

REGULÁTOR TEPLoty PRO PĚSTOVÁNÍ KRYSTALU Z CIZÍ TAVENINY

HUBERT SVOBODA, MILOŠ NEVŘIVA

Ústav fyziky pevných látek ČSAV, Praha 6, Cukrovarnická 10

Došlo 19. 12. 1974

Pro potřebu přípravy monokrystalů fluxovou metodou byl zkonstruován programový regulátor teploty založený na způsobu třípolohové vlečné regulace. Při konstrukci bylo použito moderních operačních zesilovačů a číslicových stavebních jednotek. Regulátor umožňuje volbu optimálního teplotního režimu v rozsahu teplot 20—1450 °C, včetně využití teplotních oscilací s proměnnou amplitudou (od 0 do 80 K) a doby (8, 16, 32, 64 nebo 128 min) při rychlostech stálého klesání teploty 0,8, 1,6, 3,3, 6,5, 12,5, 24, 43 K/h. Regulátor zaručuje v oblasti teplot 1000—1450 °C dodržení zvoleného teplotního režimu s odchylkou menší než 1 K.

ÚVOD

Princip metody pěstování krystalů z cizí taveniny záleží v pomalém ochlazení taveniny obsahující pěstovaný materiál a vhodné tavivo. Výchozí směs se nejdříve nahřívá v kelímku při určité teplotě tak dlouho, až vznikne homogenní tavenina. Při následujícím ochlazení dochází k žádané krystalizaci rozpuštěné látky. Tato metoda dovoluje připravit monokrystaly látek např. s vysokým bodem tání, s inkongruentním bodem tání apod. Na druhé straně strukturní dokonalost a velikost vypěstovaných krystalů jsou obvykle málo uspokojivé.

Strukturní vady jsou způsobeny spontánním mechanismem růstu krystalů, který má za následek vznik inkluzí, dislokací apod. Příčinou nedostatečného rozměru krystalů je vznik velkého počtu zárodků, způsobeného nevhodným vztahem mezi rychlostí růstu krystalů a rychlostí nukleace.

Tvorba zárodků i mechanismus růstu velmi úzce souvisí s rozdělením teplot a koncentrací v tavenině. Toto rozdělení lze vhodným řízením teplotního režimu pece ovlivnit tak, aby nežádoucí stránky mechanismu krystalizace byly potlačeny. Příkladem teplotního režimu, který snižuje počet vznikajících krystalizačních zárodků a umožňuje růst velkých krystalů, je režim s teplotními oscilacemi navržený Hintzmannem a Müllerem—Vogtem [1].

Běžně vyráběné regulátory teploty však nedovolují zaručit požadovaný teplotní režim s dostatečnou přesností. Proto byl zkonstruován programový regulátor teploty, který umožňuje volbu optimálního teplotního režimu pro přípravu monokrystalů fluxovou metodou, včetně využití nastavitelných teplotních oscilací.

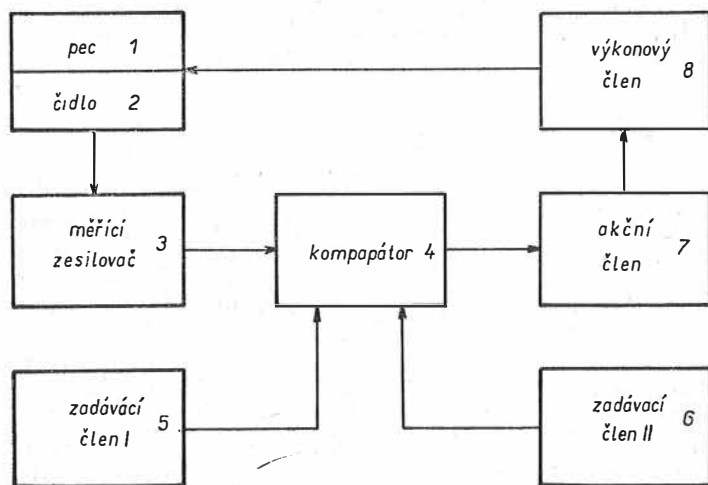
POPIS A FUNKCE REGULÁTORU

Technické údaje

Regulační rozsah teplot	20 — 1450 °C
Rychlost klesání teploty	0,8, 1,6, 3,3, 6,5, 12,5, 24, 43 K/h
Práh citlivostí	± 4 —40 μV
Amplituda teplotních oscilací	0—80 K
Doba teplotních oscilací	8, 16, 32, 64, 128 min.

Princip a blokové schéma regulátoru

Elektrická pec spolu s regulátorem teploty tvoří regulační soustavu, ve které je porovnávána skutečná teplota snímaná čidlem (termočlánkem) na topném elementu pece a teplota předepsaná zvoleným teplotním programem. V případě malých rozdílů je pec napájena základním příkonem. Je-li odchylka větší a kladná, pec se vypne, a je-li odchylka větší a záporná, pec se přepne na dvojnásobný příkon. Popsaný způsob regulace se nazývá třípolohovou vlečnou regulací [2], [3]. Na obr. 1 je blokové schéma regulační soustavy,



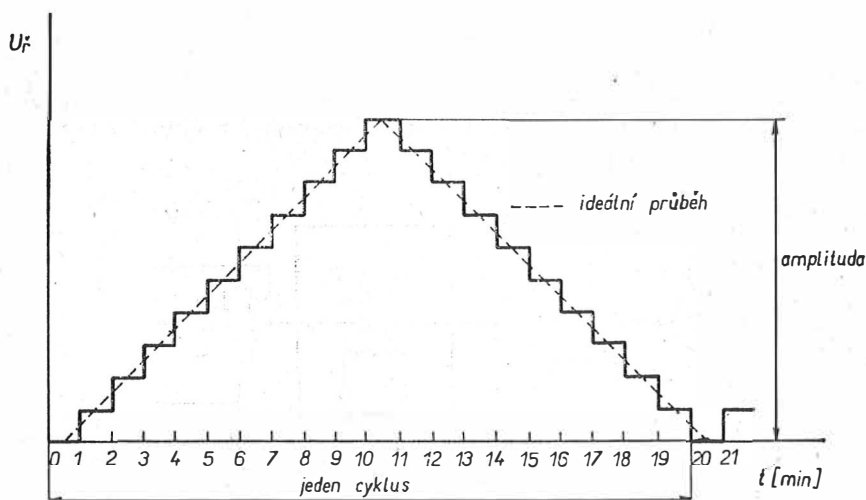
Obr. 1. Blokové schéma regulační soustavy.

kde zadávací člen I je zdroj signálu lineární časové závislosti, zadávací člen II je zdroj signálu teplotních oscilací, akční člen je složen z komplementárních Schmidových klopných obvodů a příslušných výkonových spinačů, výkonový člen je tvořen dvěma tyristory, zapojenými antiparalelně.

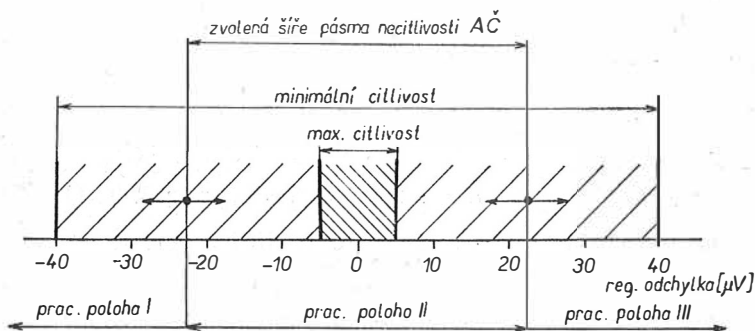
Funkce regulátoru

Časová závislost teploty je vytvářena pomocí zadávacích členů I a II. Teplota, požadovaná v daném okamžiku, je určena hodnotou řídicího signálu, který je součtem dílčích signálů zmíněných zadávacích členů.

Dílčí řídicí signál zadávacího členu I, určující lineární složku časové závislosti, je získáván ze zdroje stejnosměrného napětí rovnoměrným posunem jezdec potenciometru. Jezdec potenciometru je spojen elektromagnetickou spojkou přes sedmistupňovou převodovku se střídavým synchronním motorkem.



Obr. 2. Znárodnění aproximace průběhu teplotních oscilací stupňovitou funkcí.

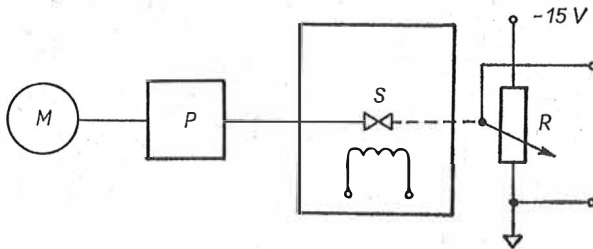


Obr. 3. Závislost pracovního režimu regulátoru na citlivosti měřicího členu a na velikosti regulační odchylky.

Dílčí řídicí signál zadávacího členu II ovládá teplotní oscilace a je přiváděn přes odporový dělič ze stejného zdroje stejnosměrného napětí. Hladký tvar teplotních oscilací (obr. 2a) je nahrazen stupňovitou funkcí (obr. 2b), která je získávána programovým zkratováním váhových odporů děliče pomocí relé, ovládaných reverzibilním čítačem. Čítač je ovládán pulsy, jejichž kmitočet je nastavitelný v poměru 1 : 1, 1 : 2, 1 : 4, 1 : 8. Volbou tohoto kmitočtu se určuje doba teplotních oscilací. Amplitudu oscilací lze měnit plynule napětím přiváděným na vstup děliče.

Oba dílčí signály jsou přiváděny na vstup komparátoru, kde je jejich součet porovnáván s přiměřeně zesíleným napětím termočlánku, umístěného na topném vinutí. Podle hodnoty reg. odchylky a zvolené šíře pásma necitlivosti akčního členu volí regulátor příslušnou pracovní polohu (obr. 3).

Jestliže diference obou porovnávaných napětí je v pásmu necitlivosti akčního členu (pracovní poloha II), jsou tyristory výkonového členu zčásti otevřeny a vinutím pece prochází přibližně polovina celkového příkonu. V případě, že regulační odchylka je vně zmíněné oblasti necitlivosti, pak při záporné odchylce (napětí termočlánku je menší než referenční napětí) oba tyristory jsou zcela otevřeny a vinutím prochází plný příkon (pracovní poloha I), kdežto při kladné odchylce jsou oba tyristory uzavřeny a vinutím neprochází proud (pracovní poloha III).



Obr. 4. Blokové schéma zadávacího členu I.

Konstrukce jednotlivých částí regulátoru

Zadávací člen I

Zadávací člen je složen z těchto částí:

- synchronního motoru M , typ SM 375
- sedmistupňové rychlostní skříně P
- elektromagnetické spojky S
- dvacetibrátkového aripotu R s lineárním průběhem; 100 k Ω .

Funkce a sestavení zadávacího členu jsou zřejmé z obr. 4.

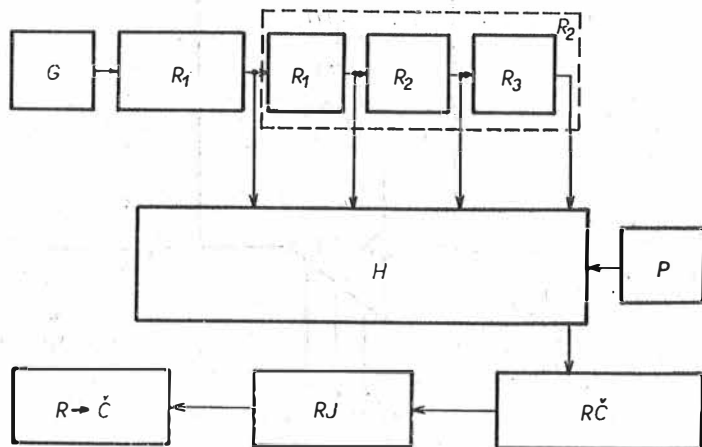
Zadávací člen II

Princip zadávacího členu II ukazuje blokové schéma na obr. 5, kde:

G — generátor impulsů $f = 1,333$ Hz, RI_1 — reduktor impulsů 1 : 16, RI_2 — reduktor impulsů 1 : 2 až 1 : 8, H — blok hradel, P — přepínač ovládání jednotlivých hradel, RC — reverzibilní čítač, RJ — reléová jednotka, $C \rightarrow A$ — číslicově analogový převodník.

Vstup reduktoru impulsů RI_1 [5] je napájen generátorem impulsů G . Opačovací kmitočet výstupního signálu generátoru je 1,333 Hz o střídě 1 : 1. Vydělený kmitočet je přiváděn jednak na vstup jednoho z hradel hradlového bloku H , jednak ke vstupu reduktoru impulsů, sestávajícího ze tří binárních stupňů R_1 , R_2 a R_3 . Jednotlivé výstupy binárních stupňů jsou přiváděny ke vstupům zbývajících hradel hradlového bloku H , jenž je tvořen čtyřmi samostatnými dílčími hradly, jejichž průchodnost se volí přepínačem P . Výstupy

těchto dílčích hradel jsou spojeny a vedeny na vstup reverzibilního čítače $R\check{C}$ [5], pracujícího ve váhovém kódu 8421. K jednotlivým antivalentním výstupům čítače jsou připojena vinutí příslušných relé releové jednotky RJ , jež svými kontakty ovládají číslicově analogový převodník $\check{C} \rightarrow A$. Odporový dělič $\check{C} \rightarrow A$ převodníku je napájen stabilizovaným zdrojem referenčního napětí. Každé číselné kombinaci na dekádě reverzibilního čítače odpovídá určitá kombinace propojení váhových odporů odporového děliče $\check{C} \rightarrow A$ převodníku, čímž je určována velikost řídicího napětí.



Obr. 5. Blokové schéma zadávacího členu II.

Měřicí zesilovač

Měřicí zesilovač upravuje napětí termočlánu $u_T = 0$ až 15 mV na unifikovaný signál $u_0 = 0$ až 10 V a je konstruován s použitím přesného operačního zesilovače AS101 [6]. Z uvedených hodnot napětí vyplývá požadavek velikosti zisku A měřicího zesilovače, pro který platí vztah

$$A = \frac{u_0}{u_T} = \frac{R_0}{R_1}, \quad (1)$$

kde R_0 — odpor zpětnovazební větve,
 R_1 — odpor přímé větve.

Byl zvolen celkový odpor přímé větve $R_1 = 9,5 \cdot 10^3 \Omega$ (2×4175). Ze vztahu (1) vyplývá velikost zpětnovazebního odporu $R_0 = 6,26 \cdot 10^6 \Omega$. Frekvenční přenosová charakteristika zesilovače je upravena kapacitami $C_1 = 40 \text{ M}/4 \text{ V}$ a $C_2 = \text{M}1/40 \text{ V}$. Zjednodušené schéma měřicího zesilovače ukazuje obr. 6.

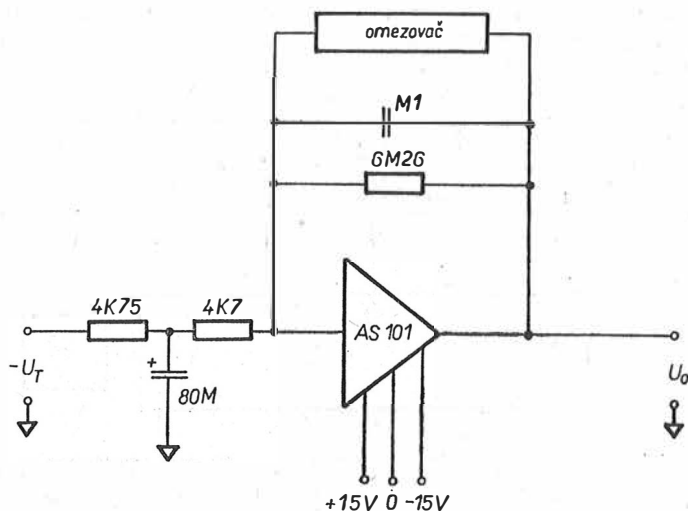
Komparátor

Základ komparátoru tvoří opět operační zesilovač AS 101. Přenos komparátoru je plynule měnitelný a dovoluje tak optimální přizpůsobení regulátoru k vlastnostem pece. Zjednodušené zapojení komparátoru je zřejmé z obr. 7.

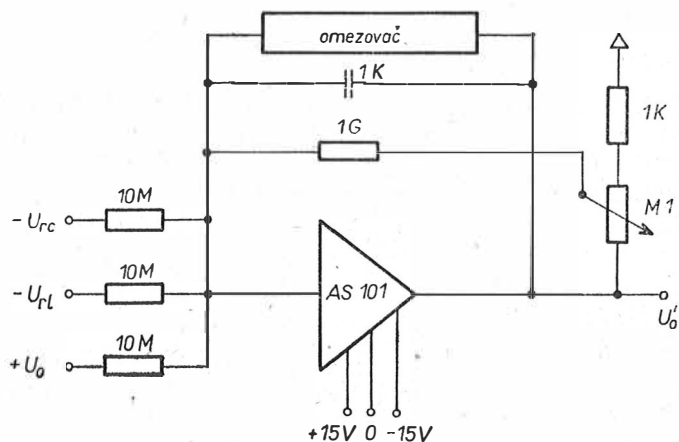
Akční člen

Akční člen je konstruován na dvou obvodech, a to:

- a) obvodu pro přitápění (obr. 8a),
- b) obvodu pro odpojení pece od sítě (obr. 8b).



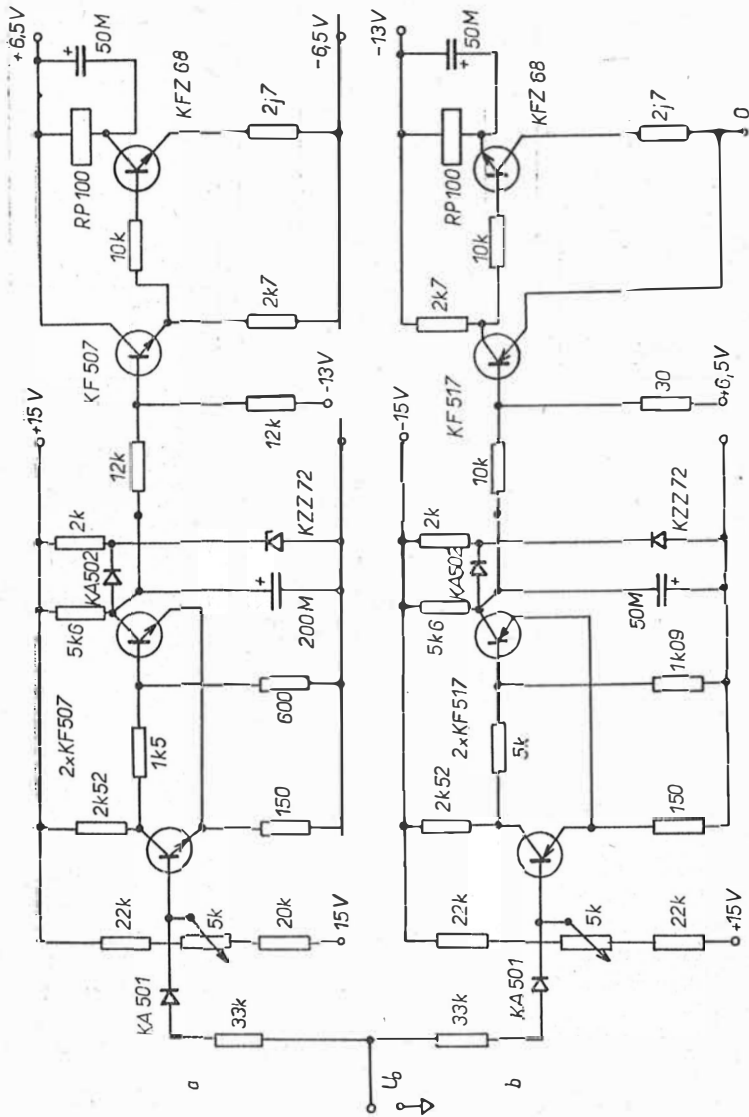
Obr. 6. Schéma měřicího zesilovače.



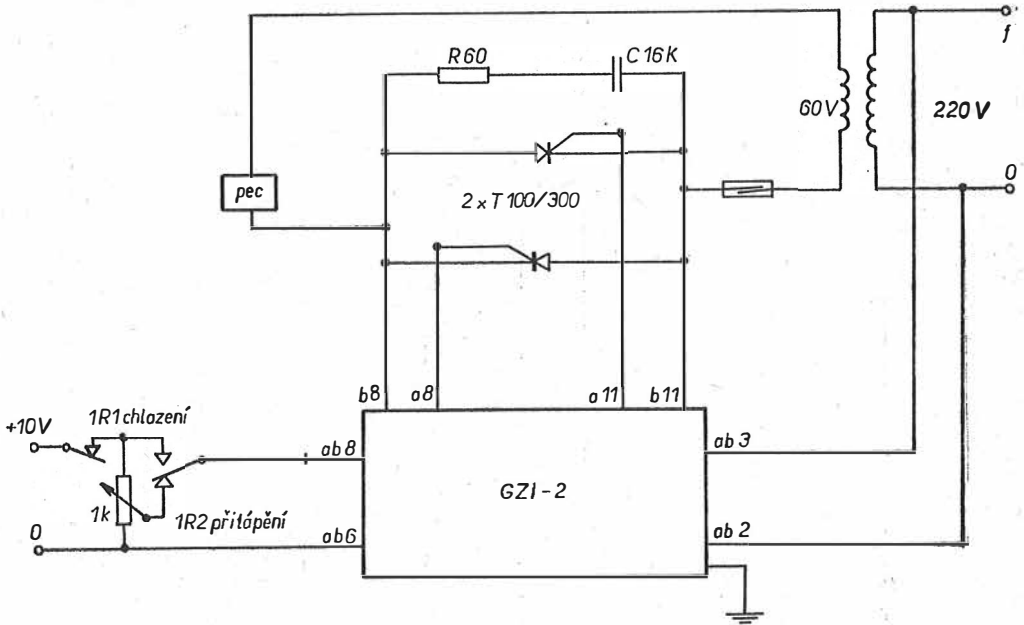
Obr. 7. Schéma komparátoru.

Každý z obou obvodů akčního členu obsahuje Schmittův klopný obvod, jehož výstup je připojen ke vstupu předzesilovače tranzistorového spínače, v jehož kolektorovém či emitorovém obvodu je zapojeno vinutí příslušného relé. Kontakty relé pak ovládají velikost řídicího signálu řídicí jednotky GZI-2 výkonového členu.

Regulátor teploty pro pěstování krystalu z cizí taveniny



Obr. 8. Schéma zapojení dvojice Schmittových klopných obvodů.



Obr. 9. Zapojení výkonového členu v regulované soustavě.

Výkonový člen

Výkonový člen (viz obr. a) je tvořen dvěma antiparalelně zapojenými tyristory, které jsou fázově řízeny jednotkou GZI-2 [7].

ZÁVĚR

Provoz regulátoru byl ověřen v laboratorních podmínkách při přípravě monokrystalů spinelů $Mn_xCr_{3-x}O_4$. Během dlouhodobého provozu byly prokázány tyto skutečnosti:

Využitím metody teplotních oscilací (za současného lineárního snižování průměrné teploty) byly získány krystaly, jejichž lineární rozměr byl dvojnásobný ve srovnání s krystaly připravenými bez oscilací [4].

Regulátor zaručuje dodržení zvoleného teplotního režimu v mezích odchylky menší než 1 K (při oscilacích o amplitudě 50 K a době 32 min v oblasti teplot 1000 až 1300 °C).

Vysoká provozní spolehlivost regulátoru v podmínkách kolísající vnější teploty a prašného prostředí.

Jistou nevýhodou popsaného regulátoru je poměrně malá variabilita při volbě rychlosti klesání průměrné teploty (pouze sedm rychlostí). Tuto nevýhodu lze odstranit použitím krokového motorku pro posun jezdec potenciometru namísto stávajícího motorku synchronního.

Literatura

- [1] Hintzmann W., Müller—Vogt G.: *J. Crys. Growth*, 5, 274 (1969).
- [2] Roots W. K.: *Fundamental of Temperature Controls*. Academic Press, New York and London 1969.
- [3] *Application Manual for Operational Amplifiers for Modelling, Measuring, Manipulating and much else*. Philbrick/Nexus Research, Dedham 1968.
- [4] Nevřiva M.: *Krist. Techn.* 6, 517 (1971).
- [5] Stach J.: *Základní funkce a aplikace logických obvodů*. Tesla Rožnov 1969.
- [6] Dostál J.: *Sděl. techn.* 84 (1969).
- [7] *Generátor zapalovacích impulsů GZI-2*, ZPA Praha, závod Děčín.

РЕГУЛЯТОР ТЕМПЕРАТУРЫ ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ
МОНОКРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА

Губерт Свобода, Милош Невржива

Институт физики твердого тела, Чехословацкая Академия Наук, Прага

Сконструирован регулятор температуры для выращивания монокристаллов из расплава. Операционный усилитель и цифровые блоки были применены для конструирования трехточечного регулятора. Регулятор дает возможность выбирать оптимальный температурный режим в интервале температур 20—1450 °С, соответствующий осциляции температуры с переменными амплитудой (от 0 до 80 К) и периодом (8, 16, 32, 64 или 128 мин) при скоростях роста с постоянным уменьшением температуры 0,8, 1,6, 3,3, 6,5, 12,5, 24, 43 К/час. Регулятор обеспечивает поддержание выбранного температурного режима в интервале температур 1000—1450 °С с ошибкой менее 1 К.

Рис. 1. Блок-схема контролирующей системы; 1 — печь, 2 — датчики, 3 — измерительный усилитель, 4 — компаратор, 5 — задающая система I, 6 — задающая система II, 7 — действительный блок, 8 — исполнительный блок.

Рис. 2. Аппроксимация хода температурной осциляции ступенчатой функцией.

Рис. 3. Зависимость рабочего режима регулятора от чувствительности измерительного блока и величины регулируемого отклонения

Рис. 4. Блок-схема задающей системы I.

Рис. 5. Блок-схема задающей системы II.

Рис. 6. Схема измерительного усилителя.

Рис. 7. Схема компаратора.

Рис. 8. Схема соединения пар Шмидтовских цепей.

Рис. 9. Схема соединения исполнительного блока в регулирующей системе.

THE TEMPERATURE CONTROLLER FOR SINGLE CRYSTAL GROWING
BY THE FLUX METHOD

Hubert Svoboda, Miloš Nevřiva

Institute of Solid State Physics, Czechoslovak Academy of Sciences, Prague

A temperature controller for crystal growing by the flux method was constructed. Operational amplifiers and digital units were used in the construction of the three point follow-up controller. The controller gives the possibility to choose the optimum temperature regime within the temperature range 20 — 1450 °C, consisting of temperature oscillations with variable amplitude (from 0 to 80 K) and period (8, 16, 32, 64 or 128 min)

at growing rates of the steady temperature decrease 0.8, 1.6, 3.3, 6.5, 12.5, 24, 43 K/h. The controller guarantees the chosen temperature regime in the temperature region 1000—1450 °C with a deflection less than 1 K.

Fig. 1. Block scheme of the control system; 1 — furnace, 2 — transmitter, 3 — measuring amplifier, 4 — comparator, 5 — set point mechanism I, 6 — set point mechanism II, 7 — control agent, 8 — power unit.

Fig. 2. Approximation of the temperature oscillation course by a step function.

Fig. 3. The working regime dependence of the controller on sensitivity of the measuring unit and on magnitude of the control deviation.

Fig. 4. Scheme of set point mechanism I.

Fig. 5. Scheme of set point mechanism II.

Fig. 6. Scheme of the measuring amplifier.

Fig. 7. Scheme of the comparator.

Fig. 8. Scheme of the connection of a pair of Schmitt triggers.

Fig. 9. Connection of the power unit in the control system.