



УКРАЇНА

(19) UA (11) 6396 (13) C1

(51)5 C 30 B 15/34

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ ПРОФІЛЬОВАНИХ КРИСТАЛІВ

1

(20) 94270921, 06.04.93
(21) 4927707/26
(22) 15.04.91, SU
(46) 29.12.94. Бюл. № 8-1
(56) Авторское свидетельство СССР
№ 1443488, М.кл. С 30 В 15/34, 1987, прото-
тип в наст. время не опубликован.
(71) НВО "Монокристалреактив"
(72) Литвинов Леонід Аркадійович, Пищук
Валер'ян Володимирович
(73) Інститут монокристалів АН України,
УА
(57) Устройство для выращивания профили-
рованных кристаллов, содержащее тигель
для расплава, размещенный в нем формооб-

2

разователь, установленный над тиглем за-
травкодержатель, выполненный в виде тяг,
имеющих на концах полки для размещения
затравки и шарнирно соединенных со што-
ком вытягивающего механизма, о т л и ч а -
ю щ е с я тем, что устройство снабжено
металлической пластиной, установленной
на верхнем торце затравки через дистанци-
онные шайбы из диэлектрического материа-
ла и имеющей вертикальные выступы
длиной, равной 0,9–0,95 суммы высот за-
травки и дистанционной шайбы, контактиру-
ющие с полками затравкодержателя, а тяги
затравкодержателя выполнены электриче-
ски изолированными одна от другой.

Изобретение относится к технологии
получения профилированных кристаллов
методом Степанова.

Предлагаемое изобретение является
усовершенствованием известного устройст-
ва, описанного в а.с. № 1443488.

Устройство по основному а.с. № 1443488
состоит из тигля с формообразователем и
затравкодержателем со средством захвата
затравки, последнее выполнено в виде тяг.
Нижний конец тяг имеет полки для затравки.
Верхний конец шарнирно присоединен к
вытягивающему штоку. Центры тяжести тяг
смещены к оси тигля. На формообразователе
размещают прокладки из кристаллизующего
материала. На полках тяг устанавливают за-
травку и опускают ее на прокладки. После
оплавления прокладки затравка опускается
на торец формообразователя. Предлагаемое
устройство обеспечивает фиксированную с
высокой точностью температуру затравле-

ния, исключает термоудары при контакте за-
травки с торцом формообразователя, обес-
печивает надежное смачивание затравки
расплавом и ее минимальное оплавление.

Недостатком устройства является
субъективность при определении момента
окончания затравления, т.к. контроль осуще-
ствляется визуально без сигнала обратной
связи об окончании процессов затравления,
что приводит к снижению качества кристал-
лов и выходу годных изделий.

Процесс затравления при выращивании
монокристаллов является самым ответст-
ственным и важным технологическим переде-
лом. От качества проведения этого процесса
зависит само существование кристалла.

Наиболее сложным в нем является вы-
бор температуры, момента затравления и
глубина оплавления затравки. Суммарное
влияние этих факторов наиболее существен-
но при получении профилированных кри-

(19) UA (11) 6396 (13) C1

сталлов. От глубины проплавления зависит не только форма получаемого кристалла, но и качество изделия. При неполном оплавлении торца затравочного кристалла образуются дефекты приповерхностного слоя, при большой степени оплавления резко возрастает расход затравочных материалов и образуются наплывы на формообразователе, что приводит к увеличению блочности и остаточных напряжений.

Задачей изобретения является создание устройства для выращивания профилированных кристаллов, обеспечивающего повышение качества и увеличение выхода годных изделий за счет исключения субъективного фактора при подборе глубины проплавления затравочного кристалла.

Поставленная задача решается тем, что устройство для выращивания профилированных кристаллов, содержащее тигель для расплава, размещенный в нем формообразователь, установленный над тиглем затравкодержатель, выполненный в виде тяг, имеющих на концах полки для размещения затравки и шарнирно соединенных со штоком вытягивающего механизма, согласно изобретению, снабжено металлической пластиной, установленной на верхнем торце затравки через дистанционные шайбы из диэлектрического материала и имеющий вертикальные выступы длиной, равной 0,9–0,95 суммы высот затравки и дистанционной шайбы, контактирующей с полками затравкодержателя, а тяги затравкодержателя выполнены электрически изолированными одна от другой.

Объективный сигнал обратной связи об окончании процесса проплавления затравочного кристалла на заданную величину по всей поверхности может быть получен в виде звуковой или световой сигнализации в том случае, если будет замыкание электрической цепи в системе затравка – затравкодержатель – формообразователь, для чего в известное устройство вносятся новые элементы:

– установка металлической пластины с направленными в сторону формообразователя выступами обеспечивает замыкание электрической цепи (фиг. 3) между пластиной и тягой затравкодержателя в момент проплавления затравки на заданную глубину. В зависимости от количества тяг может быть получено соответствующее количество электрических сигналов о том, что затравка проплавилась на поверхности формообразователя по всей поверхности (обычно устанавливают 3–4 тяги с диаметрально противоположных сторон затравки). Получение электрического сигнала от каждой тяги

свидетельствует о равномерности проплавления всей поверхности затравочного кристалла. Количество выступов на металлической пластине соответствует количеству тяг затравкодержателя, а их высота связана с необходимостью задания определенной глубины проплавления затравочного кристалла.

Кроме того металлическая пластина служит дополнительным отражательным экраном, т.е. снижает осевые температурные градиенты в зоне затравления, что приводит к улучшению структурного совершенства кристаллов.

Установка диэлектрических дистанционных шайб на верхнем торце затравки необходима с одной стороны для электрической развязки металлической пластины от системы крепления затравочного кристалла, с другой – для предотвращения спекания металлической пластины с затравочным кристаллом при высоких температурах, что может приводить к возникновению дополнительных термических напряжений и, как следствие, ухудшению качества кристаллов.

Для возможности создания электрической цепи в системе затравкодержатель – металлическая пластина, тяги затравкодержателя выполняются электрически изолированными друг от друга. (Сама электрическая схема (фиг. 3) устройства выполнена с применением известных технических решений и устройств, и не является предметом притязаний).

Разница высот – суммарной высоты затравки и высоты дистанционных шайб и высоты выступов – подобрана эмпирически: при разнице меньшей 0,95 не происходит надежного смачивания расплавом затравочного кристалла, при разнице большей 0,9 на затравочном кристалле образуются наплывы, возникают дополнительные остаточные напряжения в выращенном кристалле.

В результате проведенного тематического поиска технические решения, имеющие признаки аналогичные заявляемому не выявлены, на основании чего можно предположить, что предлагаемое техническое решение обладает существенными отличиями.

На фиг. 1 приведена схема устройства до оплавления дистанционных прокладок; на фиг. 2 – положение устройства после оплавления дистанционных прокладок; на фиг. 3 – электрическая схема устройства.

В таблице приведены сравнительные данные по качеству сапфировых тиглей.

Устройство для выращивания содержит (фиг. 1) тигель 1 с установленным над ним затравкодержателем со средством захвата, выполненным в виде тяг 2, электрически

изолированными друг от друга в шарнире 3. Нижняя часть тяг 2 снабжена полками 4 для размещения затравки 5. Верхняя часть тяг 2 закреплена с помощью шарниров 3 на штоке 6 вытягивающего механизма (на фигурах не изображен).

Центры тяжести тяг 2 смещены к оси тигля. В тигле 1 установлен формообразователь 7, на верхнем торце которого размещены прокладки 8, выполненные из кристаллизующего материала. Расплавы к формообразователю 7 подается через систему 9 капиллярной подпитки. Исходный материал в тигле 1 расплавляют нагревателем 10. На верхнем торце затравки 5 установлены диэлектрические дистанционные шайбы 11, на которых установлена металлическая пластина 12 с наплавленными в сторону формообразователя выступами 13, высота которых составляет 0,90–0,95 суммарной высоты затравки и диэлектрических дистанционных шайб.

Электрическая схема устройства (фиг. 3) содержит механические ключи K_1 , K_2 , K_3 , подключенные к соответствующим тягам, транзисторные ключи TK_1 , TK_2 , TK_3 , схему совпадения S , исполнительное устройство ИУ, связанное с механизмом вытягивания.

Устройство работает следующим образом. В нагреватель 10 помещают тигель 1 с системой 9 капиллярной подпитки расплава и формообразователем 7. На верхнем торце формообразователя 7 размещают прокладки 8, выполненные из кристаллизующего материала (кусочки выращиваемого кристалла заданной высоты). Затравку 5, изготовленную в виде диска, свободно устанавливают на прокладки 8. Полки 4 тяг 2, устанавливают на уровне формообразователя 7, на верхний торец затравки 5 устанавливают диэлектрические дистанционные шайбы 11, на которые устанавливают металлическую пластину 12 с направленными в сторону формообразователя 7 выступами 13.

Повышают температуру тигля 1 по заданной программе до начала плавления прокладок 8. По мере оплавления последних поверхность затравки 5, свободно установленной на них, плавно и медленно сближается с формообразователем 7. После полного оплавления прокладок 8 затравка 5 ложится на формообразователь 7 (фиг. 2).

Оплавление затравки 5 продолжают до контакта выступов 13 металлической пластины 12 с полками 4 тяг 2. О равномерности оплавления затравки 5 судят по наличию электрического сигнала (фиг. 3 звуковых сигналов) от всех контактов тяг 2 с пластиной 12. После появления звукового сигнала о контакте металлической пластины 12 с пол-

ками 4 тяг 2 делают изотермическую выдержку для стабилизации тепловых условий на фронте кристаллизации и начинают вытягивание (с помощью штока 6 вытягивающего механизма) кристалла известным способом. При этом тяги 2 самоцентрируются на затравке 5 за счет смещения центра тяжести и наличия шарниров 3, фиксируя затравку 5 и растущий кристалл в заданном положении.

П р и м е р. Выращивание сапфировых (Al_2O_3) тиглей цилиндрической формы с наружным диаметром 28 мм и толщиной стенки 2 мм.

Выращивание проводят на установке "Кристалл-606". Используют молибденовый тигель 1 диаметром 80 мм и высотой 100 мм с системой подпитки расплава, выполненной из пучка молибденовых капилляров 9. На торце пучка капилляров 9 устанавливают формообразователь 7, изготовленный из молибдена и состоящий из двух коаксиальных колец с зазором между ними для подачи расплава на поверхность формообразователя. На поверхность формообразователя 7 размещают прокладки 8 в виде трех сапфировых шайб толщиной 3 мм, расположенных под углом 120° одна относительно другой. На прокладках 8 свободно размещают затравку 5 в виде сапфирового диска диаметром 31 мм и толщиной 2,5 мм. На штоке 6 вытягивающего механизма устанавливают на шарнирах 3 затравкодержатель со средством захвата затравки в виде изготовленных из молибдена тяг 2 с полками 4. Тяги 2 электрически изолируются друг от друга в шарнире 3. На верхний торец затравки 5 устанавливают диэлектрические шайбы 11 толщиной 3 мм, на которые помещают молибденовую пластину 12 толщиной 1,5–2,0 мм с выступами 13, направленными в сторону формообразователя, высота выступов составляла 4 мм.

Установку вакуумируют и заполняют инертным газом до давления 1,05 атм. С помощью нагревателя 10 поднимают температуру до начала плавления сапфировых прокладок 8 ($\sim 2050^\circ C$). Начало оплавления прокладок 8 контролируют с помощью телевизионной системы ПТУ-47 с 12-ти кратным увеличением изображения зоны расплавления на телемониторе. После оплавления прокладок 8 затравка 5 опускается на формообразующую поверхность 7 и начинает проплавляться (фиг. 3). Оплавление затравки 5 происходит на контролируемую глубину равную разности суммарной толщины затравки 5 и дистанционных шайб 11, и высоты выступов 13 молибденовой пластины 12 ($2,5 \pm 3$) – 4 мм. После контакта выступов 13 металлической пластины 12 с полками 4 тяг

2 и появление звукового сигнала об этом контакте (фиг. 2) проплавление затравки прекращают, делают изотермическую выдержку для стабилизации расплава в зоне роста и проводят выращивание известным способом.

При этом электрическая схема срабатывает следующим образом. При замыкании механических контактов K_1 , K_2 и K_3 на тягах 2 с выступами металлической пластины 12 срабатывают транзисторные ключи TK_1 , TK_2 и TK_3 , сигналы которых подаются на систему электрических звонков Z_1 , Z_2 и Z_n и на систему совпадения "S". Исполнительное устройство "ИУ" включает электропривод на вытягивание кристалла только тогда, когда на все транзисторные ключи поданы сигналы.

Предлагаемое устройство обеспечивает фиксированную с высокой точностью температуру затравления, глубину проплавления затравки, исключает термоудары при сближении затравки с кромкой формообразова-

теля, обеспечивает надежное смачивание затравки расплавом при минимальном оплавлении ее поверхности, позволяет автоматизировать процесс затравления, исключив субъективный фактор при проведении этого процесса, что приводит как к повышению качества изделий, так и к увеличению выхода годной продукции.

В таблице приведены сравнительные данные о получении профилированных кристаллов на примере сапфировых тиглей диаметром 20 мм, длиной 60 мм методом Степанова с применением различных устройств для затравления.

Как следует из таблицы, по сравнению с основным техническим решением предлагаемое решение обеспечивает улучшение качества изделий и повышение выхода годной продукции на 10–12%.

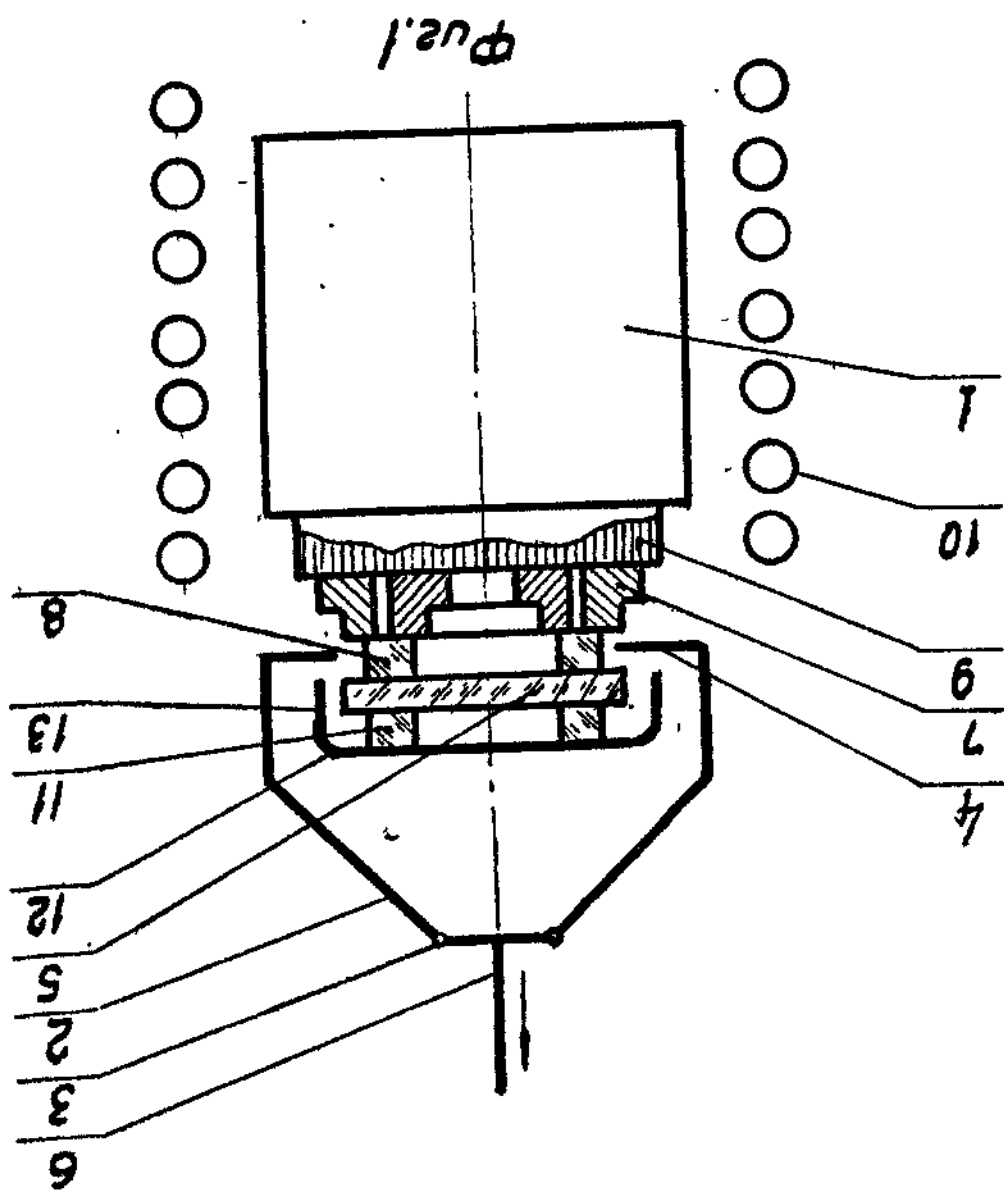
При выходе высоты выступов металлической пластины за граничные значения наблюдается резкое снижение процента выхода годной продукции.

25

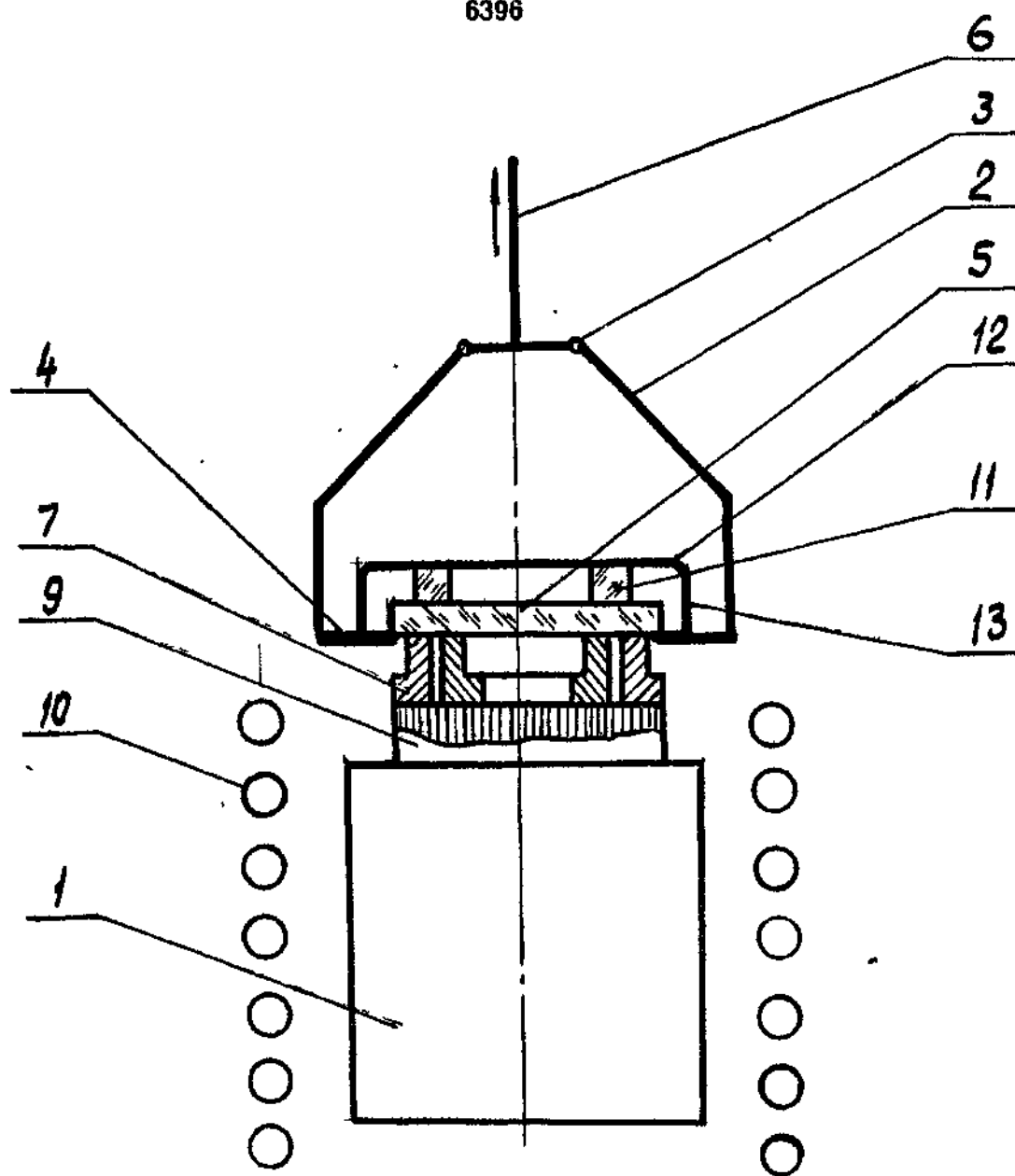
Сравнительные данные по качеству сапфировых тиглей, полученных по а.с. № 1443488 и предлагаемому устройству

№№ п/п	Параметр	а.с. № 1443488	Предлагаемое устройство				
			$h-h_1 =$ =0,5 мм	$h-h_1 =$ = 1 мм	$h-h_1 =$ =1,2 мм	$h-h_1 =$ =1,5 мм	$h-h_1 =$ =2,0 мм
1.	Плотность дислокаций, мт/см ²	$5 \cdot 10^5$	$5 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$	$5 \cdot 10^4$
2.	Протяженность границ	3	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
3.	Остаточные напряжения, кн/мм ²	3,5	1,8	1,8	1,8	1,8	4,3
4.	Процент выхода годной продукции	78	62	90	90	91	70

h – суммарная высота затравки и дистанционной шайбы
 h_1 – высота выступов металлической пластины.

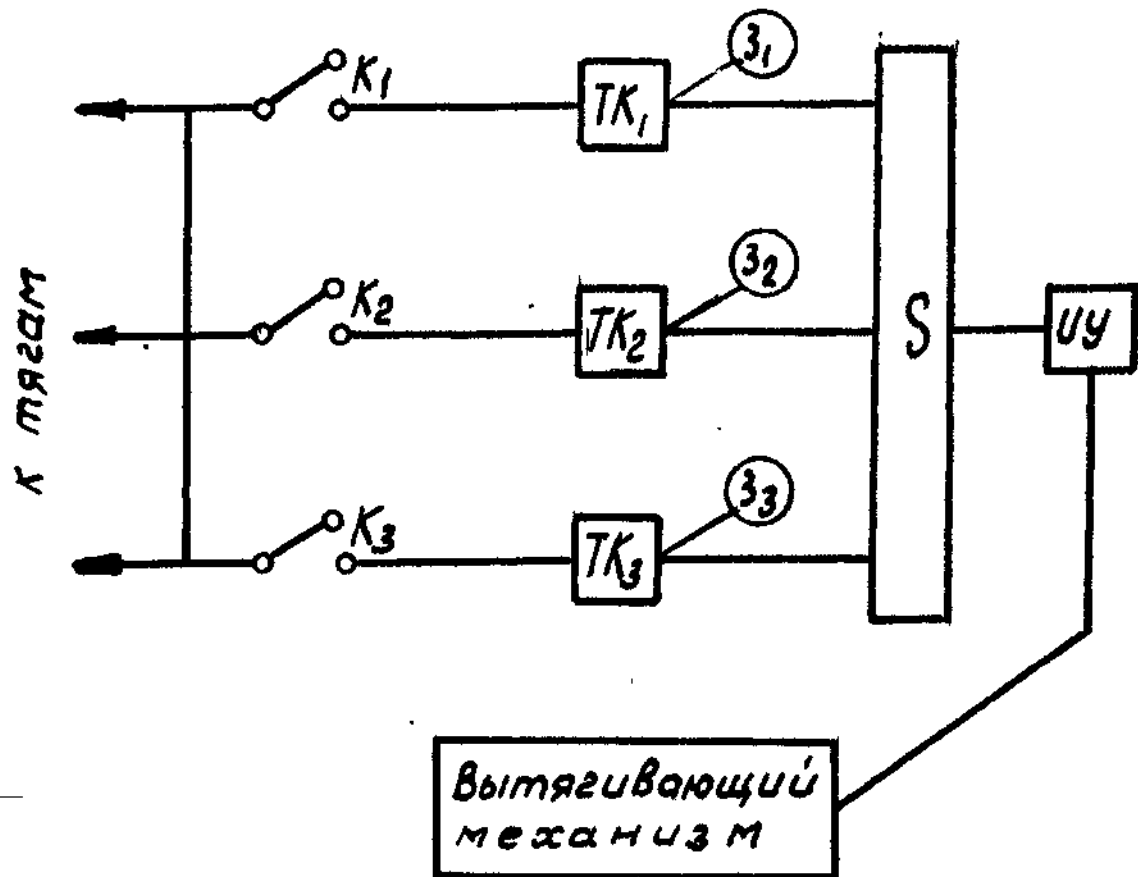


6396



$\Phi_{\text{д. 2}}$

6396



Фиг. 3

Упорядник Л. Литвинов

Техред М. Моргентал

Коректор О. Кравцова

Замовлення 625

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101

