

ICS 25.180.10

CCS K61

CES

团 体 标 准

T/CES XXXX—XXXX

电阻法碳化硅单晶生长设备

**Silicon carbide single crystal growth equipment by resistance
method**

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国电工技术学会 发布

目 次

<u>前 言</u>	II
<u>1 范围</u>	1
<u>2 规范性引用文件</u>	1
<u>3 术语和定义</u>	1
<u>4 产品分类</u>	3
<u>5 技术要求</u>	4
<u>6 试验方法</u>	7
<u>7 检测规则</u>	8
<u>8 标志、包装、运输和贮存</u>	9
<u>9 订购与供货</u>	10

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国电工技术学会提出。

本文件由中国电工技术学会标准工作委员会电热工作组归口。

本文件起草单位：苏州优晶半导体科技股份有限公司、西安电炉研究所有限公司、江苏科技大学。

本文件主要起草人：陈建明、余维江、张礼华、李琨、蔡金荣、陈曙光、王叶松、裴永胜、袁长路、赵文超。

本文件为首次发布。

电阻法碳化硅单晶生长设备

1 范围

本文件规定了电阻法碳化硅单晶生长设备的术语、产品分类、技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本文件适用于物理气相传输法PVT(physical vapor transport)生长半导体碳化硅、氮化铝等单晶炉。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 150—2011 钢制压力容器
GB/T 2900.23—2008 电工术语 工业电热装置
GB 3095—2012 环境空气质量标准
GB 8702—2014 电磁环境控制限值
GB 8978—1996 污水综合排放标准
GB/T 10066.1—2019 电热和电磁处理装置的试验方法 第1部分：通用部分
GB/T 10066.4—2004 电热设备的试验方法 第4部分：间接电阻炉
GB/T 10067.1—2019 电热和电磁处理装置基本技术条件 第1部分：通用部分
GB/T 10067.4—2005 电热装置基本技术条件 第4部分：间接电阻炉
GB 12348—2008 工业企业厂界环境噪声排放标准
GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准
JB/T 9691—1999 电热设备 产品型号编制方法

3 术语和定义

GB/T 2900.23—2008 和 GB/T 10066.4—2004 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电阻法碳化硅单晶生长设备 resistance heating method silicon carbide single crystal growth equipment

采用电阻加热方式，基于物理气相传输法 PVT 生长出半导体碳化硅单晶材料的一种工业电热设备。

3.2

熔料量 charge

电阻法碳化硅晶体生长设备设计时规定的每炉次一次最大的装料量，不包括晶体生长过

3. 3

物理气相传输法 physical vapor transport

其原理是在超过 2100℃高温下将碳粉和硅粉升华分解成为 Si 原子、Si₂C 分子和 SiC₂ 分子等气相物质，在温度梯度的驱动下，这些气相物质将被输送到温度较低的碳化硅籽晶上形成 4H 型碳化硅晶体，又称籽晶升华法。

3. 4

工作温度 working temperature

电阻法碳化硅晶体生长设备设计时规定的把多晶材料高温加热，多晶材料升华产生的气体在籽晶上凝结成单晶体的过程中允许使用的温度范围。

3. 5

最高加热温度 maximum heating temperature

电阻法碳化硅单晶炉设计时规定的在升温时不损坏所有部件所能达到的最高温度。

3. 6

工作区 working region

能够满足炉温均匀度要求的区域，通常指正常晶体生长条件下加热器内部的坩埚升华面附近的区域。

3. 7

工作室尺寸 dimensions of working chamber

电阻法碳化硅晶体生长设备设计时规定并在图样上标明晶体生长室的空间尺寸，用其内径和高度表示。

3. 8

坩埚吊装工具 crucible lifting device

一种用于装料量不小于 2.0 kg 电阻法碳化硅晶体生长设备，对坩埚进行吊装的机械装置。

3. 9

坩埚轴 crucible shaft

用于支撑坩埚及坩埚中的原料，实现晶体生长的运动杆件。

3. 10

籽晶粘接 seed crystal bonding

通过数字化籽晶背面粘接剂涂覆设备，成功实现籽晶背面胶水的均匀覆盖，然后与石墨纸粘接，进一步把石墨纸与石墨板粘接，应用该技术能防止籽晶在晶体生长过程中发生挥发和穿孔现象。

3. 11

控温系统 temperature control system

通过辐射温度计测量粘有籽晶的石墨板的背面，反馈给 PLC，PLC 运行晶体生长速率的自适应算法计算出晶体生长所需要的温度及室内压力，在通过 PID 算法分布控制电源输出功率和真空压力比例阀开口的大小，以实现晶体生长所需要的环境。或者通过控制功率，使温度跟随功率设定值的变化而变化，达到晶体生长的温度需求。

4 产品结构与分类

4.1 结构

电阻法碳化硅晶体生长设备主要由热场系统、电气控制系统、腔体组件、真空控制系统等组成，结构示意图见图1。

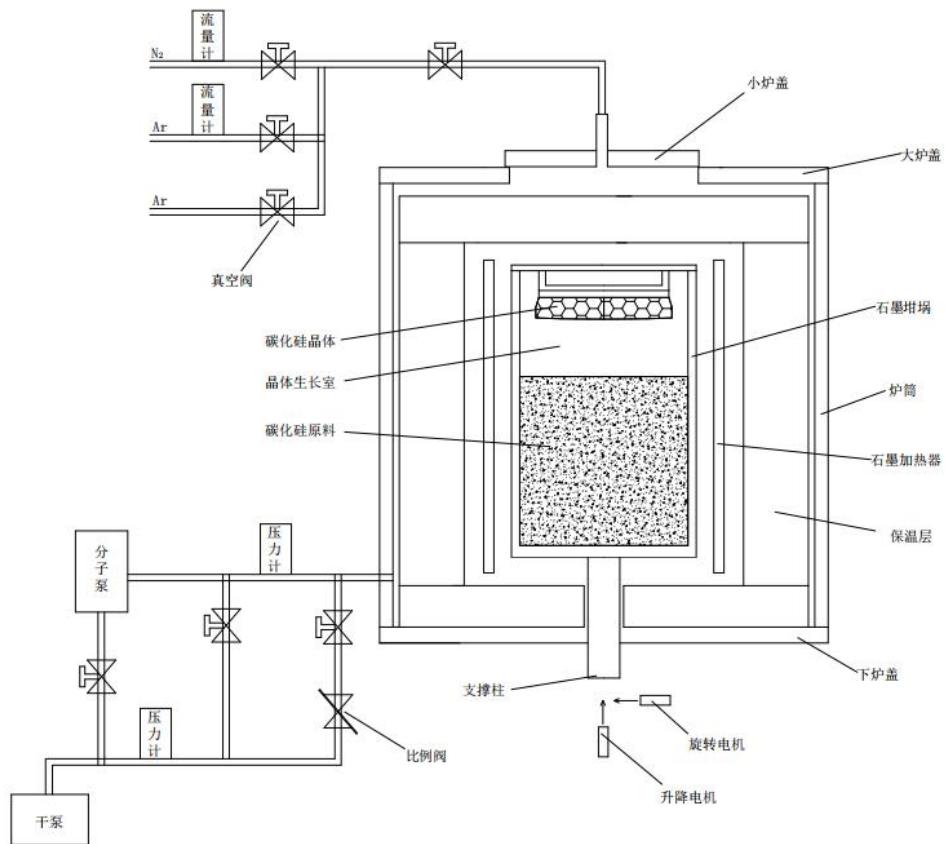


图1 电阻法碳化硅晶体生长设备结构示意图

4.2 分类

- 4.2.1 电阻法碳化硅晶体生长设备产品的型号应按 JB/T 9691—1999 编制。
- 4.2.2 电阻法碳化硅晶体生长设备按其工作室内径尺寸或生长晶体的规格进行分类。
- 4.2.3 电阻法碳化硅晶体生长设备按工作室内径尺寸（单位为 cm）分为多个品种（通常以此分类方法为主）。
- 4.2.4 电阻法碳化硅晶体生长设备按生长晶体的规格（单位为英寸）分多个品种：
 - a) 2" 电阻法碳化硅晶体生长设备；

- b) 4" 电阻法碳化硅晶体生长设备;
- c) 6" 电阻法碳化硅晶体生长设备;
- d) 8" 电阻法碳化硅晶体生长设备。

4.2.5 在电阻法碳化硅单晶炉的产品标准中应按 GB/T 10067.1—2019 第 4 章的规定进一步按产品的结构类型、气氛、最高工作温度等进行分类。

5 技术要求

5.1 一般要求

电阻法碳化硅单晶炉的技术要求应符合 GB/T 10067.4—2005 中第 5 章的规定。

5.2 对设计和制造的要求

5.2.1 总体要求

电阻法碳化硅晶体生长设备主要由主机（包括炉体、坩埚升降及旋转系统）以及真空系统、充气系统、水冷系统、加热电源、热场组件等组成。

电阻法碳化硅晶体生长设备的炉体通常由小炉盖、大炉盖、上腔体、下腔体及下炉盖组成。炉体通常为内热式水冷炉壁结构。

在电阻法碳化硅晶体生长设备加热前，真空系统应能把炉室抽到预定的真空度。在加热阶段，输入功率应冷调节，在冷却阶段，以生长的单晶体应能在不同真空度下和中性气体（包括惰性气体，下同）中冷却。

5.2.2 材料

所有处于真空室内的材料应适应设计规定的气氛、真空度、温度，并在该环境下保持稳定的成分和性能。

5.2.3 工作电压

电阻法碳化硅晶体生长设备的工作电压在企业产品标准中规定。在工作电压范围内和正常工作条件下，炉内应不产生火花放电。

5.2.4 炉壳

炉壳应采用水冷结构。筒体的设计和制造应符合 GB 150—2011 的规定。

炉壳内表面应光洁平滑。内外壁可用不锈钢材料制成。

5.2.5 炉室

电阻法碳化硅晶体生长设备的加热系统应根据长晶工艺要求也可由用户自行设计制造。

炉室的设计应把热膨胀冷缩引起的变形，以及通过绝热层的热损失限制的最小程度。

电阻法碳化硅晶体生长设备加热元件的引出部分应确保真空密封和正常工作并用水冷却。

在炉室壳体上应配备测量工作区关键部位温度的传感器。

5.2.6 水冷系统

水冷系统应能使炉壳的筒体、盖板的表面温升不超过 5.3.6 的规定；采用全水冷的电源

装置（一般应采用可循环冷却水），在水压不足或压力过高时应有指示或报警信号，关键水冷部位还应具备超温报警信号。各路冷却水路应装设开关，以便调节流量或维修。

水冷系统水质的要求：

- a) 碱性 pH 值 6~8;
- b) 氯离子浓度 $\leq 10 \text{ mg/L}$;
- c) 碳酸钙浓度 $\leq 50 \text{ mg/L}$ (不加入化学试剂);
- d) 悬浮物 $\leq 10 \text{ mg/L}$;
- e) 溶解氧量 $\leq 10 \text{ mg/L}$ 。

5.2.7 真空系统

电阻法碳化硅晶体生长设备的真空系统有旋片泵、分子泵、插板阀、截止阀、调节阀、控制系统、真空计等组成。系统中应装有自动调节阀门，以便在发生停电事故时自动关闭，防止空气进入炉内。

5.2.8 充气系统

电阻法碳化硅晶体生长设备的充气系统通常是由气体流量控制单元来实现，并应具备安全防爆装置，在单晶炉产品标准中可具体规定不同的充气压力数值。

5.2.9 测量、控制和记录

5.2.9.1 一般要求

电阻法碳化硅晶体生长设备的测量、控制和记录应按控制装置、炉温控制系统、真空仪表、自动化水平、报警和保护装置、环境保护、污水排放、噪音等分类进行，并符合 5.2.9.2~5.2.9.9 中的规定。

5.2.9.2 控制装置

电阻法碳化硅晶体生长设备应配备专门的控制柜，用来安装仪器、仪表和控制元件等。控制系统应配备速度控制单元、温度控制单元及功率部件、坩埚升降旋转控制器（选配）、冷却水温度显示、报警、运行状态报警装置和继电控制单元等。

5.2.9.3 炉温控制系统

电阻法碳化硅晶体生长设备的炉温控制系统具有自适应和自调节控制功能，或者通过功率控制来达到控制炉温的目的。对温度控制器如有不同要求可按 9.1 提出。

5.2.9.4 真空仪表

电阻法碳化硅晶体生长设备应配备薄膜规—热偶规复合真空测量仪，压力计或皮拉尼规等，用来测量 $10^{-4} \text{ Pa} \sim 101 \text{ kPa}$ 之间的真空度。

5.2.9.5 自动化水平

电阻法碳化硅晶体生长设备应采用计算机控制。产品的主要技术功能（速度控制、温度控制或功率控制、压力控制等）应完善可靠；辅助技术功能（晶体生长、红外测温、过程监控诊断等）应配置齐全。整个晶体生长工艺过程可为用户提供使用方便，人机交互界面友好，软件功能强大，实现晶体生长工艺过程自动化控制或实现网络群控的软件。

5.2.9.6 报警和保护装置

电阻法碳化硅晶体生长设备的坩埚轴应具有超程报警和保护装置。

5.2.9.7 环境保护

电阻法碳化硅晶体生长设备及零部件生产过程中的环境控制污染应符合 GB 3095—2012 和 GB 16297—1996 的规定。

5.2.9.8 污水排放

电阻法碳化硅晶体生长设备及零部件生产过程中的污水排放应符合 GB 8978—1996 的规定。

5.2.9.9 噪音

电阻法碳化硅晶体生长设备生产、配套零部件和使用过程噪音应符合 GB 12348—2008 的规定。

5.3 性能要求

5.3.1 一般要求

电阻法碳化硅晶体生长设备的性能应符合以下要求。

5.3.2 工作温度

在工作温度范围内, 电阻法碳化硅晶体生长设备应能够满足 5.3.7 和 5.3.8 炉温均匀度和炉温温度要求。

5.3.3 工作真空度

电阻法碳化硅晶体生长设备的工作真空度应按具体生长单晶的工艺条件而定, 并在企业产品中规定。

5.3.4 空炉抽气时间

电阻法碳化硅晶体生长设备能在 60 min 内抽气到所要求的工作真空度。

5.3.5 压升率

电阻法碳化硅晶体生长设备的压升率应不超过 2.5 Pa/h。

5.3.6 表面温升

电阻法碳化硅晶体生长设备炉体的表面升温应不超过 35℃。

5.3.7 炉温均匀度

炉温均匀度应不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$

5.3.8 炉温温度

电阻法碳化硅晶体生长设备的炉温温度应控制在合理的范围之内。

5.3.9 加热能力和热炉抽气能力

在炉温和多晶料都等于环境温度下,把多晶料盛入坩埚,并装入设备炉体内部,启动抽气系统。当炉内达到预定真空度时开始加热。电阻法碳化硅晶体生长设备,炉温应能在加热开始后工艺要求的时间内上升到最高工作温度。

5.3.10 运动参数相对偏差和速度百分偏差

电阻法碳化硅晶体生长设备在其速度控制系统的调速范围内,各项运动参数的实际测量值与指示计的指示值(或显示值)的相对偏差应不大于5%;各项运动参数的速度百分偏差应不大于2%;各运动机构运转应工作灵活,在正常长晶工艺条件下应无明振动。

5.3.11 同轴度及径向圆跳动

电阻法碳化硅单晶炉的坩埚轴与下炉盖的同轴度及径向圆跳动应在0.1 mm内。

5.3.12 爬行量

电阻法碳化硅晶体生长设备的坩埚轴以低速(速度范围下限)上升时的爬行量应在晶体炉的产品标准中具体规定。

5.3.13 其他

电阻法碳化硅晶体生长设备其他方面的性能应分别符合本部分5.2以及在企业产品标准和供货合同中的相关规定。

5.4 成套要求

在企业产品标准中应列出供方规定的电阻法碳化硅晶体生长设备成套供应范围,一般包括下列各项:

- a) 电阻法碳化硅晶体生长设备主体;
- b) 真空系统;
- c) 气体系统;
- d) 水路冷却系统;
- e) 热场组件;
- f) PLC控制系统。

在企业产品标准中可对上述项目作必要的补充,并应列出各个项目的具体内容,包括型号、规格和数量。

需方如对供方规定供应的项目有不同要求,可按9.1提出。

6 试验方法

6.1 一般要求

电阻法碳化硅单晶生长设备的试验按GB/T 10066.1—2019和GB/T 10066.4—2004进行。

6.2 压升率的测量

真空抽到 $1*10^{-1}$ Pa后,进行关闭所有的阀门,保压2 h后,腔体内压力变化为 ≤ 5 Pa。

6.3 最大加热功率的检查

电阻法碳化硅晶体生长设备使用的石墨加热器应与加热电源匹配,即电阻法碳化硅晶体

生长设备所配置的加热电源，最大输出电压与最大输出电流之比，为电源输出内阻，其数值应与石墨加热器的电阻接近，保证加热电源的最大功率输出。

6.4 加热能力和热炉抽气能力试验

本试验的目的在于测定电阻法碳化硅晶体生长设备的加热能力和热炉抽气能力，并检验电阻法碳化硅晶体生长设备的热炉运行情况。

先进行加热能力试验，把炉温设定在最高工作温度上，当炉室真空度达到 5 Pa 时开始充保护气体至工艺要求的压力，然后开始加热，并根据企业标准中规定的升温程序，把炉温升到设定值，炉室应在工艺要求的时间内达到规定的真空度。

6.5 运动参数相对偏差的测量

在规定的速度范围内，坩埚轴处于某一（任意选定）位置，取某一（任意设定）速度（指示计指示值或显示值），用秒表和百分表（或千分表）测量该速度下轴上升速度；用秒表测量轴旋转速度。测量时间以 1 min 计，测量 5 次，相对偏差按式（1）计算：

相对偏差值 = [指示值 (显示值) - 实际测量值] / 指示值 (显示值) *100%.....(1)

6.6 速度百分偏差的测量

在规定的速度范围内，坩埚轴处于某一（任意选定）位置，用秒表和百分表（千分表）每间隔 5 min 测量某一（任意设定）速度下轴上升速度；或用秒表测量某一（任意设定）转速下轴旋转速度。每次测量时间以 1 min 计，测量 5 次，速度百分偏差按式（2）计算：

$$\text{速度百分偏差} = \frac{(\text{实际速度最大值} - \text{实际速度最小值})}{\text{实际速度平均值}} * 100\% \quad (2)$$

6.7 爬行量的测量

在坩埚轴以低速（速度范围下限）上升时，用千分表检查由运动停顿到重新启动的最大蹦跳间隔数值或用光栅爬行仪测量。

6.8 晶体生长试验

以晶体生长为例，生长晶体的试验由制造厂与用户商定。

将经过处理好的多晶碳化硅料盛入坩埚中，把籽晶（籽晶尺寸大小及取向选择应在电阻法碳化硅企业标准中具体规定）与石墨纸粘接，然后石墨纸粘接在石墨板上。生长出优质的晶体，合格产品的特征：有效直径不低于相应规格尺寸，有效厚度 ≥ 15 mm，有效面积内无多晶多型，微管密度 ≤ 0.5 个/cm²。

6.9 环境排放污染测量

对于环境中的油、气、水的排放，运行噪音和电磁辐射等按国家有关标准执行。

7 检测规则

7.1 电阻法碳化硅晶体生长设备的出厂检验项目包括：

- a) 触电防护措施的试验;
 - b) 绝缘电阻的测量:

- c) 控制电路试验;
- d) 运动机构运行或动作情况的检验;
- e) 运动参数及相对偏差的测量（包括速度百分偏差的测量和爬行量的测量）;
- f) 水路系统的试验;
- g) 气路系统的试验;
- h) 联锁报警系统的试验;
- i) 极限真空的测量;
- j) 空炉抽真空时间的测量;
- k) 压升率的测量;
- l) 配套件的检查，包括型号、规格和出厂合格证的检查;
- m) 供货范围，包括出厂技术文件完整性的检查;
- n) 包装检查。

7.2 型式检验项目包括：

- a) 全部出厂检验项目（在型式检验条件下）;
- b) 空炉升温时间的测量;
- c) 额定功率的测量;
- d) 最高工作温度的测量;
- e) 加热试验（加热能力与热炉抽气能力的检查）;
- f) 工作真空度的测量;
- g) 长晶试验;
- h) 气体耗量的测量;
- i) 水流量的测量;
- j) 运动机构运转情况或动作情况的热态试验;
- k) 热态试验后的检查。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 电阻法碳化硅晶体生长设备的铭牌上应标出下列各项：

- a) 产品的型号和名称;
- b) 电源电压, V;
- c) 电源频率, Hz;
- d) 相数;
- e) 额定功率, kW;
- f) 工作电压, V;
- g) 熔料量, kg;
- h) 主工作室尺寸, mm;
- i) 主机的重量, t;
- j) 产品编号;
- k) 产品制造日期;
- l) 出口产品中英文对照;
- m) 制造厂名称。

9 订购与供货

9.1 需方有下列特殊要求时，可向供方提出：

- a) 对单位制、电源电压、电源频率等的不同要求；
- b) 对使用环境的不同要求；
- c) 要求在水冷系统中提供循环冷却系统或其中部分装置，如机械制冷装置，水冷却塔装置或水净化装置等，应提出具体技术要求；
- d) 对安全和环境保护的附加要求；
- e) 对涂漆的不同要求；
- f) 对包装的特殊要求；
- g) 对电源的不同要求；
- h) 对温度控制器的不同要求；
- i) 对供方规定项目的不同要求；
- j) 对铭牌的不同要求。

9.2 供方应尽可能满足需方的各项特殊要求，但实际可供需方选择的特殊要求项目由供方参照本部分各自的条件决定，其中一部分可列在企业产品标准中，其他部分在订购时由供需双方商定。
