

# PVT法碳化硅SIC晶体生长工艺高精度 压力控制解决方案及其配套装置的国产化替代

## High Precision Pressure Control Solution for PVT Method SIC Crystal Growth Poces and Localized Replacement of Its Supporting Equipments

摘要：本文针对目前PVT法SiC单晶生长过程中真空压力控制存在的问题，进行了详细的技术分析，提出了相应的解放方案。解决方案的核心方法是采用上游和下游同时控制方式来大幅提高全压力范围内的控制精度和稳定性，关键装置是低漏率和高响应速度的电动针阀、电动球阀和超高精度的工业用PID控制器。通过此解决方案可实现对相应进口产品的替代。

### 一、问题的提出

碳化硅单晶材料，作为宽带隙半导体材料，具有优异的物理特性和电学性能，特别适合于制造高温、高频、大功率、抗辐射、短波长发光及光电集成器件，因此被广泛应用于航空、航天、雷达、通讯等领域。目前，碳化硅单晶的生长一般采用PVT法工艺。由于碳化硅单晶生长的最终目的是为了获取大尺寸、低缺陷的碳化硅单晶，随着碳化硅单晶的尺寸增大，对单晶炉内的真空压力控制要求极高，工艺气体的压力变化对SiC晶体的生长速度和晶体质量产生极大影响。图1所示为一典型SiC单晶生长工艺中压力、温度和工艺气体随时间的变化曲线。

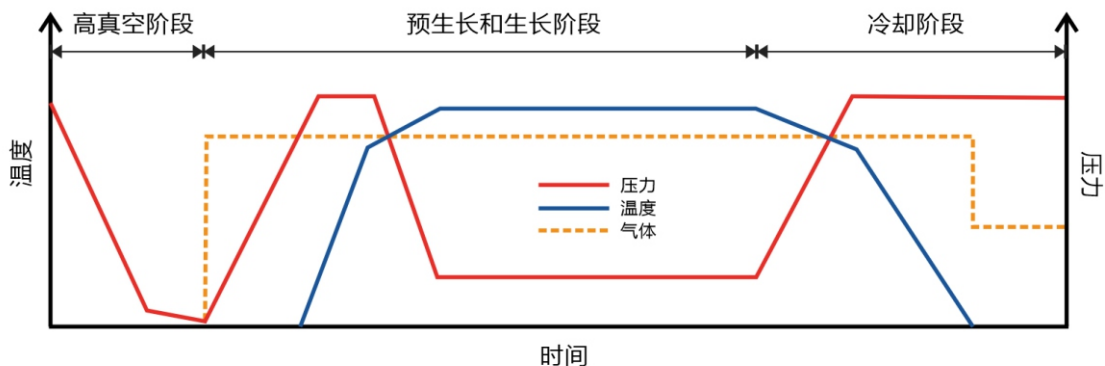


图1 PVT法碳化硅单晶生长过程中压力、温度和气体的随时间变化过程

从图1所示的工艺曲线可以看出，晶体生长炉内的压力控制是一个全真空度范围的精密变化过程，整个真空度变化范围横跨低真空和高真空（ $10^{-4}$ Pa~ $10^5$ Pa），特别是在 $10^{-1}$ Pa~ $10^5$ Pa的低真空范围内需要精密控制。目前在利用PVT法制备SiC单晶时，普遍还存在以下几方面问题。

(1) 普遍采用下游模式（调节出气速率）控制全过程的真空度变化，在0.1~1000Pa的较高真空区间控制精度极差，晶体生长容器内的压力波动大（约 $\pm 10\%$ ）。

(2) 真空控制装置所采用的调节阀和PID控制器基本都采用MKS、VAT和CKD等公司的上游流量控制阀（Upstream Flow Control Valves）、下游排气节流阀（Downstream Exhaust Throttle Valves）及其配套的PID阀门控制器（PID Valve Controllers）。尽管为了降低成本目前已有多种集成了PID控制器的一体式结构的下游排气节流阀，但整体造价还是较高。

(3) 真空压力国产化替代产品也在逐步兴起，但普遍还存在阀门漏率大、阀门调节响应时间长和不同量程真空计无法自动切换等问题，致使无法同时采用上游和下游控制模式实现全量程范围内的真空压力高精度控制。

本文将针对上述PVT法SiC单晶生长过程真空压力控制存在的问题，进行详细的技术分析，并提出相应的解决方案。解决方案的核心是采用上游和下游同时控制方式来大幅度提高全压力范围内的控制精度和稳定性，并介绍相应的低漏率和高响应速度的真空用电动针阀、电动球阀和超高精度的工业用PID控制器，由此实现对相应进口产品的替代。

## 二、碳化硅单晶生长的压力变成过程分析

图1所示为目前PVT法第三代碳化硅单晶生长过程中的压力、温度和气体流量变化曲线，其中红线表示了非常典型的真空压力变化过程。通过对真空压力各个阶段的变化过程进行分析，以期深入理解PVT法SiC单晶生长过程中对真空压力变化的要求。

如图1所示，SiC单晶生长过程中真空压力的变化分为以下几个阶段：

(1) 高真空阶段：在高真空阶段，需要通过机械泵和分子泵在晶体生长容器内形成高真空 ( $1 \times 10^{-3} \text{Pa} \sim 1 \times 10^{-5} \text{Pa}$ )，以清除容器和物料内的空气和水分。此高真空阶段要求气压需要以较慢的恒定速率进行降压，由此来避免碳化硅粉料形成扬尘。

(2) 预生长阶段：同理，在预生长阶段，随着工艺气体的充入和温度的逐渐升高，也要求容器内的气压按照恒定速率逐渐升至常压或微正压，此烘烤和气体置换进一步清除空气和水分。

(3) 生长阶段：在晶体生长阶段要求容器气压按照恒定速度逐渐降低到某一设定值（生长压力），并保持长时间恒定。不同的生长设备和工艺一般会采用不同的生长压力，专利“一种碳化硅晶体的破碎晶粒用于再生长碳化硅单晶的方法”CN114182357A中，生长压力为200~2000Pa；专利CN114214723A“一种准本征半绝缘碳化硅单晶的制备方法”中，生长压力为10000~80000Pa；专利CN215404653U“碳化硅单晶生长控制装置”中，生长压力控制在0.2~0.7Pa范围内；专利CN217231024U“一种碳化硅晶体生长炉的压力串级控制系统”中，生长压力范围为100~500Pa。由此可见，所涉及的生长压力是一个从0.2Pa至80kPa的宽泛区间。

(4) 冷却阶段：在冷却阶段，随着温度的逐渐降低，要求容器内的气压按照恒定速率逐渐升至常压或微正压。

从上述单晶生长过程中气压变化的几个阶段可以看出，真空压力控制装置要达到以下主要技术指标，而这些也基本都是进口产品已经达到的技术指标。

(1) 漏率：小于 $1 \times 10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$

(2) 控制精度和长期稳定性：在任意真空压力下，控制精度优于1%（甚至0.5%），长期稳定性优于1%（甚至0.1%）。

(3) 响应速度：小于1s。响应速度往往也决定了控制精度和长期稳定性，特别是在温度和流量的共同影响下，真空压力会产生快速波动，较快的响应速度是保证精密控制的关键。

(4) 连接不同量程真空计：可连接2只不同量程电容真空计以覆盖整个真空压力测量控制范围，并可根据相应真空度进行传感器的自动切换和控制。

(5) 可编程控制：可编程进行任意压力控制曲线的设置，并可存储多条控制曲线以便不同工艺控制的调用。

(6) PID参数：可自整定，并可存储和调用多组PID参数。

(7) 上位机通讯：与上位机（如PLC和计算机）进行通讯，并具有标准通讯协议。

### 三、高精度真空压力控制解决方案

从上述分析可以得知，不同的碳化硅晶体生长工艺所需的压力是一个从0.2Pa至80kPa的广泛区间，目前国内外在晶体生长工艺压力过程中普遍都采用下游控制模式，即在真空泵和生长容器之间安装节流阀，通过恒定上游进气流量，通过节流阀调节下游排气流量来实现真空压力控制。对于大于1kPa的高气压区间，这种下游控制模式十分有效可实现压力精密控制，但对于低压区间（0.1Pa~1kPa），下游模式的控制效果极差，必须要采用调节进气流量和恒定下游抽气流量的上游控制模式。

上游模式控制方法在碳化硅单晶生长工艺中应用的一个典型案例是专利 CN217231024U “一种碳化硅晶体生长炉的压力串级控制系统”，其中生长阶段的压力范围为100~500Pa，可将压力稳定控制在 $\pm 0.3$ Pa。另外，上游控制模式已经广泛应用在真空控制领域，我们在以往的实际应用和验证试验中也都证实过上游模式可实现1kPa以下低气压的精确控制。

综上所述，要实现0.2Pa至80kPa全范围内的真空压力精密控制，需要分别采用上游和下游模式。由此，我们提出了可同时实施上游和下游模式的真空压力高精度控制解决方案，这种上下游同时进行控制的真空压力控制系统结构如图2所示。

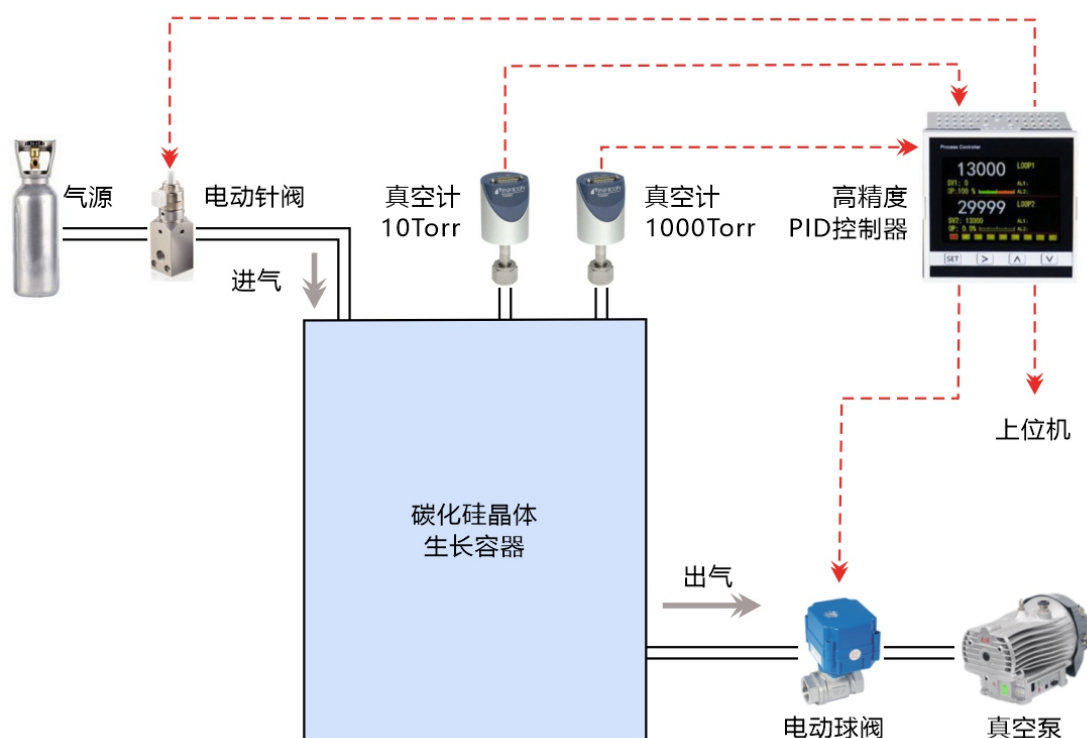


图2 上下游双向真空压力控制系统结构示意图

在图2所示的解决方案中，采用了两只电容真空计来覆盖0.2Pa至80kPa的全真空量程，真空计的测量信号传送给PID控制器，由PID控制器分别驱动上游的电动针阀和下游的电动球阀，由此闭环控制回路实现全量程范围内的真空压力精密控制。真空压力的具体控制过程是：

(1) 当压力控制设定值位于大于1kPa的高气压范围时，PID控制器处于下游控制模式，PID控制器调节上游的电控针阀为恒定开度，并对下游的电控球阀进行PID自动调节，通过快速调整电控球阀的开度变化使生长容器内的压力测量值快速等于设定值。

(2) 当压力控制设定值位于小于1kPa的低气压范围时，PID控制器处于上游控制模式，PID控制器调节下游的电控球阀为恒定开度，并对上游的电控针阀进行PID自动调节，通过快速调整电控针阀的开度变化使生长容器内的压力测量值快速等于设定值。

## 四、配套装置的国产化替代

本文提出的解决方案，在真空计、电控阀门和PID控制器满足技术指标要求的前提下，可实现高精度的真空压力控制，通过实际应用和考核试验都验证了控制精度可以达到真空计的最高精度，稳定性可以轻松达到设定值的 $\pm 0.5\%$ ，甚至在大部分真空压力量程内稳定性可以达到设定值的 $\pm 0.1\%$ 。

在进行 $0.1\text{Pa} \sim 100\text{kPa}$ 范围内的真空度控制过程中，目前真空技术应用领域普遍采用是国外产品，比较典型的有INFICON、MKS、VAT和CKD等公司的薄膜电容真空计、上游流量控制阀、下游排气节流阀及其配套的PID阀门控制器。

随着国产化技术的发展，除了薄膜电容真空计和高速低漏率电动蝶阀之外，其他真空压力控制系统的主要配套装置已经完全实现了国产化，低漏率和快速响应等关键技术的突破，使整体技术指标与国外产品近似，PID控制器与国外产品相比具有更高的测控精度，并且还具备国外产品暂时无法实现的双向模式控制功能，真空压力控制比国外产品具有更高的控制精度和稳定性。

国产化替代的关键配套装置包括高速低漏率真空用电控针阀和电控球阀，以及多功能超高精度通用型PID控制器，如图3所示。



图3 国产化的电动针阀、电动球阀和高精度PID控制器

图3所示的国产化配套装置都达到了第2节中的技术指标要求，特别是高精度的工业用PID控制器更是具有优异性能，其中的24位模数转换、16位数模转换和双精度浮点运算的 $0.01\%$ 最小输出百分比是目前国内外工业用PID控制器的顶级指标，可实现压力、温度和流量等工艺参数的超高精度控制。

## 五、总结

针对PVT法单晶生长工艺，本文提出的上下游双向控制解决方案可实现全量程范围内真空压力的快速和高精度控制，此解决方案已在众多真空技术领域内得到了应用，相应配套的电动针型阀和电动球形阀具有国外产品近似的技术指标，工业用超高精度PID控制器更是具有优异的性能。这些配套装置结合各种真空压力传感器和双向控制方法可实现真空压力的高精度控制。