



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **89491** (13) **C2**
(51) МПК (2009)
C30B 29/20 (2006.01)
C30B 15/34
C30B 35/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) МОНОКРИСТАЛ САПФІРУ ТА СПОСІБ ЙОГО ВИГОТОВЛЕННЯ

1

2

(21) а200610605

(22) 06.04.2005

(24) 10.02.2010

(86) PCT/US2005/011404, 06.04.2005

(31) 10/820,468

(32) 08.04.2004

(33) US

(46) 10.02.2010, Бюл.№ 3, 2010 р.

(72) ЛОЧЕР ДЖОН ВОЛТЕР, US, ЗАНЕЛЛА СТИ-
ВЕН ЕНТОНИ, US, МАКЛІН РАЛЬФ ЛЕМПСОН,
МОЛ., US, БЕЙТС ХЕРБЕРТ ЕЛЛСВОРТ, US

(73) СЕЙНТ-ГОБЕЙН СЕРАМІКС ЕНД ПЛАСТИКС,
ІНК., US

(56) US 4402786 A, 06.09.1983

GB 2044630 A, 22.10.1980

THE INSTITUTION OF ELECTRICAL ENGINEERS,
STEVENAGE, GB; 2003, LOCHER J W ET AL: "The
production of 225 * 325 mm sapphire windows for IR
(1 to 5 μ m) applications" XP002334912 Database
accession no. 8033686

NOVAK ET AL: "The production of EFG sapphire for
heteroepitaxial silicon substrates" J.CRYSTAL
GROWTH, vol. 50, no. 1, 1980, pages 143-150,
XP002334910 Amsterdam NL

(57) 1. Монокристал сапфіру, який відрізняється
тим, що являє собою монокристалічну пластину в
стані після вирощування, довжина, ширина і тов-
щина якої є між собою в такому співвідношенні:
довжина > ширини > товщини, причому ширина є
не менше, ніж приблизно 25 см, товщина є не ме-
нше, ніж 0,5 см, і варіація товщини не перевищує
0,2 см.

2. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що товщина є не менше, ніж приблизно 0,6 см.

3. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що товщина є не менше, ніж приблизно 0,7 см.

4. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,15 см.

5. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,10 см.

6. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,07 см.

7. Монокристал за п. 1, який відрізняється тим,
що варіацією товщини є різниця між максималь-
ним і мінімальним значеннями товщини уздовж
сегмента, що простягнений на ширину пластини.

8. Монокристал сапфіру, який відрізняється тим,
що являє собою монокристалічну пластину в стані
після вирощування, довжина, ширина і товщина
якої є між собою в такому співвідношенні: довжина
> ширини > товщини, причому ширина є не менше,
ніж приблизно 25 см, при цьому монокристалічна
пластина має шийку й основне тіло, яке визначає
першу і другу протилежні бічні сторони, що в загал-
ьному випадку є паралельними одна одній, діля-
нка переходу шийки в основне тіло визначена від-
повідною першою і другою точками переходу
першої і другої протилежних бічних сторін, а моно-
кристал має Δ_T не більше, ніж 4,0 см, де Δ_T є від-
стань, на котрій відповідні перша і друга точки пе-
реходу відстоять одна від одної у проекції на
сегмент довжини монокристалічної пластини.

9. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що Δ_T є не більше, ніж приблизно 3,0 см.

10. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що Δ_T є не більше, ніж приблизно 2,0 см.

11. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що товщина шийки зростає від її далекого кінця до
основного тіла.

12. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що товщина є не менше, ніж приблизно 0,6 см.

13. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що товщина є не менше, ніж приблизно 0,7 см.

14. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що товщина є не менше, ніж приблизно 0,5 см, і
варіація товщини не перевищує 0,2 см.

15. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,15 см.

16. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,10 см.

17. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що варіація товщини не перевищує 0,07 см.

18. Монокристал за п. 8, який відрізняється тим,
що варіацією товщини є різниця між максималь-
ним і мінімальним значеннями товщини уздовж
сегмента, що простягається на ширину пластини.

19. Спосіб виготовлення монокристала, який від-
різняється тим, що включає:

утворення розплаву в тиглі, який має матрицю, і
при вигляді зверху тигель має некруглу форму з
співвідношенням геометричних розмірів у перерізі

(13) **C2**
(11) **89491**
(19) **UA**

не менше 2:1, і матриця має довжину не менше, ніж 25 см, динамічне регулювання градієнта температури уздовж матриці, де градієнт температури зменшують до величини не більше, ніж приблизно 0,6 °C/см по довжині матриці під час витягування, і витягування монокристалу із матриці, причому монокристал являє собою монокристалічну пластину в стані після вирощування, довжина, ширина і товщина якої є між собою в такому співвідношенні: довжина > ширини > товщини, причому ширина є не менше, ніж приблизно 25 см, товщина є не менше, ніж 0,5 см, і варіація товщини не перевищує 0,2 см.

20. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що стадію динамічного регулювання градієнта проводять перед витягуванням, так, що під час витягування градієнт температури є зменшений до зазначеної величини.

21. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що стадію динамічного регулювання градієнта проводять під час стадії витягування.

22. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що витягування монокристалу включає у себе витягування попереднього монокристалу і витягування наступного монокристалу, де градієнт температури регулюють після витягування попереднього монокристалу і перед витягуванням наступного монокристалу.

23. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що монокристалом є сапфір.

24. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що матриця є прямолінійною, а монокристал є у формі в загальному випадку плоскої пластини, причому матриця має перший і другий протилежні кінці, що визначають довжину, а зазначена довжина матриці відповідає ширині в загальному випадку плоскої пластини.

25. Спосіб за п. 24, який **відрізняється** тим, що градієнт температури регулюють шляхом маніпулювання рухомим тепловим екраном, розміщеним уздовж принаймні одного із протилежних кінців матриці - першого або другого.

26. Спосіб за п. 25, який **відрізняється** тим, що рухомий тепловий екран розміщений на обох протилежних кінцях матриці - першому і другому.

27. Спосіб за п. 25, який **відрізняється** тим, що рухомий тепловий екран діє так, щоб випромінювати тепло на матрицю.

28. Спосіб за п. 24, який **відрізняється** тим, що градієнт температури зменшують до величини не більше, ніж приблизно 20 °C між першим і другим протилежними кінцями матриці під час витягування.

29. Спосіб за п. 28, який **відрізняється** тим, що градієнт температури зменшують до величини не більше, ніж приблизно 15 °C між першим і другим протилежними кінцями матриці під час витягування.

30. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що градієнт температури регулюють шляхом маніпулювання теплопоглиначем так, щоб відбирати тепло від матриці.

31. Спосіб за п. 30, який **відрізняється** тим, що теплопоглиначем є теплообмінник.

32. Спосіб за п. 31, який **відрізняється** тим, що теплообмінник має рідину, яка проходить через нього.

33. Спосіб за п. 32, який **відрізняється** тим, що теплопоглиначем маніпулюють шляхом змінювання принаймні одного потоку рідини і переміщування теплопоглиначу.

34. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що градієнт температури регулюють шляхом маніпулювання рухомим тепловим екраном.

35. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що тигель виконаний із вогнетривкого металу.

36. Спосіб за п. 35, який **відрізняється** тим, що тигель містить Mo.

37. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що розплав утворюють шляхом індуктивного нагріву.

38. Спосіб за п. 37, який **відрізняється** тим, що індуктивний нагрів здійснюють шляхом подання живлення на індуктивну обмотку, що оточує тигель.

39. Спосіб за п. 38, який **відрізняється** тим, що обмотка утворює спіраль, яка має множинну витків, причому обмотка має поперечний переріз некруглої форми, співвідношення геометричних розмірів якої складає принаймні 2:1.

40. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що поперечний переріз тигля некруглої форми є овальним або прямокутним.

41. Спосіб за п. 19, який **відрізняється** тим, що додатково включає механічну обробку монокристалу з одержанням компонентів.

42. Спосіб виготовлення монокристалу, який **відрізняється** тим, що включає у себе:

утворення розплаву, витягування монокристалу із матриці, і витягування монокристалу вгору із матриці у пристрій нагріву після росту, де пристрій нагріву після росту має нижній відсік і верхній відсік, відокремлені один від одного ізолюючим пристроєм, та монокристал являє собою монокристалічну пластину в стані після вирощування, довжина, ширина і товщина якої є між собою в такому співвідношенні: довжина > ширини > товщини, причому ширина є не менше, ніж приблизно 25 см, товщина є не менше, ніж 0,5 см, і варіація товщини не перевищує 0,2 см.

43. Спосіб за п. 42, який **відрізняється** тим, що додатково включає охолодження монокристалу у верхньому відсіку пристрою нагріву після росту, де охолодження монокристалу здійснюють зі швидкістю не більше, ніж приблизно 300 °C/год.

44. Спосіб за п. 43, який **відрізняється** тим, що швидкість охолодження є не більше, ніж 200 °C/год.

45. Спосіб за п. 43, який **відрізняється** тим, що швидкість охолодження є не більше, ніж 150 °C/год.

46. Спосіб за п. 43, який **відрізняється** тим, що швидкість охолодження є не більше, ніж 100 °C/год.

47. Спосіб за п. 42, який **відрізняється** тим, що монокристал у загальному випадку має форму плоскої пластини, що має масу більше, ніж приблизно 4 кг.

48. Спосіб за п. 47, який **відрізняється** тим, що зазначена маса є більше, ніж приблизно 6 кг.

49. Спосіб за п. 42, який **відрізняється** тим, що ізолюючий пристрій містить ізолюючі дверцята, які закривають за кристалом, коли кристал проходить у верхній відсік.

50. Спосіб виготовлення монокристала, який **відрізняється** тим, що включає у себе:

утворення розплаву в тиглі пристрою плавлення, де пристрій плавлення має матрицю, відкриту в тигель, і множину теплових екранів, що покривають тигель і матрицю, причому теплові екрани мають таку конфігурацію, що створюють статичний градієнт температури уздовж матриці, так що температура є максимальною приблизно в середній точці матриці, де теплові екрани мають ступінчасту конфігурацію і де теплові екрани включають у себе першу групу екранів, розташованих уздовж

першої бічної сторони матриці, і другу групу екранів, розташованих уздовж протилежної, другої бічної сторони матриці, і

витягування монокристала із матриці, де монокристал являє собою монокристалічну пластину в стані після вирощування, довжина, ширина і товщина якої є між собою в такому співвідношенні: довжина > ширини > товщини, причому ширина є не менше, ніж приблизно 25 см, товщина є не менше, ніж 0,5 см, і варіація товщини не перевищує 0,2 см.

51. Спосіб за п. 50, який **відрізняється** тим, що перша і друга групи екранів кожна є в загальному випадку симетричною відносно вертикальної центральної осі, що відповідає середній точці матриці.

Даний винахід у цілому стосується монокристалічних компонентів і, зокрема, монокристалічних пластин, процесів виготовлення таких пластин і технологічних пристроїв, пов'язаних з виготовленням монокристалічних пластин.

У різноманітних галузях, включаючи військову та промислову сфери, що потребують застосування високоякісної оптики, виникла потреба в таких монокристалічних матеріалах, як сапфір. Монокристалічний сапфір володіє добрими оптичними характеристиками в діапазоні від 200 до 5000нм, а також високими механічними характеристиками, включаючи межу твердості та міцності, і хімічною стійкістю в агресивних середовищах.

Незважаючи на велику потребу вищезазначених галузей у тих особливих властивостях, які пропонує монокристалічний сапфір, цей матеріал не знайшов широкого застосування в них через його коштовність та обмеженість у розмірах, зумовлених технологією його виготовлення. З цього погляду плоско-пластинчаста геометрична конфігурація є однією з форм монокристалічного сапфіру, перед якою вимальовується велика промислова перспектива. Проте, реалізація цього напрямку у промислових масштабах нашою є проблемою, пов'язаною з потребою збільшувати розміри виробів, не підвищуючи при цьому вартість технології виробництва. Наприклад, для серійного виготовлення великогабаритних пластин монокристалічного сапфіру поки що не розроблено відповідного технологічного устаткування, а для налагодження сталого виробництва не розроблено адекватних технологічних процесів.

У роботі ["Large Diameter Sapphire Window from Single Crystal Sheets" from the Proceedings of the Fifth DOD Electromagnetic Window Symposium, Volume I (October 1993)] описаний процес виготовлення сапфірової пластини (під співавторством автора даного винаходу). Проте процес цей є обмеженим, зокрема, досить помірними розмірами отримуваних за його допомогою пластин.

Таким чином, у світлі вищевикладеного нагальною залишається потреба промисловості в монокристалічних пластинах великих розмірів, котрі можна було б виготовляти за допомогою економічно ефективного процесу і використовувати в різноманітних виробках, де вони до тих пір застосу-

вання не знаходили. Крім того, сьогодні існує особлива потреба у пластинах сапфіру великих розмірів.

Згідно з першою ознакою даного винаходу створено монокристал сапфіру. Монокристал сапфіру за даним винаходом має форму пластини, розміри якої є між собою в такому співвідношенні: довжина > ширини > товщини, причому ширина пластини є не менше, ніж 15 см, а товщина - не менше, ніж приблизно 0,5 см.

Згідно з іншою ознакою даного винаходу створено монокристал сапфіру у формі пластини, розміри якої є між собою в такому співвідношенні: довжина>ширини>>товщини, причому ширина пластини є не менше, ніж 15см, а варіації товщини не перевищують 0,2см.

Згідно з ще однією ознакою даного винаходу створено монокристал сапфіру, який являє собою монокристалічну пластину в стані після вирощування, що має основне тіло і шийку. При цьому основне тіло монокристала має першу і другу протилежні бічні сторони, які в загальному випадку паралельні одна одній, причому перехід шийки в основне тіло визначається відповідними кінцями точок переходу першої та другої протилежних бічних сторін. Особливою ознакою є те, що зазначена монокристалічна пластина має Δ_T не більше, ніж 4,0см, де Δ_T є відстань між першою і другою точками переходу уздовж відтинку довжини монокристалічної пластини.

Згідно з іншою ознакою даного винаходу запропоновано процес виготовлення монокристала, де в тиглі з матрицею утворюють розплав. Уздовж матриці динамічно регулюють градієнт температури, а монокристал витягують із матриці.

Згідно з іншою ознакою даного винаходу запропоновано процес виготовлення монокристала, який включає у себе утворення розплаву, витягування монокристала із матриці і видобування його витягуванням угору з матриці у пристрій нагріву після росту кристала. Пристрій нагріву після росту має нижній відсік і верхній відсік, розділені між собою ізолюючим пристроєм.

Згідно з ще однією ознакою даного винаходу запропоновано процес виготовлення монокристала, який включає у себе утворення розплаву в тиглі пристрою плавлення. Пристрій плавлення має

матрицю, відкриту в тигель, і множини теплових екранів, розташованих над тиглем і матрицею, де ці теплові екрани мають конфігурацію, що створює статичний градієнт температури уздовж матриці, так що температура є максимальною приблизно в середній точці матриці. При цьому монокристал витягують із матриці.

Згідно з іншою ознакою даного винаходу запропоновано також пристрій плавлення. Пристрій плавлення має екранний вузол, що створює бажаний статичний градієнт температури. В іншому варіанті пристрій плавлення містить регульований пристрій підстроювання градієнта температури.

На Фіг.1 і 2 схематично у вигляді спереду і збоку зображений пристрій вирощування кристалів згідно з одним із варіантів здійснення даного винаходу.

На Фіг.3 показаний вигляд зверху в аксонометрії пристрою плавлення згідно з одним із варіантів здійснення даного винаходу; цей пристрій є компонентом пристрою вирощування кристалів, показаного на Фіг.1 і 2.

На Фіг.4 показані розміри тигля пристрою плавлення, зображеного на Фіг.3.

На Фіг.5 показаний вигляд збоку в аксонометрії пристрою плавлення, зображеного на Фіг.3.

На Фіг.6 показані два монокристали сапфіру у стані після вирощування.

Відповідно до деяких варіантів здійснення винаходу пропонуються нові монокристали сапфіру, пристрої для вирощування кристалів і, зокрема, пристрій для вирощування кристалів методом EFG, а також процеси вирощування монокристалів. На Фіг.1 і 2 показаний пристрій 10 для вирощування монокристалів методом EFG, що застосовується в деяких варіантах здійснення винаходу. Використовуване тут скорочення EFG (Edge-Defined-Film-Fed-Growth) означає метод вирощування монокристалів із рідкої плівки у визначених межах, який знайшов широке застосування у промисловому виготовленні монокристалів і в даному описі розглядається як такий, що застосовується до вирощування монокристалів сапфіру.

Пристрій 10 для вирощування монокристалів методом EFG (далі: пристрій EFG), показаний на Фіг.1 і 2, має декілька головних компонентів і серед них: опорну підставку 12, що утримує пристрій 14 плавлення, який є відкритим у пристрій 16 нагріву після росту і сполучається з ним. Опорна підставка 12 у загальному випадку служить механічною опорою для пристрою вирощування і водночас тепловою ізоляцією між пристроєм 14 плавлення і робочою поверхнею, на котрій установлюється пристрій EFG, для зменшення теплопередачі від пристрою 14 плавлення цій робочій поверхні. У зв'язку з цим, опорна підставка 12 в загальному випадку виконується із термостійкого матеріалу, здатного витримувати високі температури порядку 2000°C. Для цього можуть використовуватися вогнетривкі метали та кераміка, причому графіт є особливо підходящим для підставки 12. Для підвищення теплоізоляційних властивостей опорної підставки 12 в ній виконуються вентиляційні отвори 16.

Пристрій 14 плавлення має тигель 20 для розплаву, який служить сировинним матеріалом для

виготовлення монокристала. У випадку виготовлення монокристалів сапфіру таким сировинним матеріалом є розплав оксиду алюмінію. Тигель 20 звичайно виконують із вогнетривкого металу, пристосованого до нагрівання його полем, генерованим індуктивним нагрівним елементом 17. Тигель у кращому варіанті виконаний із молібдену (Mo), але матеріалом для нього можуть служити також вольфрам, тантал, іридій, платина, нікель, а у випадку вирощування монокристалів кремнію - графіт. У більш загальному випадку бажано, щоб матеріал тиглю мав температуру плавлення, більш високу, ніж у вирощуваного кристала, змочувався розплавом і не вступав з ним у хімічну взаємодію. Індуктивний нагрівний елемент 17 показаний у формі RF (високочастотної) обмотки, що має множини навитих спіраллю витків. У тиглі 20 розташована матриця 18, що простягається у глибину тигля. При цьому матриця 18 має центральний канал, який відкривається через кришку 21 тигля (Фіг.3), сполучаючись у загальному випадку з пристроєм 16 нагріву після вирощування (більш докладно описаний нижче). Фахівцям у даній галузі матриця 18 є відомою також під назвою „формувача”.

Пристрій 14 плавлення містить екранний вузол 26, що складається із множини горизонтальних і вертикальних екранів, докладний опис яких поданий нижче. Пристрій 14 плавлення в загальному випадку механічно утримується на несучій плиті 22, що лежить на опорній підставці 12. Теплоізоляція забезпечується донною ізоляцією 24 та ізоляційними шарами 22, котрі зазвичай оточують бічні сторони і верх пристрою 14 плавлення. Донна ізоляція 24 та ізоляційні шари 32 можуть бути виконані, наприклад, із графітової повсті, але при цьому не виключається також використання інших теплоізоляційних матеріалів і зокрема, наприклад, жорсткого графіту низької провідності (наприклад, марки Fiberform виробництва фірми FMI Inc.). Серед інших підходящих для цього матеріалів можна назвати термодинамічно сумісні волокнисті та ізоляційні матеріали із оксиду алюмінію, волокнисті та ізоляційні матеріали із оксиду цирконію, нітрид алюмінію та плавлений двоокис кремнію (кварц). Екранний вузол 26 включає у себе горизонтальні екрани 28 і вертикальні екрани 30, які показані також на Фіг.3 і 5.

Наступним головним структурним компонентом пристрою EFG 10 вирощування кристалів є пристрій 16 нагріву після росту, який складається із нижнього відсіку 40 і верхнього відсіку 42. Верхній і нижній відсіки відокремлені один від одного ізолюючим пристроєм. У варіанті здійснення винаходу, зображеному на Фіг.1 і 2, ізолюючий пристрій утворений нижніми ізолюючими дверцятами 44. На поданих кресленнях одна з половинок цих дверцят показана у відкритому положенні, а інша - в закритому положенні. Для відокремлення пристрою 16 нагріву після росту від зовнішнього навколишнього середовища передбачений також другий ізолюючий пристрій. У варіанті, зображеному на Фіг.1 і 2, верхній ізолюючий пристрій утворений верхніми ізолюючими дверцятами 45.

Процес вирощування і робота пристрою EFG вирощування згідно з винаходом докладно розглянуті нижче. У загальних рисах цей процес поля-

гає в тому, що зародковий кристал 46 опускають через пристрій 16 нагріву після росту до приведення його в контакт з рідиною у верхній частині матриці 18, що через кришку тигля сполучається з пристроєм 16 нагріву після росту. У даному варіанті здійснення винаходу пристрій 16 нагріву після росту є пасивним, тобто він не містить активних нагрівних елементів. Проте, цей пристрій може бути активним і містити елементи регулювання температури, якими можуть бути, наприклад, нагрівні елементи. Після початкового вирощування зародковий кристал піднімають і монокристал 48, що росте, розширюється, утворюючи шийку, яка має певну ширину росту, що проте є меншою за довжину матриці. Шийка розширяється на повну ширину, ініціюючи ріст повної ширини або основного тіла монокристала. Відтак монокристал піднімають через пристрій нагріву після росту спочатку через нижній відсік 40, а потім у верхній відсік 42. При проходженні монокристала 48 у верхній відсік 42 ізолюючи дверцята 44 автоматично за ним закриваються, відділяючи верхній відсік 42 і монокристал 48 від нижнього відсіку 40 і пристрою 14 плавлення.

Ізолюючий пристрій у формі нижніх ізолюючих дверцят 44 виконує декілька функцій. Наприклад, у випадку катастрофічного руйнування кристала 48 під час охолодження ці дверцята запобігають падінню його шматків у відносно чутливий пристрій 14 плавлення. Крім того, ізолюючи дверцята 44 можуть забезпечувати теплову ізоляцію для створення середовища з регульованим охолодженням у верхньому відсіку 42 і тим самим надавати можливість регулювати швидкість охолодження в цьому відсіку.

На Фіг.1 і 2 показаний також пристрій 50 підстроювання градієнта температури. Пристрій 50 здійснює динамічне регулювання градієнта температури по довжині матриці 18. До пристрою 50 належать верхні теплові екрани 52, розташовані на протилежних кінцях пристрою плавлення. Положення цих теплових екранів по висоті можна змінювати за допомогою тягового механізму, регулюючи таким чином градієнт температури по довжині матриці. Теплові екрани 52 можуть бути пристосовані до виконання функції активних нагрівних елементів шляхом індуктивного нагріву за допомогою індуктивного нагрівного елемента 17. В іншому варіанті ці теплові екрани можуть бути виконані таким чином, щоб відбивати навколишню теплову енергію. В останньому випадку особливо підходящими є графітові пластини, наприклад, марки Grafoil™ (виробництва фірми Fiber Materials Inc. (FMI Inc.), Біддефорд (Biddeford), шт. Мен).

На Фіг.3-5 показані різноманітні особливості пристрою 14 плавлення. Тут можна бачити, що пристрій плавлення має тигель 20, що утримується на несучій плиті 22. Крім того, тигель 20 закривається кришкою 21 з розміщеним на ній екранним вузлом 26. Екранний вузол 26 включає у себе горизонтальні екрани 28, положення котрих визначається штифтами 29 екранів. На поданих кресленнях горизонтальні екрани зображені у формі плоских пластин, але вони можуть мати також інші геометричні форми. Конфігурацією горизонтальних пластин визначається форма статичного (ба-

зового) теплового профілю, який можна змінювати так, як описано нижче. Ці екрани можна виконувати із матеріалу, що відбиває теплову енергію, або ж можуть нести активну функцію, нагріваючись від поля індукції.

В одному з варіантів здійснення винаходу горизонтальні екрани 28 поділяються на першу і другу групи, розташовані уздовж, відповідно, першої і другої бічних сторін матриці 18. Кожна з цих груп екранів у загальному випадку є симетричною відносно вертикальної центральної осі. У варіанті, зображеному на Фіг.3 і 5, вертикальна центральна вісь проходить уздовж центральних каналів труб 33 постачання сировини, по котрим у тигель подається сировинний матеріал для утворення розплаву. Особливе значення має те, що горизонтальні екрани 28 утворюють ступінчасту конфігурацію з протилежно спрямованими нахилами від центральної осі. На поданих кресленнях можна бачити, що сусідні пари екранів, що перекриваються, поступово скорочуються, визначаючи нахил і утворюючи ступінчасту конфігурацію.

В іншому варіанті здійснення винаходу тигель має продовговату форму, тобто форма його перерізу в горизонтальній площині не є круглою. Як показано на Фіг.4, такий тигель має довжину l , ширину w і глибину d , а співвідношення його розмірів $l:w$ є не менше 2:1. Як показано на Фіг.4 довжина і ширина тигля 20 є взаємно перпендикулярними і являють собою внутрішні розміри тигля. В деяких варіантах здійснення винаходу відношення довжин сторін тигля 20 є не меншим 3:1 і складає, наприклад, 4:1. Окрім показаної тут овальної форми перерізу тигля 20 можуть використовуватися також прямокутна або багатокутна форми, які задовольняють вищезазначеній умові щодо співвідношення розмірів сторін. Показаний на Фіг.1 і 2 індуктивний нагрівний елемент 17 також має розміри сторін, співвідношення яких є подібним такому у тигля, і становить більше, ніж 2:1. Цю особливість ілюстровано на Фіг. 1 і Фіг. 2 розмірами обмотки, відповідно, по довжині та ширині.

Тепер більш докладно про функціонування пристрою EFG 10 вирощування кристалів. Вирощування кристала починається, як правило, з утворення розплаву в тиглі. Для цього тигель заповнюють сировинним матеріалом, яким у випадку сапфіру є Al_2O_3 . Сировинний матеріал подають, зазвичай, через труби 33 постачання сировини. Розплав ініціюють і підтримують шляхом індуктивного нагріву при температурі приблизно від 1950 до 2200°C подачею електричного живлення на індуктивний нагрівний елемент 17, який має множину витків індуктивного нагріву. Індуктивний нагрів здійснюється шляхом нагрівання тигля 20 і передачі теплової енергії матеріалу, що в ньому міститься. Приготований розплав змочує матрицю 18, утворюючи на її поверхні шар рідини.

Після утворення в тиглі стабільного розплаву зародковий кристал 46 опускають через пристрій 16 нагріву після росту до входження його в контакт з рідиною в отворі матриці. Після входження зародкового кристала в контакт з розплавом в отворі матриці, спостерігаючи за рідкою плівкою розплаву, що виходить із матриці на зародковий кристал, регулюють температуру і градієнт температури (як

розглянуто нижче) для встановлення висоти плівки в межах від 0,3 до 2,0 мм. Після цього зародковий кристал повільно піднімають таким чином, щоб після підйому кристала в нижній відсік 40 пристрою нагріву після росту більш низька температура в цьому пристрої викликала кристалізацію рідкого розплаву з утворенням монокристала. Зародковий кристал піднімають зі швидкістю, що звичайно лежить у межах приблизно від 3 до 30 см/год. і, зокрема, в межах від 3 до 15 см/год. або від 3 до 10 см/год.

На цій стадії процесу вирощування кристала утворюється шийка, яка має ширину субмаксимуму монокристала. На Фіг.6 показаний монокристал 100 повної довжини, який має основне тіло 102 і шийку 104, а між основним тілом і шийкою - перехідну ділянку Т. Бажано, щоб початкова ділянка шийки, що простягається від далекого кінця 106, мала мінімальні розміри, а саме довжину порядку декількох сантиметрів і товщину, що дорівнювала б принаймні половині ширини матриці. Таким чином, по досягненні бажаного початкового росту шийки решта її нарощується при зниженій швидкості витягування, що лежить у межах приблизно від 0,1 см/год. до 20 см/год., часто в межах приблизно від 0,1 см/год. до 10 см/год., і ще краще - від 0,5 см/год. до 5 см/год. Крім того, температура вирощування при цьому може бути знижена на 10 - 100°C і, зокрема, на 10 - 50°C від початкової температури процесу.

У результаті безперервного витягування зародкового кристала 46 ширина шийки досягає максимуму, що дорівнює довжині матриці 18. При цьому важливо, щоб у процесі витягування шийка кристала розширялася рівномірно і симетрично протилежним кінцям матриці, тобто так, що різниця по висоті між різними точками початку ділянки основного тіла, яка визначається переходом протилежних бічних сторін основного тіла, не перевищувала 4 см у проекції на висоту по вертикалі кристала.

На Фіг.6 показані два різні кристали, що ілюструють різницю в рівномірності росту. Перший з них, кристал 80, являє собою шийку забракованого монокристала (за межами технічних умов), а кристал 100 є кристалом повної довжини у стані після вирощування, придатний до подальшої його обробки з перетворенням на корисні компоненти. Кристал 100 має основне тіло 102 і шийку 104, а також ділянку переходу шийки в основне тіло, що утворилася під час росту кристала в зоні Т переходу. У загальному випадку товщина шийки 104 зростає від далекого кінця 106 до зони Т переходу. Можна бачити, що основне тіло 102 має першу і другу протилежні бічні сторони 108 і 110, які в загальному випадку є паралельними одна одній, у той час як кінцева точка кожної зі сторін 108 і 110 визначається відповідними бічними переходами від шийки 104 в основне тіло 100, визначаючи цим повну ширину. Перша бічна сторона 108 має кінцеву точку, визначену точкою 112 переходу, а бічна сторона 110, відповідним чином, має кінцеву точку, визначену точкою 114 переходу. Точки 112 і 114 переходу проектується перпендикулярно уздовж відтинку довжини (або поздовжньої осі) монокристалічної пластини, а відстань між відповідними

точками 112 і 114 переходу уздовж цієї довжини складає Δ_T , тобто різницю по висоті між точками переходу протилежних бічних сторін 108 і 110 основного тіла 102. У кращому варіанті Δ_T не перевищує приблизно 4 см і становить приблизно не більше 3,0 см і, зокрема, не більше, ніж приблизно 2,0, 1,5, 1,0, 0,8 і навіть 0,7 см. В ідеальному випадку Δ_T дорівнює нулю, хоча практично відтворювати в серійному виробництві нульову Δ_T доволі важко.

Якщо величина Δ_T є більшою, ніж задано в технічних умовах, наприклад, 4,0 см, то кристал витягують із розплаву вільним чином, бракують і операцію вирощування починають знову. Один з таких бракованих кристалів (80) показаний на Фіг.6.

Занадто велика Δ_T у загальному випадку відповідає небажаним варіаціям товщини поперек ширини кристала, що викликають внутрішні напруги і пов'язаний з цим низький вихід корисного продукту, а також процесу виготовлення оптичних компонентів із цього кристала. Велика Δ_T пов'язана з високими градієнтами температури по довжині матриці. Отже, однією з ознак винаходу є те, що градієнт температури по довжині матриці регулюють для забезпечення росту монокристала з величиною Δ_T в межах заданих технічних норм.

Градієнт температури може бути відрегульований за допомогою такого, як показано на Фіг.1 і 2, пристрою 50 підстроювання градієнта температури, який має перший і другий теплові екрани, розташовані на протилежних сторонах матриці. У варіанті здійснення винаходу, показаному на Фіг.1 і 2, підйом екрана на одному з кінців приводить до підйому температури на цьому кінці, в той час як опускання екрана знижує температуру на цьому кінці матриці. Регулювання пристрою 50 здійснюють за даними вимірювання температури по довжині матриці (за допомогою, наприклад, пірометра або термопар). Як правило, під час операції вирощування градієнт температури знижують до величини не більше, ніж приблизно 0,6°C/см по довжині матриці. В інших варіантах здійснення винаходу зниження градієнта температури становить ще менше - порядку 0,4 або навіть 0,3°C/см. В альтернативному випадку градієнт температури між першим і другим протилежними кінцями матриці під час вирощування знижують до величини не більше, ніж приблизно 20°C, наприклад, не більше, ніж 15°C.

Повний температурний профіль по довжині матриці в загальному випадку є таким, що температура в центрі матриці є найвищою, а на кінцях матриці знижується. В ідеальному випадку крива розподілу температури є симетричною, причому температура від центра до кінців матриці знижується рівномірно, створюючи зазвичай однакові градієнти температури від центра матриці до її кінців. Слід зауважити, що форму екранного вузла (розглянутого вище) вибирають таким чином, щоб створювати бажану статичну форму температурного профілю. В такому разі екрани, які діють як нагрівні елементи, звичайно є симетричними відносно осі, що ділить навпіл матрицю, і мають висоту, яка є максимальною в центрі матриці і посту-

пово зменшується до мінімуму на її протилежних кінцях.

Регулювання, як правило, проводять перед вирощуванням монокристалів, а також між робочими процесами вирощування індивідуальних монокристалів, наприклад, між процесом вирощування першого монокристалу 80 і процесом вирощування другого монокристалу 100. У будь-якому випадку динамічне регулювання градієнта температури звичайно проводять після утворення розплаву в тиглі. Крім того, градієнт температури можна регулювати під час вирощування монокристалів, тобто під час витягування зародкового кристала для вирощування і витягування монокристалів.

Замість описаного тут пристрою 50 підстроювання градієнта температури за допомогою теплових екранів, для регулювання градієнта температури можуть використовуватися пристрої такого ж призначення інших конструкцій. Наприклад, теплові екрани можуть бути замінені теплопоглиначами, що відбирають тепло від матриці. Таким тепловим поглиначем може бути відомим чином надана форма теплообмінників з перепусканням через них потоку рідини, що відбирає теплову енергію від теплопоглиначів. Кількість теплової енергії, що відбирається від кінців матриці, може регулюватися шляхом регулювання температури рідини, що проходить через теплообмінник, наприклад, за допомогою термостата, включеного в систему циркуляції, і/або шляхом регулювання швидкості потоку. В альтернативному варіанті для змінювання кількості теплової енергії, що відбирається від відповідних кінців матриці, можна регулювати положення теплопоглиначів.

Після створення монокристалів повної довжини, який має величину ΔT в заданих межах, монокристал відділяють від розплаву шляхом витягування і стабілізують його температуру, витримуючи монокристал у нижньому відсіку 40 пристрою 16 нагріву після росту. Потім монокристал витягують у верхній відсік 42, і під час цієї операції проводять його регульоване охолодження. При цьому охолодження проводять, звичайно, зі швидкістю не більше, ніж приблизно $300^{\circ}\text{C}/\text{год.}$ і ще краще - не більше, ніж приблизно $200, 150$ і навіть $100^{\circ}\text{C}/\text{год.}$ В одному з варіантів здійснення винаходу швидкість охолодження при цьому становить не менше, ніж приблизно $50^{\circ}\text{C}/\text{год.}$, залишаючись в інтервалі приблизно від 50 до $100^{\circ}\text{C}/\text{год.}$ Потреба у відносно повільному охолодженні в загальному випадку диктується декількома параметрами і серед них - масою кристала. У зв'язку з цим, слід зауважити, що при вирощуванні відносно великих монокристалів маса їх нерідко перевищує 4кг і досягає $5, 6$ і навіть 7кг .

Після витягування й охолодження монокристалів, як правило, піддають механічній обробці. У загальному випадку бажано, щоб монокристал мав форму, наближену до чистої, але часто монокристал доводять до бажаної для комерційного використання конфігурації шляхом механічної обробки. Такою обробкою можуть бути операції шліфування, полірування, притирання і т.п. Можуть застосовуватися також такі способи зняття і формування матеріалу, як електроерозійне різання

дротом або сколювання і т.п., що дозволяють надавати монокристалу форму бажаного компонента або компонентів, наприклад, оптичного вікна для сканера зчитування штрих-кодів, оптичного вікна для інфрачервоного або лазерного світловоду, чутливих систем і приладів націлювання у військовій техніці, оптичних вікон для приладів бачення в інфрачервоному та видимому спектрах тощо. Монокристалічне оптичне вікно в таких пристроях і системах може забезпечувати водночас високу стійкість до дряпання та ерозії і прозорість в інфрачервоному та видимому спектрах. Іншими сферами застосування для них є прозорі панцири, наприклад, куленепробивні лобові стекла, виконані із композитів, до яких входять великі пластини сапфіру.

Що стосується самого монокристалів, то він є у формі монокристалів оксиду алюмінію (сапфіру). Звичайно такий монокристал є відносно широким і має ширину не менше, ніж приблизно 15см і, зокрема, $17, 20, 22, 25$ і навіть 28см . Ширина монокристалів відповідає довжині матриці, що використовується для його вирощування і, таким чином, визначає бажану максимальну ширину монокристалів. Крім того, однією з особливостей такого монокристалів є те, що його середня товщина є не менше, ніж приблизно $0,5\text{см}$ і, зокрема, не менше, ніж приблизно $0,6, 0,7, 0,8$ і навіть $0,9\text{см}$.

Поряд з іншим, монокристал згідно з винаходом звичайно має відносно обмежені варіації по товщині, які складають не більше, ніж приблизно $0,2\text{см}$. При цьому варіація по товщині відповідає максимальній варіації товщини уздовж сегмента, що охоплює ширину основного тіла монокристалічної пластини. В ідеальному випадку максимальна варіація товщини відповідає більшості всіх сегментів ширини уздовж основного тіла, означаючи в загальному випадку максимальну варіацію товщини уздовж більшої частини основного тіла монокристалів.

Приклади

Приклад 1. Кристал розмірами $305\pm 3\times 475\pm 10\times 9,3\pm 0,8$ (ширина $W \times$ довжина $L \times$ товщина T , мм). Кристал за Прикладом 1 був вирощений у відповідності з таким процесом.

а. Підготровляють піч з такими компонентами для вирощування монокристалів: тиглем, матрицею, екранами та теплоізоляційною набивкою (в гарячій зоні).

б. Камеру печі продувають аргонном протягом 2 год. з витратою 40 куб. фут./хв. с Включають електричне живлення печі 150кВт.

г. Температуру печі підвищують зі швидкістю $0,625^{\circ}\text{C}$ потужності за хвилину до 1950°C .

е. Вручну регулюють температуру до утворення розплаву (T_m) при візуальному спостереженні.

ф. Вручну встановлюють температуру в інтервалі від T_m до $T_m + 60^{\circ}\text{C}$.

д. Включають подавач сировини, і тигель завантажують сировинним матеріалом в кількості 4100г.

h. Розплав витримують до встановлення його стабільного стану протягом 1 год.

і. Опускають зародковий кристал і приводять його в контакт з розплавом у середній точці матриці.

і Регулюють температуру таким чином, щоб зародковий кристал і матрицю (T_n) розділяв приблизно 1мм рідкої плівки.

к. Включають пристрій витягування зародкового кристала вгору зі швидкістю 75мм/год.

І. Вирощують шийку кристала на 25мм, контролюючи рівномірність поперечного перерізу і достатність ширини, яка повинна складати приблизно 1/2 ширини матриці. Якщо шийка є нерівномірною, то кристал витягують із печі, підстроюють градієнт температури і починають процес вирощування нового кристала.

м. Встановлюють температуру на рівень $T_n - 40^\circ\text{C}$ і знижують швидкість витягування до 25мм/год.

н. Дають кристалу поширитися до країв матриці. Якщо кристал поширюється нерівномірно до країв матриці, то його видобувають, проводять підстроювання градієнта температури і починають процес вирощування нового кристала.

о. По досягненні вирощуванням кристалом 50мм довжини включають подавач сировини і додають сировинний матеріал зі швидкістю 2,2г/хв. до загального завантаження 2250г на весь процес вирощування.

р. Регулюють температуру і/або градієнт температури для підтримування рівномірної висоти рідкої плівки на рівні $0,3 \pm 0,1$ мм на поверхні поділу матриці в процесі вирощування тіла кристала зі швидкістю 25мм/год.

q. Коли повна ширина кристала досягає 485мм, кристал видобувають із матриці підніманням його зі швидкістю витягування 7500мм/год. на довжину 8мм.

г. Коли дно кристала піднімається на 8мм над матрицею, швидкість витягування кристала знижують до 150мм/год. і підтримують її на цьому рівні доти, поки дно кристала не підніметься над матрицею на висоту 150мм.

с. Підвищують швидкість витягування кристала до 375мм/год., і на цій швидкості кристал видобувають із гарячої зони у верхню частину печі.

Інші приклади

Для вирощування кристалів інших розмірів кількість сировинного матеріалу, що завантажується у пристрій плавлення протягом процесу вирощування, змінюють так, щоб пристосувати її до іншої маси кристала. Наприклад, загальна маса кристала Прикладу 1 складала приблизно 6350г. Для кристала розмірами $230 \times 610 \times 9,3$ мм загальна маса повинна складати 6150г. Отже, у другому прикладі початкове завантаження повинно складати 4100г, а кількість сировини, доданої в процесі вирощу-

вання, буде складати 2050г при швидкості додавання 1,5г/хв. (2050/~24 години вирощування, 610мм/25мм/год.) У загальному випадку завантажувати сировинний матеріал бажано рівномірно протягом процесу вирощування на всій довжині кристала.

Застосовуючи різноманітні особливості варіантів здійснення даного винаходу і, зокрема, використовуючи тигель з високим відношенням його геометричних розмірів, нагрівний елемент з високим відношенням геометричних розмірів, пристрій підстроювання градієнта температури і розділений на відсіки пристрій нагріву після росту, можна ефективно виготовляти монокристалічні пластини сапфіру з заданими геометричними і ваговими характеристиками і, зокрема, з мінімальними шириною, товщиною і варіаціями товщини. Зокрема, використання тигля з високим співвідношенням його геометричних розмірів дозволяє підвищити однорідність і відтворність процесу, а використання системи градієнта температури для динамічного регулювання градієнта температури по довжині матриці дозволяє знизити до мінімуму градієнт температури, максимальні варіації температури уздовж матриці і, відповідно до цього, забезпечити симетричне поширення монокристала уздовж шийки, сприяючи цим досягненню рівномірності товщини і здатності вирощувати кристали відносно великої маси і товщини. Порівняно з відомими технічними рішеннями, в яких повідомляється про досягнення успіху в створенні монокристалів помірних розмірів з обмеженою шириною і/або товщиною, варіанти здійснення даного винаходу характеризуються поліпшеним контролем процесу і обладнанням, що дозволяють створювати великогабаритні монокристали наступного покоління і, зокрема, монокристалічні пластини.

Поданий вище опис предмету даного винаходу слід розглядати як такий, що має виключно ілюстративне, а не обмежувальне спрямування. Крім того, додана Формула винаходу охоплює всі модифікації, поліпшення та інші варіанти здійснення, що лежать у межах об'єму даного винаходу. Наприклад, поряд з варіантами здійснення, сфокусованими на вирощуванні великогабаритного сапфіру, описані тут процеси і технологічні засоби дозволяють виготовляти також інші монокристали. Отже, об'єм даного винаходу визначається як найширшою інтерпретацією поданої нижче Формули винаходу та її еквівалентів у максимально широких межах, що допускаються законом, і не обмежується представленим вище докладним описом винаходу.

17

89491

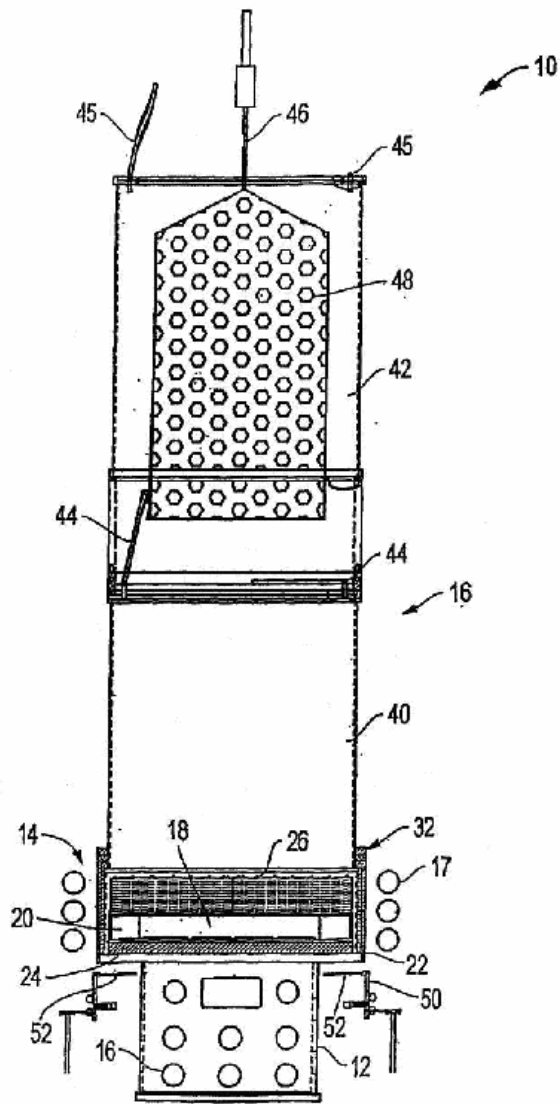


Fig. 1

18

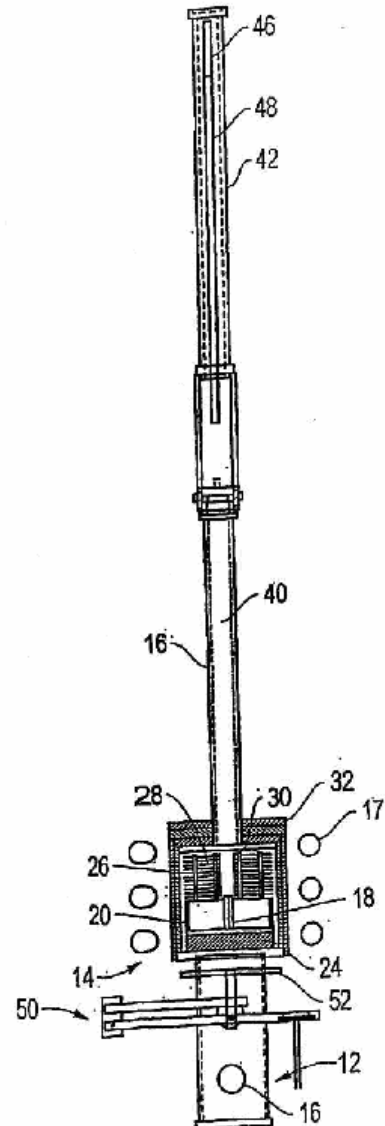


Fig. 2

19

89491

20

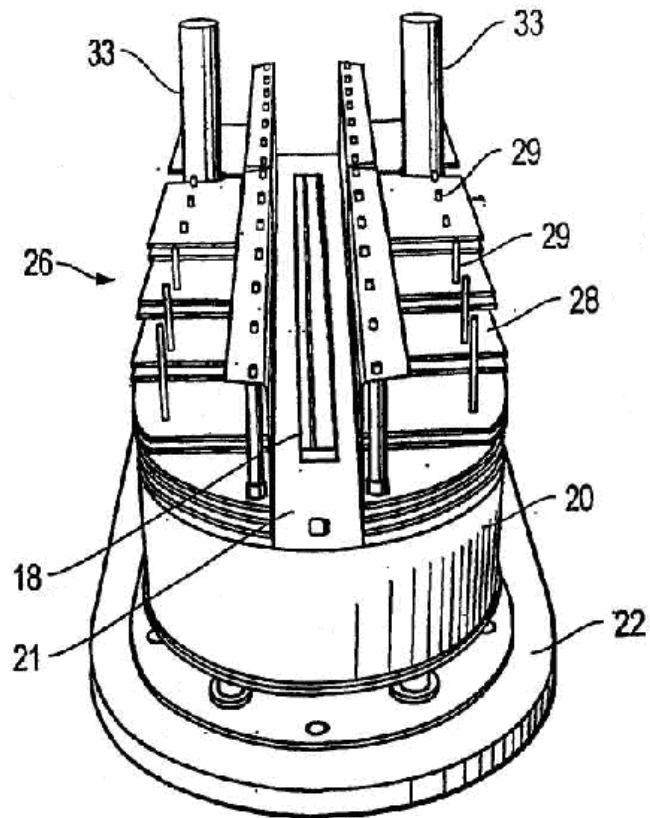


Fig. 3

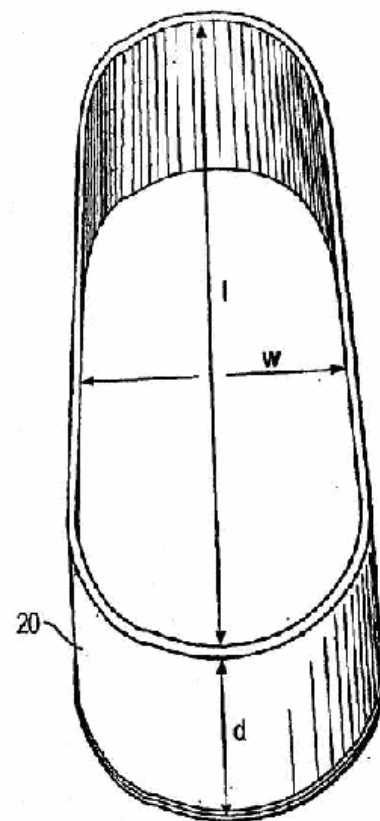


Fig. 4

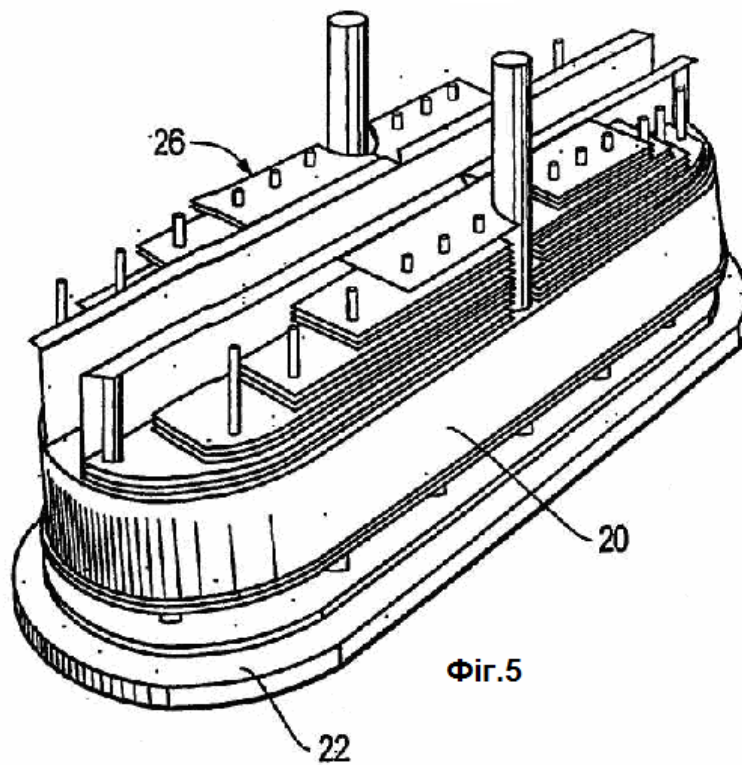
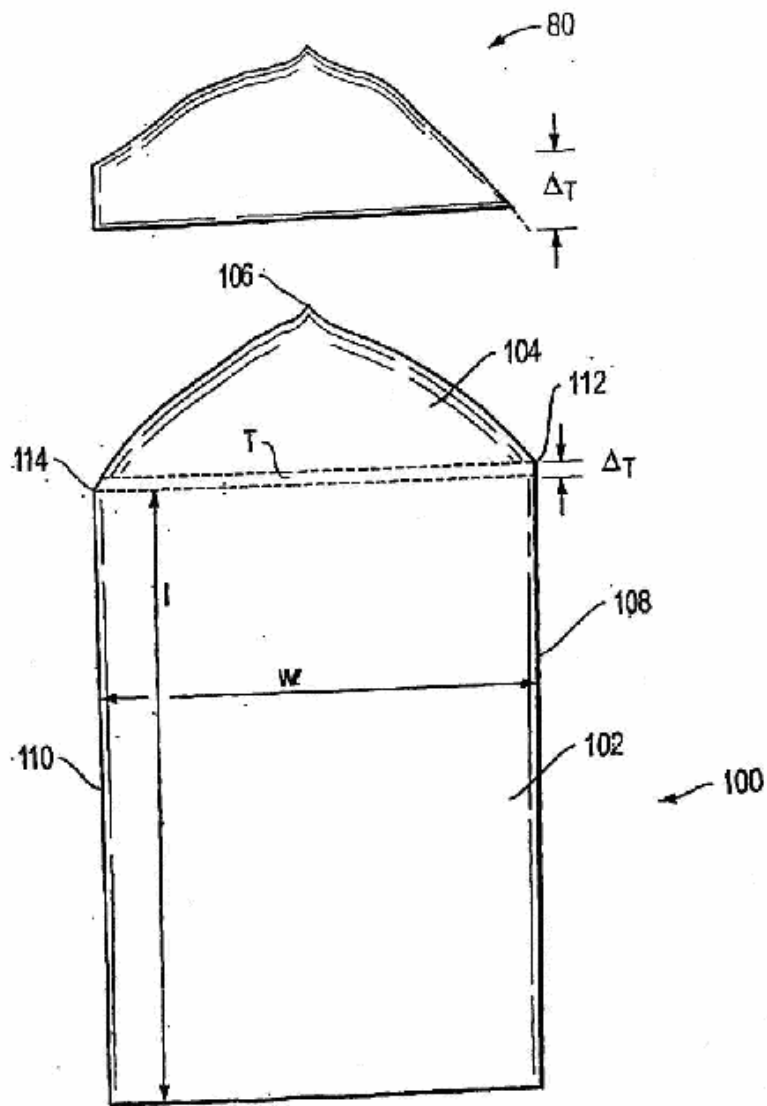


Fig. 5



Фіг.6