научно-технического процесса“.* М., 1987. С. 32.

Институт физики твердого тела
Черноголовка
Московская область

Поступило в Редакцию
4 марта 1991 г.
В окончательной редакции
25 июня 1991 г.