



УКРАЇНА

(19) UA (11) 15263 (13) U
(51) МПК (2006)
C30B 13/00
C22B 9/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ОЧИЩЕНИХ КРИСТАЛІВ

1

(21) u200600029
(22) 03.01.2006
(24) 15.06.2006
(46) 15.06.2006, Бюл. № 6, 2006 р.
(72) Кравченко Олександр Іванович
(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ НАУКОВИЙ ЦЕНТР "ХАР-
КІВСЬКИЙ ФІЗИКО-ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

2

(57) Спосіб одержання очищених кристалів, який включає формування кристала й створення в ньому принаймні однієї розплавленої зони, що не повністю займає його поперечний переріз, який **відрізняється** тим, що формування кристала ведуть шляхом дистиляції речовини з конденсацією в температурному градієнті.

Корисна модель відноситься до одержання речовин високої чистоти кристалізаційним (очищення зонною плавкою) і дистиляційним методами. Найбільш ефективний винахід може бути використане при одержанні високочистих кристалічних речовин для мікроелектроніки.

Відомо, що кристалізаційний метод очищення заснований на розходженні в складах, що знаходяться у рівновазі рідини й кристала, а дистиляційний - рідини й пара.

Ефективним способом одержання очищених кристалів є спосіб безтигельної зонної плавки [Пфанн В. Зонна плавка. 2-е изд. - М.: Мир, 1970. с.135-136] [1]. Кристал, що очищається, у вигляді стрижня закріплюють вертикально. Поблизу від одного з кінців кристала за допомогою нагрівача створюють розплавлену зону, у якій рідина втримується від витікання силами поверхневого натягу. Нагрівач переміщують уздовж кристала (або кристал переміщують щодо нерухливого нагрівача), внаслідок чого матеріал кристала піддається розплавлюванню в зоні й спрямованій перекристалізації. Домішки переміщуються убік ще не переплавленої частини кристала, а основна частина кристала, яка пройшла перекристалізацію, стає очищеною. Для підвищення ефекту очищення процес може здійснюватися декількома послідовними проходками розплавленої зони в тому самому напрямку.

Недоліком способу є його невисока продуктивність, пов'язана із жорсткою вимогою до форми вихідного матеріалу - у вигляді стрижня. Якщо вихідний матеріал має форму порошку або скрапу, то потрібна попередня операція готування стрижня, що підвищує трудовитрати.

Відомий спосіб одержання очищених кристалів, що сполучає витягування кристала з розплаву з безтигельною зонною плавкою [патент України № 51435А, С30В13/06, С30В15/00, 2002] [2]. Цей спосіб обраний як найближчий аналог. Зонної перекристалізації піддається кристал у процесі його формування витягуванням з розплаву (метод Чохральського), чим і досягається підвищення продуктивності процесу очищення. При цьому в процесі витягування кристала з розплаву відбувається попереднє очищення кристала. Процес здійснюється за рахунок неповного проплавлення матеріалу в зоні (або в зонах) - для забезпечення цілісності кристала, що витягається. Для підвищення ефективності очищення можливе застосування декількох зонних нагрівачів, а їхнє ексцентричне розташування виключає залишення в кристалі області, не очищеної зонною плавкою.

Однак ефективність очищення кристалів цим способом залишається невисокою.

В основу корисної моделі поставлена завдання, створити такий спосіб очищення, що у порівнянні зі способом, обраному як найближчий аналог, мав би більшу ефективність очищення.

Поставлене завдання вирішується тим, що в способі одержання очищених кристалів, що включає формування кристала й створення в ньому, принаймні, однієї розплавленої зони, що не повністю займають його поперечний переріз. Відповідно до корисної моделі формування кристала ведуть шляхом дистиляції речовини з конденсацією в температурному градієнті.

Застосування дистиляції речовини з конденсацією в температурному градієнті дозволяє одержувати конденсат не тільки у формі стрижня, що

(19) UA (11) 15263 (13) U

необхідна для проведення безтигельної зонної плавки, але й здійснювати ефективне попереднє очищення речовини на стадії формування стрижня. Заміна операції витягування кристала з розплаву (як це відбувається в способі по найближчому аналогу) операцією дистиляції з конденсацією в температурному градієнті за пропонованим способом забезпечує підвищення ефективності очищення речовини, що рафінують.

На кресленні представлена схема пристрою для здійснення пропонованого способу й схема розподілу температури по висоті пристрою.

Пристрій розміщений у вакуумній камері (на кресленні не показаний) і має тигель 1, установлений над ним паропровід 2 з перегородками 3, нагрівач тигля 4, тепловий екран 5 і зонні нагрівачі 6. На схемі розподілу температури показані: крива 1 - розподіл температури уздовж тигля й паропроводу; крива 2 - розподіл температури уздовж кристала; T_i - температура випару; T_m - температура плавлення; T_c - температура переважної конденсації основного компонента. Спосіб одержання очищеного кристала здійснюють у такий спосіб. Вихідний матеріал 7 поміщають у тигель 1, де його за допомогою нагрівача 4 нагрівають до заданої температури випару. При цьому уздовж паропроводу 2 за рахунок тепловипромінювання з тигля 1

установлюється температурний градієнт. Зверху в пристрій уводять затравочний кристал 8. Пари матеріалу, що очищається, 7 проходять по паропроводу 2 і конденсуються на нижньому торці кристала 8. Перегородки 3 сприяють багаторазовому зіткненню парів матеріалу 7 зі стінкою паропроводу. При цьому важколеткі домішкові компоненти конденсуються на паропроводі 2 на рівнях нижче рівня переважної конденсації основного компонента (нижче рівня торця кристала 8). Важколеткі домішкові компоненти йдуть через зазор між кристалом 8 і паропроводом 2 за межі пристрою в об'єм вакуумної камери. У результаті на нижньому торці кристала 8 наростає конденсат підвищеної чистоти. За допомогою механізму витягування (на кресленні не показаний) кристал 8 переміщують нагору, у результаті чого зростаючий кристал переміщується щодо зонних нагрівачів 6, що створюють ексцентричні рідкі зони 9 з неповним проплавленням кристала, і піддається додатковому очищенню методом без-тигельної зонної перекристалізації.

Як показують дослідження, пропонований спосіб забезпечує в 2...7 разів більш ефективне очищення ряду речовин від важколетких домішок у порівнянні зі способом, обраним у якості найближчого аналогу.

