



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

229897

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

B 01 D 9/00

(22) Přihlášeno 10 12 82
(21) (PV 9035-82)

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 04 86

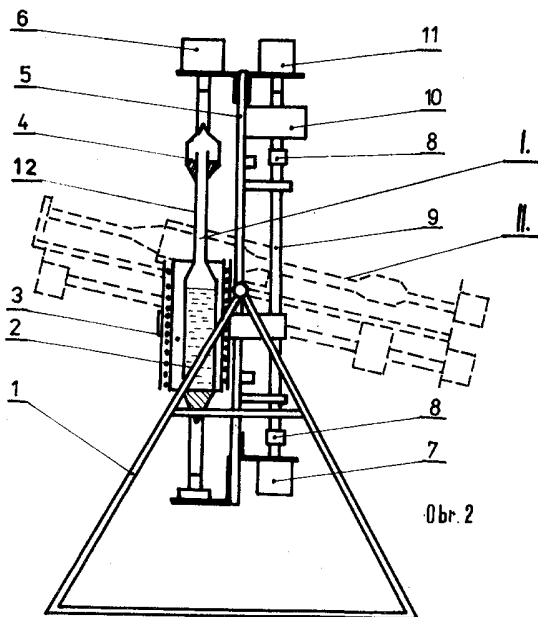
(75)
Autor vynálezu

KUCHAŘ LUMÍR prof. ing. CSc., OSTRAVA, DRÁPALA JAROMÍR ing.,
MAVÍŘOV, DUŽÍ PAVEL ing. CSc., OSTRAVA (ČSSR),
IVANOV JURIJ MICHAJLOVIČ ing. CSc., VANJUKOV ANDREJ VLADIMIROVIČ
prof. DrSc., ŠAVULA ALEXANDR VASILJEVIČ ing.,
DANILIN JURIJ PAVLOVIČ ing., MOSKVA (SSSR)

(54) Zařízení pro rafinaci látek metodou usměrněné krystalizace s odvodem materiálu

Zařízení pro rafinaci látek metodou usměrněné krystalizace s odvodem materiálu je určeno pro oblast metalurgie polovodičové techniky, mikroelektroniky a optoelektroniky.

Je tvořeno stojanem, na němž je umístěna pec s ampulí a regulátorem teploty. Vertikálně usazená ampule je propojena kanálkem s komůrkou pro odvod materiálu a spojena s reverzním míchadlem. Pec a ampulí a komůrkou jsou upraveny na stojanu sklopně.



Vynález se týká zařízení pro rafinaci látek metodou usměrněné krystalizace s odvodem materiálu, tvořené stojanem, na němž je umístěna pec s ampulí a s regulátorem teploty,

Jsou známa zařízení pro horizontální zonální tavení s odvodem materiálu. U těchto zařízení se tavenina v průběhu zonálního tavení obohacuje nebo ochuzuje o příměsí v souladu s efektivním rozdělovacím koeficientem příměsí v základní látce. Poslední podíl taveniny, který bývá nejvíce znečištěn nebo obohacen na příměsí, lze před utuhnutím odstranit odvodem materiálu, načež se pokračuje novým průchodem zóny.

Tímto způsobem lze zvýšit účinnost zonální rafinace. Nevýhodou je, že jen počáteční část ingotu je očištěna od příměsí a zbývající část ingotu obsahuje téměř nezměněný obsah příměsí. Z tohoto důvodu je nutno provádět mnohonásobnou zonální rafinaci, což je časově i energeticky náročné.

Pro metodu usměrněné krystalizace nebyl dosud způsob odvodu materiálu technicky vyřešen. Metoda usměrněné krystalizace je podle teoretických i praktických výsledků mnohem efektivnější z hlediska distribuce příměsí při krystalizaci (výhodný koncentrační profil ingotu). Nevýhodou je, že usměrněnou krystalizaci nelze vícenásobně opakovat.

Tuto nevýhodu odstraňuje zařízení pro rafinaci látek metodou usměrněné krystalizace s odvodem materiálu podle vynálezu, tvořené stojanem, na němž je umístěna pec s ampulí, a s regulátorem teploty. Jeho podstata spočívá v tom, že vertikálně ustavená křemenná ampule je propojena kanálkem s komůrkou pro odvod materiálu a spojena s reverzním míchadlem, přičemž pec s ampulí a komůrkou jsou upraveny na stojanu sklopně. Podle výhodného provedení je ampule s komůrkou pro odvod materiálu o délce stejné nebo větší, než je délka pece, a o průřezu kanálku v rozmezí od 1 do 2 cm².

Základní účinek zařízení podle vynálezu spočívá v tom, že umožňuje vícenásobné opakování rafinace, čímž se docílí výrazného zlepšení rafinačního účinku a vyššího využití rafinovaného materiálu. Zařízení dále umožňuje rozšíření okruhu rafinovaných látek například o těžké látky. Zvýšení účinnosti rafinace látek se dosahuje v důsledku intenzivního promíchávání taveniny, které je zabezpečeno pomocí reverzního pohybu vertikálně uložené ampule s taveninou rafinované látky. Zároveň s těžkovatelnými látkami jako germanium, indium, galium, umožňuje zařízení v uzavřeném systému rafinovat i látky, které mají vysokou tenzi par (kadmium, telur a podobně).

Zařízení podle vynálezu je dále blíže popsáno na příkladu provedení podle připojeného výkresu, na němž obr. 1 značí grafické porovnání dvou základních způsobů rafinace látek a obr. 2 schematický nárys zařízení podle vynálezu.

Jak je seznatelné z obr. 1, porovná-li se oba základní způsoby rafinace látek - zonální tavení a usměrněná krystalizace, lze konstatovat, že usměrněná krystalizace má výhodnější koncentrační profil - křivka I, než zonální tavení - křivka II, přičemž základní materiálový parametr při rafinaci - rozdělovací koeficient - je pro oba případy tentýž. V daném případě je na ose x vyznačena délka ingotu a na ose y koncentrace příměsí. Ingot vyrobený usměrněnou krystalizací je mnohem homogennější, takže i další vlastnosti krystalu - elektrické, fyzikální, mechanické, jsou homogennější, takže použitelná délka usměrněně utuženého ingotu je pro technickou aplikaci mnohem větší, než je tomu u ingotu vyrobeného jedním průchodem roztavené zóny.

Odvádí-li se znečištěná část ingotu, pak rafinační efekt vzroste. Výpočty i praxe ukázaly, že po provedení 10 procesů usměrněné krystalizace s odvodem pouze 5 % materiálu dojde po každém průchodu ke snížení koncentrace příměsí o čtyřnásobek pro příměs s rozdělovacím koeficientem $k = 0,1$, přičemž je možno získat až 60 % materiálu. To prokazuje vynikající účinnost rafinace od příměsí, jejichž rozdělovací koeficient $k < 1$.

Zařízení sestává z pevného svařovaného stojanu 1, na kterém je připevněna křemenná ampule 2 s rafinovaným materiálem. Ampule 2 je spojena kanálkem 12 s komůrkou 4, v níž se shromažďuje odvedená část materiálu po provedené usměrněné krystalizaci. Pec 3 je sestavena ze dvou křemenných trubek, mezi nimiž je navinut odporový chromnikový drát o průměru 1 až 2 mm. Při rafinaci lehce tavitelných látek, do teploty 500 až 600 °C, není zapotřebí umístit mezi trubky vyzdívku. Při rafinaci látek s teplotou tání 900 až 1 000 °C, například germania, je nutná vyzdívka z kaolinové vaty o tloušťce 1,5 cm.

Pro pozorování zbytku taveniny, který je určen k odvodu materiálu, jsou na peci 3 umístěny dva vertikální průzory o šířce 1,5 cm po celé délce pece 3. Konstrukce pece 3 je vybavena přepínacím zařízením, multivibrátorem pro zabezpečení reverzního pohybu ampule 2 s vysoce přesným regulátorem teploty pece 3.

Konstrukce pece 3 umožňuje změnu polohy pece 3 při usměrněné krystalizaci materiálu, a to volitelnými rychlostmi 16, 8, 1 nebo 0,25 cm/h pomocí elektromotoru 11 a reduktoru 10 a rychlého sklopení pece pro odvod materiálu pomocí elektromotoru 7.

Na obr. 2 je naznačena poloha I ampule v periodě usměrněné krystalizace a poloha II ampule v okamžiku odvodu materiálu. Na stojanu 1 je uložena plošina 5, na níž je uchyceno míchadlo 6, dále elektromotor 7 pro zrychlené spouštění ampule 2. Na plošině 5 je uchycen elektromotor 11 pro regulovaný pohyb pece 3, spojený přes reduktor 10 a spojku 8 s pečí 3 pomocí šroubu 9.

Jak je patrné z obr. 2, má zařízení dvě pracovní polohy. V poloze I se provádí usměrněná krystalizace ingotu tak, že se nejprve celý ingot roztaví, pak se zapne mechanický posuv pomocí elektromotoru 11 a zvolenou rychlostí se nechá ingot postupně tuhnout. Promíchávání taveniny v ampuli 2 je zabezpečováno reverzním míchadlem 6. Modelování procesu promíchávání ukázalo, že pro taveniny s viskozitou 1 až $4 \cdot 10^{-3}$ Pa.s se jeví jako optimální rychlost otáčení ampule 2 90 až 100 ot.min⁻¹ s reverzní periodou 7 až 10 s. Odlití zbytku taveniny se provádí rychlým nakloněním plošiny 5 z polohy I do polohy II, kdy tavenina přeteče spojovacím kanálkem 12 do komůrky 4. Po odlití se zařízení vrátí do polohy I a provede se opětné roztavení ingotu s následnou usměrněnou krystalizací.

Konstrukce zařízení umožňuje pracovat v uzavřeném systému pod vakuem nebo v inertní atmosféře. Zařízení je vhodné pro látky s nízkou i vysokou tenzí par až do teploty tání 1 200 °C. Pro zabezpečení účinné rafinace těkavých látek je ampule 2 spojena s komůrkou 4 pro odvod materiálu pomocí kanálku 12 o délce stejné nebo větší, než je délka pece, a o průměru kanálku ne vyšším než 1 až 2 cm². Pomocí tohoto zařízení lze účinně rafinovat jak čisté materiály, tak i sloučeniny nebo slitiny.

Jako příklad se uvádí rafinace teluru usměrněnou krystalizací ve vertikálním uspořádání s odvodem materiálu. Výchozí vsázka teluru 250 g byla umístěna do křemenné ampule 2 s vnitřním průměrem 20 mm. Bylo provedeno 10 procesů usměrněné krystalizace rychlostí pohybu pece 3 1 cm/h při teplotě pece 3 480 °C a s 5 % odvodem materiálu. Hmotnost očištěného odlitku byla 145 g.

Výsledky chemicko-spektrální analýzy v různých stadiích rafinace jsou uvedeny v následující tabulce.

T a b u l k a 1

Vzorek	Obsah příměsí (hmot. %)					
	Cu	Pb	Mg	Mn	Fe	Al
Výchozí telur	$6 \cdot 10^{-6}$	$8 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Telur z odvedené části	$1 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-5}$
Očištěný telur	$< 2 \cdot 10^{-6}$	$< 5 \cdot 10^{-6}$	$< 1 \cdot 10^{-5}$	$< 3 \cdot 10^{-6}$	$< 1 \cdot 10^{-4}$	$< 5 \cdot 10^{-5}$

Zvýšená koncentrace příměsí v odvedené části ve srovnání s výchozím materiálem svědčí o efektivnosti procesu rafinace.

Dalším ukazatelem čistoty materiálu je teplota přechodu z vlastní do příměsové vodivostní oblasti. Z literárních zdrojů je známo, že se zvýšením čistoty se teplota inverze T_i snižuje. Měření T_i výchozího teluru a teluru z odvedené části dalo hodnoty 201 a 205 K. Teplota inverze vyčištěného teluru dosáhla hodnoty 175 K, která je charakteristická pro nejčistší vzorky teluru známé z literatury.

Konstrukce zařízení má tu zvláštnost, že kondenzát vysoce těkavého teluru nacházející se v kanálku 12 spojujícím ampuli 2 s komůrkou 4 pro odvod materiálu je při posuvu pece 3 směrem nahoru natavován a stéká zpět do ampule 2. Značná délka spojovacího kanálku 12 je účinnou překážkou pro přenos par teluru do komůrky 4 pro odvod materiálu.

Uvedené zařízení má velký význam pro přípravu látek s vysokou čistotou, s vysokou strukturní dokonalostí případně i ve formě monokrystalické, s vysokou homogenitou rozložení příměsí, což je velmi důležité pro speciální oblasti metalurgie polovodičové techniky, mikroelektroniky, optoelektroniky atd. Pomocí zařízení lze připravovat látky jednodíložné i vícekomponentní, s nízkou i vysokou tenzí par jedné nebo více složek, což je důležité zejména pro přípravu speciálních polovodičových sloučenin.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Zařízení pro rafinaci látek metodou usměrněné krystalizace s odvodem materiálu, tvořené stojanem, na němž je umístěna pec s ampulí a s regulátorem teploty, vyznačené tím, že vertikálně usazená křemenná ampule (2) je propojena kanálkem (12) s komůrkou (4) pro odvod materiálu a spojena s reverzním míchadlem (6), přičemž pec (3) s ampulí (2) a komůrkou (4) jsou upraveny na stojanu (1) sklopně.

2. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že ampule (2) je spojena s komůrkou (4) pro odvod materiálu o délce stejné nebo větší, než je délka pece (3), a o průřezu kanálku (12) v rozmezí od 1 do 2 cm².

1 výkres

