

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

55977

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 40 d, 3/00

Zgłoszono: 31.XII.1965 (P 112 309)

Pierwszeństwo: _____

MKP C 22 f 3/00

Opublikowano: 10.X.1968

UKD 669.2/8-172

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Andrzej Blinowski, mgr inż. Teresa
Barbara Perkowska

Właściciel patentu: Fabryka Półprzewodników „Tewa”, Warszawa
(Polska)

Sposób automatycznej stabilizacji średnicy monokryształu o założonej oporności właściwej

1
Przedmiotem wynalazku jest sposób automatycznej stabilizacji średnicy monokryształu o założonej oporności właściwej w procesie monokryształizacji. W procesie wyciągania monokryształów średnica ich jest funkcją temperatury stopionego materiału w tyglu oraz prędkości wyciągania. Natomiast oporność właściwa monokryształu jest odwrotnie proporcjonalna do zawartości domieszki w fazie ciekłej.

W przypadku wyciągania monokryształu z tygla nie zasilanego w stopiony materiał, zawartość domieszki w fazie ciekłej zmienia się w procesie monokryształizacji, wskutek ubywania z tygla materiału, w postaci monokryształu, mniej zdomieszkowanego aniżeli faza ciekła.

Wyciągany monokryształ ma wtedy oporność właściwą malejącą w funkcji długości, zależną od współczynników rozdziału domieszek oraz aktualnego składu chemicznego fazy ciekłej.

Aby uzyskać stałą oporność właściwą monokryształu, należy zapewnić stałe stężenie domieszki w stopionym materiale w tyglu. Dla spełnienia tego niezbędnego warunku, konieczne jest utrzymanie ciągłego zasilania tygla w stopiony materiał o ściśle ustalonym stężeniu domieszki, zależnym od współczynnika rozdziału i żądanej końcowej oporności właściwej monokryształu. Zasilanie w stopiony materiał tygla, z którego odbywa się monokryształizacja, można rozwiązać różnymi metodami. Jedną z nich jest metoda zna-

2
na z patentu polskiego Nr 48184 gdzie stały poziom fazy ciekłej jest utrzymany drogą swobodnego zanurzenia tygla z otworem w dnie w większym zbiorniku stopionego materiału o ustalonym stężeniu domieszki. Takie rozwiązanie powoduje, że poziom cieczy w tyglu nie zależy od średnicy wyciąganego monokryształu, zapewnia wprawdzie prawie stałą oporność właściwą, lecz nie daje możliwości stabilizacji średnicy po przez kontrolowanie poziomu lustra stopionego materiału.

Znane są z literatury patentowej inne rozwiązania na przykład w patencie ZSRR Nr 133 238 opisane jest urządzenie, wyposażone w dwukomorowy tygiel w którym komory połączone są na zasadzie naczyń połączonych i w komorze, z której następuje wyciąganie, znajduje tylko nieznaczna część stopionego materiału, przy czym materiał ten w miarę wyciągania monokryształu uzupełniany jest z drugiej komory. Rozwiązanie takie nie zapewnia jednak łatwej regulacji średnicy monokryształu, oraz tylko częściowo pozwala na ustalenie poziomu domieszki w czasie monokryształizacji. Inne rozwiązanie podaje patent USA Nr 2 977 258 gdzie także występuje dwukomorowy tygiel w którym komory połączone są ze sobą na zasadzie naczyń połączonych z dodatkowym uzupełnieniem materiału w tyglu zewnętrznym przez wprowadzenie z góry materiału w stanie stałym w postaci pręta.

Zasadniczą wadą takiego rozwiązania jest konieczność wstępnego przygotowywania materiału wsadowego w postaci prętów o jednakowym i równomiernym przekroju.

Innym jeszcze rozwiązaniem jest metoda tłokowa zasilania tygla w której przy stałej prędkości przesuwu tłoka, poziom lustra cieczy w tyglu zależy od średnicy wyciąganego monokryształu. Do pomiaru poziomu lustra cieczy w tyglach, w celu utrzymania założonej średnicy monokryształów stosowano metody kontaktowe i pojemnościowe, znane na przykład z patentów ZSRR Nr 130 185 oraz NRF 1 170 150, oraz optycznej z wykorzystaniem podczerwieni znanej z patentu węgierskiego Nr 151 414.

Wszystkie omówione tu metody pomiarowe są bardzo skomplikowane, mało dokładne i powtarzalne ze względu na szczególną czułość na zakłócenie zewnętrzne, oraz wymagają skomplikowanej aparatury pomiarowej.

Celem wynalazku jest opracowanie takiego sposobu stabilizacji średnicy monokryształu i oporności właściwej, który pozwoli na otrzymywanie dowolnych monokryształów, o żądanej średnicy i założonej oporności właściwej, jednakowej na całej długości. Cel ten został osiągnięty przez zastosowanie dwukomorowego tygla, w którym obie komory połączone są ze sobą na zasadzie naczyń połączonych, zasilane od dołu w stopiony materiał tłokowo ze stałą prędkością, przy czym w jednej z nich zanurza się w stopionym materiale półprzewodnikowym dwie termopary, lub jedną termoparę dwuzłączową i złącza tych termopar umieszcza się na niejednakowych poziomach, przez co uzależnia się sygnał napięciowy z tych termopar od położenia lustra cieczy i sygnał ten powoduje zmianę mocy grzewczej nagrzewnika odpowiednio regulując średnicę wyciąganego monokryształu.

Dla lepszego wyjaśnienia sposobu według wynalazku przedstawia się jego przykład pokazany schematycznie na rysunku, na którym przedstawiony jest dwukomorowy tygiel 1 z otworami 2 umieszczonymi w dnie, który przymocowany jest do górnej części zasobnika 3 znajdującego się we wnętrzu nagrzewnika 4. W dolnej części zasobnika 3 pod tygłem 1, znajduje się przesuwny tłok 5 wraz z trzpieniem 6.

Roztopiony materiał do monokrysztalizacji znajduje się w obu komorach tygla 1 oraz pomiędzy dnem tygla a tłokiem 5. Do małej komory 7 tygla 1 wypełnionej roztopionym materiałem do poziomu jak w komorze dużej, zanurza się dwie termopary 8 i 9 na różną głębokość, przez co uzależnia się ich sygnał napięciowy od poziomu lustra cieczy w obu komorach. Podobny efekt uzyskuje się przez zanurzenie dwóch termopar na jednakową głębokość, lecz w osłonach z materiałów o różnym przewodnictwie cieplnym.

Termopary 8 i 9 połączone są ze sobą biegunami dodatnimi, natomiast ujemne bieguny połączone są ze źródłem prądu stałego 10, o nastawnym napięciu w taki sposób, że wypadkowa siła

termoelektryczna termopar jest kompensowana tym napięciem. W skład całego układu wchodzi jeszcze regulator 11, organ wykonawczy 12 i nagrzewnik 13.

Sposób automatycznej stabilizacji oporności właściwej i średnicy monokryształu polega na tym, że w przypadku nie całkowitej kompensacji wypadkowej siły termoelektrycznej termopar z nastawionym napięciem ze źródła prądu stałego, sygnał napięciowy zależny od wysokości poziomu cieczy w tyglu za pośrednictwem regulatora 11 oraz organu wykonawczego 12 powoduje zmianę mocy nagrzewnika 4, który zasilany jest za pośrednictwem transformatora 13. W przypadku zastosowania grzejnika indukcyjnego miejsce nagrzewnika zajmie wzbudnik natomiast transformatora odpowiedni generator.

Zmiana średnicy monokryształu w stosunku do żądanej spowoduje zakłócenie bilansu cieczy w tyglu, co spowoduje zmianę sygnału z termopar pomiarowych i poprzez układ regulacji zmianę mocy grzewczej. W przypadku zmniejszenia się średnicy monokryształu w stosunku do żądanej, moc zostaje obniżona. Zwiększenie średnicy spowoduje skutek przeciwny.

Oporność właściwa monokryształu uwarunkowana jest fazowym współczynnikiem rozdziału oraz koncentracją domieszki w tyglu. Ponieważ objętość materiału w tyglu jest praktycznie stała oporność monokryształu ustala się na poziomie odpowiadającym koncentracji atomów domieszki w materiale znajdującym się w zasobniku, podobnie jak jest w metodzie pływającego tygla.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób automatycznej stabilizacji średnicy monokryształu o założonej oporności właściwej **znamienny tym**, że stosuje się dwukomorowy tygiel zasilany ze stałą wydajnością, w którym komory połączone są ze sobą na zasadzie naczyń połączonych, przy czym w jednej z nich zanurza się w stopionym materiale półprzewodnikowym dwie termopary (8) i (9), lub jedną termoparę dwuzłączową i złącza tych termopar umieszcza się na niejednakowych poziomach, przez co uzależnia się sygnał napięciowy z tych termopar od położenia lustra cieczy, przy czym ten sygnał doprowadza się po przez regulator (11) do organu wykonawczego (12), powodując zmianę mocy grzewczej w nagrzewniku (4), przez co podwyższa się lub obniża temperaturę stopionego materiału w obu komorach tygla w zależności od obniżenia się lub podwyższenia lustra cieczy w tyglu.
2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że w jednej z komór tygla (1) zanurza się dwie termopary (8) i (9), lub jedną termoparę dwuzłączową i złącza tych termopar umieszcza się na jednakowym poziomie w stosunku do lustra cieczy, lecz każde złącze w osłonie o różnym przewodnictwie cieplnym.

