



(11) FREMLÆGGESESSKRIFT 142625

DANMARK



DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(51) Int. Cl.³ C 30 B 25/16

(21) Ansøgning nr. 1632/72 (22) Indleveret den 5. apr. 1972

(24) Løbedag 5. apr. 1972

(44) Ansøgningen fremlagt og
fremlæggeskriftet offentliggjort den 1. dec. 1980

(30) Prioritet begæret fra den
6. apr. 1971, 2116746, DE

-
- (71) SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT, Berlin und Muenchen, 8 Muenchen 2, Wittels-
bacherplatz 2, DE.
- (72) Opfinder: Hans Stut, 8031 Groebenzell, Malstrasse 18, DE.

(74) Fuldmægtig under sagens behandling:
Internationalt Patent-Bureau.

- (54) Fremgangsmåde og apparat til fremstilling af halvlederstave ved termisk spaltning af en halvlederforbindelse.

Opfindelsen angår en fremgangsmåde til fremstilling af halvlederstave ved termisk spaltning af en med en bæregas blandet halvlederforbindelse på et strømpvarmet bærelegeme af det samme halvledermateriale, hvorved bærelegemets temperatur reguleres i afhængighed af erværdien af den gennem bærelegemet gående strøm.

En lignende fremgangsmåde kendes fra det østrigske patentskrift nr. 222.184. Ved den beskrevne metode aftastes et af den glødende, som bærelegeme tjenende halvlederstav ved hjælp af et optisk system tilvejebragt billede, hvis diameter ændrer sig med diameteren af den under udfældningen voksende stav, idet aftastningen sker ved hjælp af en bevægelig fotocelle, og den i billedplanen ved grænsen for de fra halvlederstaven udgående lysstrålebundter optrædende kontrast lys og mørk anvendes til styring af en indretning, som bevæger fotocellen ud af

strålebundtet og samtidigt forøger strømmen i varmekredsen i en sådan grad, at temperaturen af halvlederstaven holdes på en ønsket, specielt konstant værdi.

Fra det tyske offentliggørelsesskrift nr. 1.444.421 kendes ligeledes en fremgangsmåde ved drift af et elektrisk udfældningsanlæg til opnåelse af det reneste halvledermateriale, som f.eks. geranium eller silicium, ud fra en forbindelse af disse stoffer ved termisk spaltning og udfældning på passende bærelegemer, ved hvilken fremgangsmåde glødetemperaturen af det til dissociationstemperaturen for halvlederforbindelsen opvarmede bære- eller udfældningslegeme måles ved hjælp af et pyrometer, idet den fra udfældningslegemet udgående, med legemets tværsnitsforøgelse voksende strålingsintensitet rettes mod den strålingsfølsomme flade af pyrometeret, så at der på denne bestråles en med tværsnittet af staven tilsvarende voksende flade, hvorved stigningen af denne bestrålede flade og den af denne flade på pyrometeret tilvejebragte elektriske størrelse med dennes varierende absolutværdier ved at nå forudbestemte grænseværdier udnyttes i udfældningsanlægget ligesom de tilsvarende værdier for afbrydelser i den jævne stigning af den nævnte flade til melding, varsling, styring eller regulering.

Opfindelsen angår en forbedring af det fra det østrigske patentskrift nr. 222.184 kendte apparat og en væsentlig forenkling af det i det tyske offentliggørelsesskrift nr. 1.444.421 beskrevne udfældningsanlæg og er ejendommelig ved, at de tilsigtede værdier af bærelegemets temperatur og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas bestemmes i afhængighed af den aktuelle værdi af den gennem bærelegemet gående strøm og tilføres en procesregnemaskine eller en regenerator, ved hjælp af hvilken temperaturen af halvlederlegemet og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas styres i afhængighed af værdien af den gennem bærelegemet gående strøm og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas.

Ved foranstaltningerne ifølge opfindelsen, hvorved den gennem staven gående strøm i første tilnærmelse anvendes som styrestørrelse for udfældningen af halvledermaterialet på bærelegemet, er det muligt at opnå en optimal udnyttelse af det til udvindelsen af halvledermaterialet, f.eks. silicium, i polykrystallinsk form nødvendige råstof ved hjælp af en programstyring af f.eks. gasgennemstrømningen og/eller molforholdet mellem halvlederforbindelsen og bæregassen. Herved bortfalder det store tekniske udstyr, der er nødvendigt for måling af diameteren af den tykkere og tykkere halvlederstav.

Der kan anvendes flere stavformede bærelegemer, som er forbundet ved hjælp af en fælles holdeindretning, og som opvarmes med en fælles varmestrømkilde til udfældningstemperaturen.

Rekationsrummet kan tilsættes doteringsstof i forudbestemt forhold for tilvejebringelsen af P- eller N-ledertype af det tykkere og tykkere bærelegeme, og på denne måde kan der fremstilles halvlederstave med bestemt indstillelig

doteringsstofkoncentration.

Doteringsstoffet kan tilføres reaktionsrummet sammen med bære-gassen og den halvledende forbindelse som en gasstrøm.

Til udøvelse af fremgangsmåden ifølge opfindelsen kan der benyttes et apparat, i hvilket der anvendes et med gastilgangs- og gasafgangsåbning forsynet reaktionsrum, hvori de til udfældning af det halvledende materiale bestemte bærelegemer er indspændt ved hjælp af en holdeindretning, og hvor bærelegemerne er forbundet med en styrbar varmestrømkilde, og der uden for reaktionsrummet er anbragt et optisk pyrometer som temperaturmåler til måling af overfladetemperaturen af bærelegemerne, hvilket optiske pyrometer over en temperaturregulator er således forbundet med den styrbare varmestrømkilde, at temperaturen kan indstilles på en konstant eller forudgiven værdi, hvilket apparat ifølge opfindelsen er ejendommeligt ved, at der til bestemmelse af den til enhver tid gående strøm er indkoblet en strømgiver i varmestrømkredsen, som til styring af den til reaktionsrummet førte, til udfældningen nødvendige gasmængde, er forbundet med en procesregnemaskine og en programgiver, der føder procesregnemaskinen, hvorhos procesregnemaskinen over reguleringsstrækninger, der består af reguleringsventiler og måleværdigivere, er koblet både til en bæregasforsyningsledning og til forsyningsledningen for den gasformige forbindelse af det halvlederstoff, der skal udvindes.

Opfindelsen forklares i det følgende nærmere under henvisning til den skematiske tegning, hvor

fig. 1 viser et for udøvelsen af fremgangsmåden ifølge opfindelsen egnet apparatur,

fig. 2-4 kurver fremstillet på grundlag af værdier, der anses for optimale, hvilke kurvers forløb f.eks. lægges til grund for styringen af halvledermaterialets udskillelse på bærelegemet, og

fig. 5 kurver over afhængigheden af varmestrømmen I, henholdsvis diameteren af bærelegemet, som funktion af tiden.

I fig. 1 er vist halvlederstave 2, der er indspændt i en holder 3 af ren grafit og tjener som udfældningsræmmer. Halvlederstavene 2, der består af silicium, er anbragt i en reaktionsbeholder 1 af kvarts med en gastilgangsåbning 4 og en gasafgangsåbning 5 og er foroven forbundet med et stavstykke 18, der ligeledes består af silicium. Gennem gastilgangsåbningen 4 indføres den til udskillelsen bestemte reaktionsgasblanding, der eventuelt også kan indeholde doterende stoffer, i reaktionsrummet. Restgassen fjernes igen fra reaktionsbeholderen gennem gasafgangsåbningen 5. Siliciumstavene 2 har f.eks. en temperatur på ca. 1150°C og holdes ved hjælp af en varmestrømkilde 6 først på den forudbestemte glødetemperatur som elektriske, strømførende modstandslegemer som følge af den i disse herved udviklede Joule'ske varme. Temperaturen af de glødende

siliciumstave 2 måles af et temperaturmåleapparat 7, der består af et pyrometer, og hermed indstilles automatisk den fra varmemstrømkilden 6 aftagne strøm ved hjælp af en temperaturregulator 8 til en sådan værdi, at den i overensstemmelse med opfindelsen fordrer optimale udskilningstemperatur opnås. Til bestemmelse af den til enhver tid gående strøm er der i varmemstrømkredsen indkoblet en strømgiver 9, der til styring af den til reaktionsrummet 1 førte gasmængde, som kræves til udfældningen på siliciumstavene 2, er forbundet med en procesregnemaskine 10 og en programgiver 11, der føder regnemaskinen 10. Procesregnemaskinen 10 er igen over reguleringsstrækninger, som består af en reguleringsventil 12 for mængden af bæregas, f.eks. hydrogen, og en reguleringsventil 13 for mængden af halvlederstoffet, der skal udskilles, og af en måleværdigiver 14 for bestemmelse af gassammensætningen, f.eks. af silicichloroform i hydrogen, og af en måleværdigiver 15 for bestemmelse af den til enhver tid gående bæregasmængde, f.eks. hydrogen, forbundet med en bæregasforsyningsledning 16 for hydrogen og forsyningsindretningen 17 for det halvlederstof, der skal udskilles. Herved kan forsyningsindretningen 17 for halvlederstoffet enten foreligge som koncentrat eller anvendes som bæregas med konstant blanding.

Procesregnemaskinen 10, som også kan være en regulator eller en lignende indretning, som ud fra sammenligningen mellem de ønskede værdier af gasmængden, gassammensætningen og temperaturen, der foreligger som program fra programgiveren 11, f.eks. i form af en hulstrimmel, et magnetbånd eller et hulkort, i afhængighed af den af strømgiveren 9 målte strøm, og den øjeblikkelige, aktuelle værdi danner en størrelse, foretager f.eks. ved hjælp af reguleringsventilen 12 og/eller ventilen 13 samt temperaturregulatoren 8 en korrektion, så at hele processen kan gennemføres med de til enhver tid som optimale ansete værdier. Disse værdier kan tilpasses de givne betingelser, f.eks. indstilling til et omkostningsminimum for anlægget eller opnåelsen af et maksimalt udbytte af halvledermateriale ud fra den anvendte forbindelse eller også maksimal udnyttelse af apparatet.

I forbindelse med den i fig. 2 viste, i logaritmisk målestok fremstillede kurve, skal der som udførelseseksempel vises styringen af gennemstrømningen Q i m^3/h i afhængighed af strømmen under indledende konstantholdelse af temperaturen. Af den indtegnede kurve ses, at gennemstrømningen Q af den tilsvarende, for termisk spaltning og udfældning forudsatte gasmængde stiger jævnt med stigende strøm I , så at der ved ca. 5000 ampere kan anses en gennemstrømning på $10 m^3/h$ som optimal. Dette vil sige, at med stigende strøm I , dvs. med tiltagende overflade af den voksende siliciumstav, stiger gennemstrømningen, så at den pr. fladeenhed værende gasmængde forbliver konstant. Dette vil sige, at der ved en forelagt omkostningsrelation fås en optimal udnyttelse af anlægget.

I fig. 3 er ligeledes i forbindelse med en i logaritmisk målestok fremstillet kurve illustreret et udførelseseksempel for opfindelsens anvendelse til sty-

ring af molforholdet i gasstrømmen mellem den af hydrogen bestående bæregas og det silicochloroform, der indeholder det silicium, som skal udvindes, hvilken gasstrøm tilføres reaktionsbeholderen. Fra de til dissociationstemperaturen for silicochloroformen opvarmede siliciumstave 2 overtages den tilsvarende temperatur af det i temperaturmåleapparatet 7 værende, optiske pyrometer. Over temperaturregulatoren 8 indstilles så ved hjælp af den regulerbare varmestrømkilde strømmen I til en sådan værdi, at temperaturen i overensstemmelse med stigningen i diameteren af siliciumstavene i reaktionsrummet først holdes på en konstant værdi. For bedre udnyttelse af anlægget er det hensigtsmæssigt at fremskynde dyrkningen, når stavdiameteren er mindre. Dette opnås ved, at den i bæregassen værende mængde af silicochloroform forøges i overensstemmelse med kurven i fig. 3, hvorved der igen som diametermål anvendes strømmen I. Det i programgiveren 11 værende styreprogram indeholder således den funktion mellem den gennem det af silicium bestående udfældningslegeme 2 gående strøm I og den til enhver tid tilhørende, hensigtsmæssige blanding af den af hydrogen bestående bæregasstrøm med silicochloroform efter det i kurven i fig. 3 til enhver tid forudbestemte molforhold, så at der i udfældningsprocessen fra silicochloroformen til siliciumstavene 2, henholdsvis også ved den pågældende gennemstrømningsmængde Q af gasstrømmen, opnås en gunstigst mulig virkningsgrad af anlægget med hensyn til det mængdemæssige nedslag på stavene 2.

Fig. 4 viser ligeledes i logaritmisk målestok, at temperaturen på overfladen aftager med stigende strøm I, dvs. med stigende stavdiameter. Dette kan vise sig nødvendigt for at staven i centrum ved større diameter ikke overopvarmes eller endog udsættes for en smeltning som følge af den radiale temperaturfordeling. Også her anvendes ifølge opfindelsen strømmen som mål for diameteren.

Af fig. 5 ses afhængigheden af strømmen I i ampere og diameteren d i millimeter som funktion af udfældningstiden t i timer. De angivne kurver for I og d viser, at der ved samme nytteeffekt, men med langt ringere opbud, kan opnås en diameterafhængig optimering af udfældningsprocessen ved anvendelsen af strømmen I som førings- eller styrestørrelse.

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til fremstilling af halvlederstave ved termisk spaltning af en med en bæregas blandet halvlederforbindelse på et strømopvarmet bærelegeme af det samme halvledermateriale, hvorved bærelegemets temperatur reguleres i afhængighed af den aktuelle værdi af den gennem bærelegemet gående strøm, k e n d e t e g n e t ved, at de tilsigtede værdier af bærelegemets temperatur og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas bestemmes i afhængighed af den aktuelle værdi af den gennem bærelegemet gående strøm og tilføres en procesregnemaskine eller en regenerator, ved hjælp af hvilken temperaturen af halvlederlegemet og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas styres i afhængighed af værdien af den gennem bærelegemet gående strøm og mængden og molforholdet af halvlederforbindelse og bæregas.

2. Apparat til udøvelse af fremgangsmåden ifølge krav 1, i hvilket der anvendes et med en gastilgangs- og gasudgangsåbning forsynet reaktionsrum (1), hvori de til nedslaget af det halvledende stof tilvejebragte bærelegemer (2) er indspændt ved hjælp af en holdeindretning (3), og hvor bærelegemerne er forbundet med en regulerbar varmestrømkilde (6), og der uden for reaktionsrummet til måling af overfladetemperaturen af bærelegemerne er anbragt et optisk pyrometer (7) som temperaturmåleapparat, hvilket optiske pyrometer er således forbundet over en temperaturregulator (8) med den regulerbare varmestrømkilde, at temperaturen kan indstilles på en konstant eller forudgiven værdi, k e n d e t e g n e t ved, at der til bestemmelse af den til enhver tid gående strøm er indkoblet en strømgiver (9) i varmestrømkredsen, hvilken strømgiver med henblik på styring af den til reaktionsrummet førte, for udfældningen nødvendige gasmængde er forbundet med en procesregnemaskine (10) og en programgiver (11), der føder regnemaskinen, hvilken programregnemaskine over reguleringsstrækninger, som består af reguleringsventiler (12, 13) og måleværdigivere (14, 15), er koblet både med en bæregasforsyningsledning og med forsyningsledningen for den gasformige forbindelse af det halvledermateriale, der skal udvindes.

Fremdragne publikationer:

Fig.4

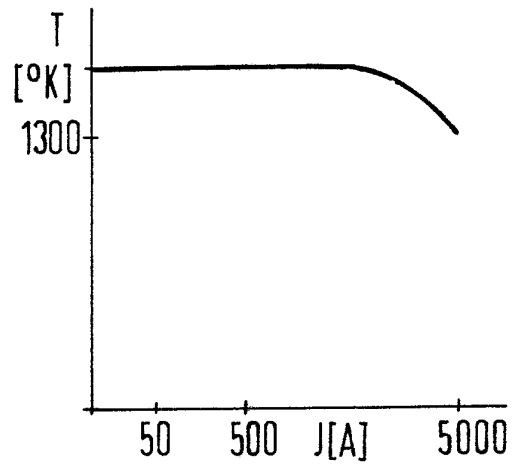


Fig.5

