



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

196142

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 10 03 78  
/21/ /PV 1513-78/

(40) Zveřejněno 29 06 79

(45) Vydáno 15 06 82

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 30 B 29/06

(75)

Autor vynálezu

ŠTVERÁK BOHUMIL ing. CSc., KOPEJTKO JAN a JANŮ MILOŠ ing., PRAHA

## (54) Způsob výroby dopovaného monokrystalického křemíku

1

Předmětem vynálezu je způsob výroby dopovaného monokrystalického křemíku s vysoce homogenně rozmístěným generovaným fosforem ozářením tepelnými neutrony.

Stávající výroba dopovaného monokrystalického křemíku vychází z dopovaného polykrystalu, který je dopován pouze na několik hodnot odporu. Při získávání jiných odporových skupin je nutné vycházet z takto dopovaných skupin polykrystalů, které se pracně dolegovávají roztokem kyseliny fosforečné. Při tomto dolegování se zanáší celá řada chyb, mezi nimiž je možno uvést například následující:

- nehomogenita nanášení roztoku kyseliny fosforečné po délce ingotu křemíku způsobuje axiální nehomogenity koncentrace dopantu;
- může se stát zdrojem nečistot vnášených do ingotu křemíku;
- při tomto způsobu dopování nelze prakticky dosáhnout přesně požadovaného odporu;
- uvedená metoda vykazuje vždy radiální gradient odporu v důsledku tvaru fázového rozhraní kapalně a pevně fáze a v důsledku segregace koeficientu fosforu;
- výtěžnost monokrystalických křemíkových ingotů není nikdy stoprocentní.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby podle vynálezu. Vynález přitom spočívá na využití známé jaderné reakce  $^{30}\text{Si} / n, \gamma / ^{31}\text{Si} \rightarrow ^{31}\text{P}$ . Při ozařování křemíku v jaderném reaktoru tepelnými neutrony dochází ke vzniku radioizotopu  $^{31}\text{Si}$ , který se s poločasem  $T_{1/2} = 2,62$  hodiny přemění na stabilní izotop fosforu  $^{31}\text{P}$  při vyzáření částice o maximální energii  $E_{\text{max}} = 1,48$  MeV a fotonů s energií  $E_{\text{max}} = 1,26$  MeV. Protože

2

tok tepelných neutronů v jaderném reaktoru proniká prakticky homogenně ozařovaným materiálem, vzniká z atomů křemíku vysoce homogenně rozmístěný fosfor o požadované koncentraci.

Vynález řeší daný úkol tak, že křemíkové plochy se před ozářením povrchově adjustují, např. obalením hliníkovou fólií, potom se aktivují tokem tepelných neutronů od  $1 \times 10^9$  až  $1 \times 10^{15} \text{ n cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$  s rozptylem homogenity toku v příčném i podélném směru kanálu do 15 % střední hodnoty, s následným vyměněním krátkodobých izotopů např.  $^{31}\text{Si}$  po dobu od 24 do 60 hodin a odstraněním adjustačního obalu, načež se křemíkové bloky očistí oplachem, např. destilovanou vodou, etylalkoholem a acetonem, popřípadě se po tomto oplachu provádí leptání v kyselině fluorovodíkové s opakovaným oplachem, např. destilovanou vodou, etylalkoholem a acetonem, a potom se křemíkové bloky tepelně žíhají při teplotě v rozmezí od 600 °C do 1 000 °C po dobu od 20 do 180 minut.

Dosažené koncentrace fosforu v ingotech křemíkového monokrystalického materiálu je dána vztahem:

$$C_p = 2,05 \cdot 10^{-4} \Phi \cdot t$$

kde  $C_p$  je koncentrace fosforu v monokrystalickém bloku křemíku /atomy  $\text{P/cm}^3 \text{ Si/}$ ,  $\Phi$  je tok tepelných neutronů  $/\text{n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}/$  a  $t$  je doba ozařování v sekundách. Po ozáření v jaderném reaktoru je sice ozářený materiál radioaktivní, jeho radioaktivita však exponenciálně klesá s poločasem 2,62 hodiny.

To znamená, že například po deseti poločasech /26,2 hodiny/ poklesne původní radioaktivita 1024krát a materiál přestane být ve smyslu ČSN 34 1730 a vyhlášky MZd č. 59/72 Sb. radioaktivní. Veškerý radioizotop  $^{31}\text{Si}$  se přemění na stabilní izotop  $^{31}\text{P}$  a s tímto materiálem lze pak zacházet jako s neradioaktivním materiálem.

Protože při ozařování v reaktoru dochází v křemíku ke vzniku radiačních poruch, je nutné tyto poruchy akceptorového typu odstranit žíháním při teplotě vyšší než  $600^\circ\text{C}$  po dobu delší než 20 minut. V takto zpracovaném křemíkovém materiálu jsou tyto poruchy eliminovány.

V následujícím textu je uveden výhodný konkrétní příklad způsobu výroby dopovaného monokrystalického křemíku s vysoce homogenně rozmístěným generovaným fosforem ozářením tepelnými neutrony podle jaderné reakce  $^{30}\text{Si} /n, \gamma/ \rightarrow ^{31}\text{P}$ , vyznačený tím, že křemíkové bloky se před ozářením povrchově adjustují, např. obalením hliníkovou fólií, potom se aktivují tokem tepelných neutronů od  $1 \cdot 10^9$  až  $1 \cdot 10^{15} \text{ n cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$  s rozptylem homogenity toku v příčném i podélném směru kanálu do 15 % střední hodnoty, s následným vymřením krátkodobých izotopů,

pohybujícími se v místech, kde dochází k ozařování bloků. Typ adjustáže je velmi jednoduchý, rychlý, levný a dostupný. Zároveň se přibalí i monitorovací vzorek kobaltu nebo zlata, který slouží ke zjištění přesné integrální dávky tepelných neutronů. Takto připravené vzorky se aktivují v kanálu jaderného reaktoru v rohu tepelných neutronů  $\Phi = 10^{13} \text{ n cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$ , při době aktivace 14,5 hodiny se vytvoří v materiálu  $1,07 \cdot 10^{14}$  atomů fosforu/ $\text{cm}^3$ . Po provedené aktivaci následuje vymření krátkodobých izotopů, např.  $^{31}\text{Si}$  po dobu 48 hodin, odstraní se adjustační obaly, načež následuje oplach destilovanou vodou, leptání kyselinou fluorovodíkovou, znovu opakovaný oplach destilovanou vodou a dehydratace etylalkoholem a acetonem. Po přeměření zbytkové radioaktivity se monobloky křemíku žíhají při teplotě  $800^\circ\text{C}$  po dobu 70 minut za účelem odstranění poruch vznikajících v monokrystalu křemíku působením tepelných neutronů.

#### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby dopovaného monokrystalického křemíku s vysoce homogenně rozmístěným generovaným fosforem ozářením tepelnými neutrony podle jaderné reakce  $^{30}\text{Si} /n, \gamma/ \rightarrow ^{31}\text{P}$ , vyznačený tím, že křemíkové bloky se před ozářením povrchově adjustují, např. obalením hliníkovou fólií, potom se aktivují tokem tepelných neutronů od  $1 \cdot 10^9$  až  $1 \cdot 10^{15} \text{ n cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$  s rozptylem homogenity toku v příčném i podélném směru kanálu do 15 % střední hodnoty, s následným vymřením krátkodobých izotopů,

např.  $^{31}\text{Si}$  po dobu od 24 do 60 hodin, a odstraněním adjustačního obalu, načež se křemíkové bloky očistí oplachem, např. destilovanou vodou, etylalkoholem a acetonem, popřípadě se po tomto oplachu provádí leptání v kyselině fluorovodíkové s opakovaným oplachem, např. destilovanou vodou, etylalkoholem a acetonem, a potom se křemíkové bloky tepelně žíhají při teplotě v rozmezí od  $600$  do  $1000^\circ\text{C}$  po dobu od 20 do 180 minut.