



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218950
(11) (B1)

[22] Přihlášeno 18 12 80
[21] (PV 8978-80)

[40] Zveřejněno 30 07 82

[45] Vydáno 15 06 85

(51) Int. Cl.³
C 30 B 33/00
C 30 B 29/06

(75)
Autor vynálezu

KASLÍK ZDENĚK, ROŽNOV pod Radhoštěm, SOPKO BRUNO CSc.,
PRAHA

(54) Způsob regenerace krystalové mřížky křemíku ozářeného neutrony

1

2

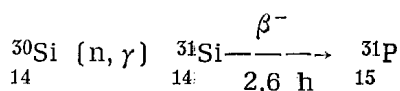
Vynález se týká způsobu regenerace krystalové mřížky monokrystalu křemíku, narušené při ozáření neutrony v jaderném reaktoru.

Tento způsob stabilizuje měrný odpor monokrystalu a současně regeneruje krystalovou mřížku natolik, že doba života minoritních nositelů proudu je podstatně vyšší než při kterémkoliv doposud používaném postupu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že neutronově legované monokrystaly jsou postupně, vždy s následujícím zchlazením na teplotu z teplotního intervalu -50°C až $+200^{\circ}\text{C}$ Celsia, žíhány na třech až dvanácti teplotách v rozmezí 300 až 850°C . Doba žíhání na každé teplotě je $10 - 120$ minut.

Vynález se týká způsobu regenerace krystalové mřížky monokrystalů křemíku, narušené při ozáření neutrony v jaderném reaktoru.

Pro výrobu polovodičových prvků s přesně definovanými elektrickými vlastnostmi se vyžaduje výchozí materiál s homogenním rozložením měrného odporu. Vysoce homogenního rozložení fosforu v křemíku lze dosáhnout pouze neutronovým legováním, jehož princip spočívá v transmutaci izotopu ^{30}Si na fosfor při ozařování tepelnými neutrony v jaderném reaktoru:



Při tomto ozařování však dochází k celé řadě interakcí částic a záření s hmotou, a proto je krystalová mřížka ozářeného monokrystalu narušena a monokrystalický křemík nemá bezprostředně po ozáření požadované elektrické a strukturní vlastnosti. Křemík se proto tepelně zpracovává žháním při dostatečně vysoké teplotě nad 650°C . I když při tomto žhání dojde ke stabilizaci měrného odporu, zotavení krystalové mřížky je pouze částečné, což se projevuje výrazně nižší dobou života minoritních nositelů proudu oproti monokrystalům před ozařováním. Protože doba života minoritních nositelů proudu je klíčový parametr monokrystalu, zejména při výrobě součástek s vyšším závěrným napětím, kde např. limituje velikost proudu v propustném směru a strmost $V - A$ charakteristiky v závěrném směru, dosažení vysoké doby života při stabilizaci měrného odporu je závažným problémem neutronového legování.

Výše uvedený problém řeší způsob regenerace krystalové mřížky křemíku ozářeného neutrony podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že neutronově legované monokrystalové součástky jsou postupně, vždy s následujícím zchlazením na teplotu z teplotního intervalu -50°C až $+200^\circ\text{C}$, žháněny na třech až dvanácti teplotách z teplotního intervalu $300 - 850^\circ\text{C}$, mezi nimiž jsou teploty T_1 , T_2 a T_3 takové, že teplota T_3 je nejvyšší ze všech teplot a leží v rozmezí 750 až 850°C , teplota T_2 leží v rozmezí 600 až 750°C a je alespoň o 50°C nižší než T_3 , teplota T_1 leží v rozmezí $300 - 700^\circ\text{C}$ a je alespoň o 50°C nižší než teplota T_2 a doba žhánění na každé teplotě je $10 - 120$ minut. Výhodné je použití dalších teplot ležících v rozmezí 300°C až T_3 tak, aby došlo k rovnoměrnějšímu pokrytí tohoto teplotního intervalu.

Princip vynálezu lze vysvětlit takto: Částice a záření v jaderných reaktorech reagují s křemíkem a jeho příměsmi různým způsobem — pružný rozptyl, vybuzení atomů a jejich ionizace, jaderné transmutace. Při všech těchto procesech dochází ze struktur-

ního hlediska ke vzniku základních bodových poruch — dvojic intersticiála — vakance s různým stupněm vzájemné vazby. Protože základní bodové poruchy mají velkou pohyblivost, reagující mezi sebou i s různými příměsmi a tím vytvářejí komplexní bodové poruchy. Celá řada těchto komplexních poruch, zejména poruchy svázané s kyslíkem, působí jako rekombinační centra a tím snižují dobu života minoritních nositelů proudu. K rozpadu každé z komplexních poruch dochází při zahřátí na určitou charakteristickou teplotu, např. dvojice intersticiála — kyslík se rozpadá při 750°C . Intersticiály a vakance, které se při tomto rozpadu uvolní, však difúzními procesy vytvářejí další komplexní poruchy, jejich forma závisí na teplotní minulosti monokrystalu. Mohou to být např. tepelně stabilní shluky vakancí a intersticiálů nebo poruchy kombinované s příměsmi křemíku, např. s kyslíkem. Při uplatnění postupu podle vynálezu se jednodušší poruchy, neobsahující kyslík a rozpadající se při nižších teplotách, žhání samostatně a při následujícím zchlazení tvoří shluky vakancí a intersticiálů bez vlivu na dobu života. Tyto shluky jsou pak stabilní a při dalším žhánění na vyšší teploty, při kterých se rozpadají komplexní poruchy s kyslíkem a stabilizuje se měrný odpor.

Bez újmy na obecnosti jsou uvedeny některé z příkladů výhodné volby teplot, ověřených prakticky:

1. 9 teplot $400 - 450 - 500 - 550 - 600 - 650 - 700 - 750 - 800^\circ\text{C}$
2. 7 teplot $400 - 470 - 540 - 610 - 680 - 750 - 800^\circ\text{C}$
3. 4 teploty $420 - 560 - 680 - 800^\circ\text{C}$
4. 3 teploty $550 - 750 - 800^\circ\text{C}$

Doba prodlévání monokrystalu na zvolených teplotách je $10 - 120$ minut, rychlost zahřívání a chladnutí monokrystalů musí být menší než $10 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$. Časový sled teplot může být libovolný, avšak nejlepší výsledky bylo dosaženo při postupu od nejnižší do nejvyšší teploty.

Protože rozsáhlé regenerační cykly, např. se 9 nebo 9 teplotami, jsou spojeny s vyššími nároky, zejména na spotřebu elektrické energie a na celkovou dobu zpracování, byl jako optimální pro praktické využití zvolen postup podle příkladu č. 3.

Regenerace byla prováděna v difúzní peci s křemennou trubicí. Neutronově legované monokrystalové součástky byly před vlastní regenerací očištěny leptáním ve směsi kyseliny fluorovodíkové HF, kyseliny dusičné HNO_3 a kyseliny octové CH_3COOH . Pracovní oblast křemenné trubice byla zahřívána na teplotu 420°C a monokrystalové součástky byly zasunuty do pece. Po uplynutí 30 minut byly z pece zvolna vytaheny a teplota pece zvýšena na 560°C . Po

zchladnutí monokrystalů a stabilizaci teploty v peci byly monokrystaly opět 30 minut žíhány a zvolna vytaženy. Teplota pece byla zvýšena na 680 °C. Monokrystaly byly po vychladnutí a stabilizaci teploty žíhány po třetí po dobu 30 minut, pak byly zvolna vytaženy a teplota pece zvýšena na 800 °C. Po vychladnutí a stabilizaci teploty pece byly žíhány naposledy, opět po dobu 30 minut, a vytaženy. Po tomto regeneračním postupu byl na monokrystalech měřen měrný odpor čtyřbodovou metodou a doba života minoritních nositelů metodou fázové kompenzace. Tímto způsobem bylo zpracováno více než 100 monokrystalů. U všech byl měr-

ný odpor plně stabilizován a typická doba života byla v rozmezí 1000 — 3000 μ s. Podobné výsledky byly zjištěny i při jiných volbách teplot podle vynálezu.

Protože u všech dosud známých regeneračních postupů je typická doba života v rozmezí 50 — 500 μ s, tak praktické ověření ukázalo, že způsob regenerace krystalové mřížky křemíku ozářeného neutrony podle vynálezu stabilizuje měrný odpor monokrystalu a současně regeneruje krystalovou mřížku natolik, že doba života minoritních nositelů proudu je podstatně vyšší než při kterémkoliv dosud používaném postupu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob regenerace krystalové mřížky křemíku ozářeného neutrony, vyznačený tím, že ozářené monokrystaly jsou postupně, vždy s následujícím zchlazením na teplotu z teplotního intervalu -50 °C až $+200$ °C, žíhány na třech až dvanácti teplotách z teplotního intervalu 300 — 850 °C, mezi nimiž jsou teploty T_1 , T_2 a T_3 takové, že tep-

lota T_3 je nejvyšší ze všech teplot a leží v rozmezí 750 — 850 °C, teplota T_2 leží v rozmezí 600 — 750 °C a je alespoň o 50 °C nižší než teplota T_3 , teplota T_1 leží v rozmezí 300 — 700 °C a je alespoň o 50 °C nižší než teplota T_2 a doba žíhání na každé teplotě je 10 — 120 minut.