



УКРАЇНА

(19) UA (11) 51435 (13) A

(51) B C30B13/06, C30B15/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ОЧИЩЕНИХ КРИСТАЛІВ

1

2

(21) 2002042545

(22) 01 04 2002

(24) 15 11 2002

(46) 15 11 2002, Бюл. №11, 2002р

(72) Кравченко Олександр Іванович

(73) Національний науковий центр "Харківський

фізико-технічний інститут"

(57) Спосіб отримання очищених кристалів, який включає витягування кристала з розплаву, який відрізняється тим, що у витягуваному кристалі утворюють, принаймні одну розплавлену зону, яка не займає поперечний переріз кристала повністю

Винахід має відношення до отримання речовин високої чистоти кристалізаційними методами. Ці методи засновані на різниці у складах рідкої речовини та кристалів, які утворюються з неї [1]. Винахід може бути застосовано при отриманні високочистих матеріалів для мікроелектроніки.

Відомий спосіб отримання очищених кристалів шляхом безтигельної зонної плавки, яка здійснюється таким чином. Матеріал, який очищують у вигляді стрижня закріплюють у тримачах [2, С. 76 – 813]. На стрижні, біля одного з його кінців, за допомогою нагрівача утворюють розплавлену зону, яка утримується від руйнування силами поверхневого натягу. Нагрівач переміщують уздовж стрижня (або стрижень переміщують відносно нерухомого нагрівача), внаслідок чого матеріал стрижня піддається розплавленню у зоні та спрямований перекристалізації. Домішки переміщуються у напрямку ще не обробленого стрижня, а основна маса матеріалу стає очищеною. Ефективність очищення зростає при кристалізації у певному кристалографічному напрямку з отриманням монокристала. Для здійснення такого режиму очищення процес ведуть із затравленням від орієнтованої монокристалічної затравки.

Для підвищення ефекту очищення процес можна здійснювати кількома послідовними проходками розплавленої зони у тому ж самому напрямку (ноді до 15 разів). Цей спосіб дозволяє отримувати кристали без забруднень матеріалом тигля.

Недоліком відомого способу є обмеженість його застосування, яка пов'язана із жорсткою вимогою до форми первинного матеріалу – у вигляді стрижня. Якщо первинний матеріал має вигляд порошку або кусків, необхідна попередня операція виготовлення стрижня, яку для багатьох речовин важко виконати.

Другим недоліком відомого способу є низька продуктивність, яка пов'язана з необхідністю здійснення кількох послідовних проходів розплавленої зони для досягнення необхідної чистоти.

Для збільшення продуктивності процесу було запропоновано спосіб отримання очищених кристалів з одночасним створенням декількох (принаймні двох) розплавлених зон, останню з яких (у напрямку від затравки) було розплавлено повністю, а попередні були такими, що займали поперечний переріз кристала не повністю [3, С. 8 – 9]. Нерозплавлені частини зон давали можливість утримуватись твердим частинам стрижня. Нерозплавлені частини зон можуть бути створені так, щоб вони були розміщені з різним зміщенням відносно осі стрижня. Це забезпечує розплавлення та перекристалізацію усього очищуваного матеріалу. Продуктивність такого способу при досягненні необхідної чистоти зростає із збільшенням числа створених розплавлених зон.

Відомий спосіб отримання очищених кристалів, який обрано як прототип. Спосіб, полягає у тому, що кристал витягують з розплаву (метод Чохральського) [2, С. 71 – 76]. Цей спосіб дозволяє очищувати початковий матеріал у будь-якому вигляді: порошок, скрап. Для підвищення ступеню очищення процес витягування кристала ведуть у певному кристалографічному напрямку із затравленням від орієнтованої монокристалічної затравки. З тією ж метою процес може бути повторено декілька разів, для чого вирощений кристал розміщують у тиглі, розплавляють і знов проводять витягування його з розплаву.

Недоліком способу є його невисока продуктивність, яка пов'язана із необхідністю повторення процесів очищення для досягнення необхідного рівня чистоти кристала.

(19) UA (11) 51435 (13) A

В основу винаходу поставлена задача створити такий спосіб отримання очищених кристалів, який, у порівнянні із способом, обраним як прототип, мав би більш високу продуктивність при отриманні кристала необхідної чистоти

Поставлена задача вирішується тим, що у способі отримання очищених кристалів, який включає витягування кристала з розплаву, згідно з винаходом, у витягуваному кристалі утворюють, принаймні одну розплавлену зону, яка не займає поперечний переріз кристала повністю

Розплавлена зона у витягуваному кристалі забезпечує його додаткове очищення, ПРИ ЦЬОМУ неповне розплавлення зони дозволяє здійснювати витягування кристала з розплаву ПРИ одночасно-му існуванні у кристалі розплавленої зони

На фіг 1 - 3 наведені схеми пристроїв для здійснення пропонованого способу при утворенні однієї частково розплавленої зони (фіг 1), при утворенні двох аксіально симетричних розплавлених зон, які не займають поперечний переріз кристала повністю (фіг 2) та при утворенні двох ексцентричних розплавлених зон, які не займають поперечний переріз кристала повністю

Пристрій для здійснення пропонованого способу має тигель 1 з нагрівачем 2, а також зонний нагрівач 3 (фіг 1) або зонні нагрівачі (фіг 2, 3)

Спосіб отримання очищеного кристала здійснюють таким чином

Первинний матеріал розміщують у тиглі 1, де його за допомогою нагрівача 2 перетворюють на розплав 4. Монокристалеву затравку 5 з необхідною кристалографічною орієнтацією опускають до зіткнення з розплавом 4, після чого затравку 5 надають рух дотри з швидкістю, необхідною для процесу направленої кристалізації (1-20 мм/год). Внаслідок цього з розплаву 4 витягується монокристал 6. Після того, як затравка 5 пройде рівень, на якому розташовано зонний нагрівач 3 (фіг 1), або верхній із них (фіг 2, 3), його (або всі зонні нагрівачі 3) включають і у витягуваному кристалі 6 утворюється розплавлена зона 7 (або розплавлені

зони 7), яка не займає поперечний переріз кристала повністю. В результаті первинний матеріал піддається очищенню при витягуванні кристала з розплаву одночасно з безтигельною одно- або багатозонною плавкою. Нерозплавлена частина розплавленої зони (або зон) дає можливість утримуватись частині кристала між останньою (від затравки) зоною та розплавом у тиглі (а також між зонами). Ексцентричне розміщення нерозплавлених частин розплавлених зон виключає існування у витягуваному кристалі неочищуваних областей. Застосування багатозонного нагрівача сприяє підвищенню ефективності очищення пропорційно кількості зон.

Спосіб випробували при вирощуванні монокристалів із GaAs. Первинний матеріал мав чистоту 99,99%. Процес проводили під шаром флюсу B_2O_3 у кварцовому тиглі у вигляді стакану. Висота шару флюсу була такою, що два зонних нагрівачі знаходились у флюсі. Монокристал затравки мав кристаллографічну орієнтацію [100]. Вирощуваний кристал мав діаметр 40 мм та довжину 200 мм. Швидкість вирощування складала 15 мм/год. Чистота вирощеного кристалла складала 99,9995%. Тривалість процесу - 15 годин. Для досягнення такої ж чистоти способом, який було обрано як прототип, необхідно приблизно 45 годин.

Таким чином, продуктивність пропонованого способу не менше, ніж у 2 рази вище у порівнянні із способом, у якому процес витягування кристала та наступні процеси додаткового очищення рознесені за часом.

Джерела інформації

1. Нашельский А. Я., Мевуис В. И. Расчет распределения примесей по длине кристаллов, выращенных методами направленной кристаллизации // *Высокочистые вещества*, 1994, №1, С. 5-21.
2. Лодиз Р., Паркер Р. Рост кристаллов. - М.: Мир, 1974.
3. Ратников Д. Г. Бестигельная зонная плавка. - М.: Металлургия, 1976.

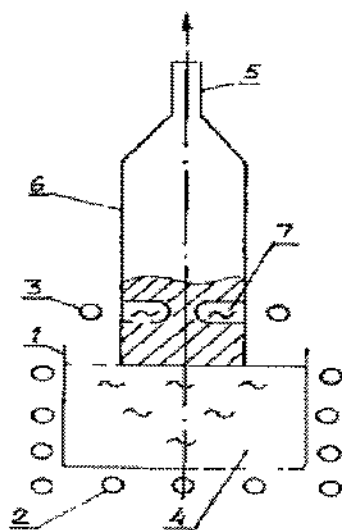


Fig. 1

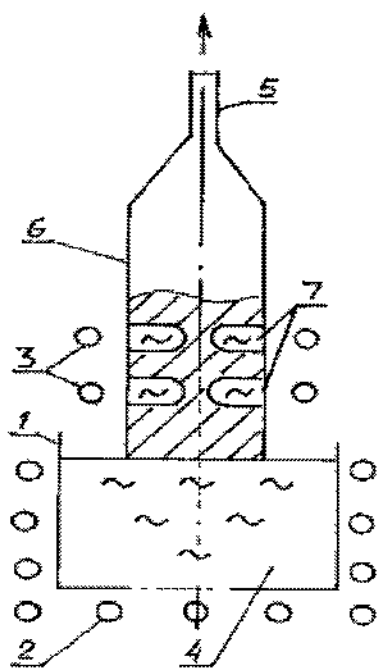


Fig. 2

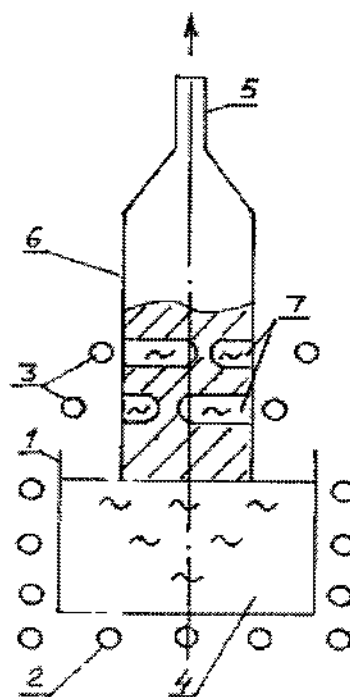


Fig. 3

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)
 вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна
 (044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»
 вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна
 (044) 216 – 32 – 71