

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

90 128

Patent dodatkowy
do patentu _____

MKP B01J 1/00

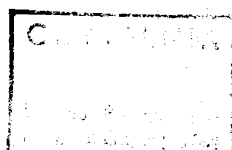
Zgłoszono: 22.01.74 (P. 168288)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl.² B01J 1/00

Zgłoszenie ogłoszono: 01.08.75

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1977



Twórca wynalazku: Marian Buda

Uprawniony z patentu: Wojskowa Akademia Techniczna im. Jarosława
Dąbrowskiego, Warszawa (Polska)

Sposób oczyszczania ciał stałych

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania ciał stałych, zwłaszcza oczyszczonych wstępnie przez topienie strefowe, destylację próżniową lub chemicznie.

Znany sposób oczyszczania ciał stałych, na przykład o kształcie pręta, oparty na topieniu strefowym, polega na tym, że wąską strefę pręta nagrzewa się do stanu ciekłego a następnie przemieszcza się źródło ciepła tak, że strefa ciekła przesuwają się wraz ze źródłem z jednego końca pręta do drugiego. Pierwiastki stanowiące zanieczyszczenia, posiadające współczynniki rozdziału różniące się od jedności, wędrują wraz z roztopioną strefą. Przez wielokrotne powtarzanie topienia strefowego w tym samym kierunku uzyskuje się stopniowy wzrost czystości ciała stałego, z którego jest wykonany pręt.

Stopień, uzyskanej tym sposobem, czystości ciała stałego wynosi 10^{-5} — 10^{-8} %.

Sposób ten pozwala na oczyszczanie ciał stałych zanieczyszczonych pierwiastkami o współczynnikach rozdziału różnych od jedności, przy czym im współczynnik rozdziału jest bliższy jedności tym mniejszy jest stopień uzyskanej czystości.

Istota wynalazku polega na tym, że usuwanie zanieczyszczeń z ciał stałych przeprowadza się na drodze termodyfuzji, w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego, przez wytworzenie gradientu temperatury o maksymalnej temperaturze w zakresie $0,57-0,99 T_{top}^{\circ}K$ i minimalnej temperaturze w zakresie $0,30$ do $0,87 T_{top}^{\circ}K$. Gradient temperatury utrzymuje się przez okres czasu kilku do kilkudziesięciu godzin lub przemieszcza się go stopniowo wzdłuż ciała stałego z prędkością mniejszą od $0,1$ mm/h. Następnie, część ciała stałego, w której zostały zlokalizowane zanieczyszczenia obcina się.

Proces oczyszczania przeprowadza się kilkakrotnie w zależności od żądanej czystości ciała stałego.

Podstawową zaletą sposobu według wynalazku jest możliwość usuwania zanieczyszczeń, również w postaci pierwiastków, o współczynniku rozdziału równym jedności a także zbliżonym do jedności.

Przeprowadzone próby dla ciał stałych, wstępnie oczyszczonych za pomocą topienia strefowego, wykazały 2 do 25 razy większą czystość danego ciała stałego, w zależności od rodzaju pierwiastka stanowiącego zanieczyszczenie.

Przez wielokrotne powtórzenie procesu oczyszczania uzyskuje się dalszy wzrost czystości.

Ponadto sposób według wynalazku, w obszarze gromadzenia się zanieczyszczeń, pozwala na wykrywanie

takich pierwiastków, których zawartość po oczyszczeniu ciała stałego sposobem topienia strefowego, była poniżej granicy wykrywalności spektrometru masowego.

Opisany sposób oczyszczania ciał w stanie stałym umożliwia otrzymywanie superczystych metali, półprzewodników i dielektryków, co ma zasadnicze znaczenie przy stosowaniu ich w elektronice ciała stałego, w badaniach podstawowych oraz przy określaniu ich własności fizycznych.

Półprzewodniki, takie jak na przykład krzem i german, oczyszczone sposobem według wynalazku posiadają przewodnictwo zbliżone do samoistnego.

Wynalazek zostanie szczegółowo objaśniony w poniżej opisanych przykładach, nie ograniczających jego zakresu ochrony.

Przykład I. Jedną z płaszczyzn czołowych płytki krzemu o sumarycznej zawartości zanieczyszczeń wynoszącej około 20 ppm, o dowolnej powierzchni i o grubości 6 mm ogrzewa się do temperatury 1630° K. Drugą płaszczyznę czołową tej płytki chłodzi się tak, aby temperatura jej wynosiła 1100° K. Tak uzyskany gradient temperatury utrzymuje się przez 30 godzin. Następnie, od strony płaszczyzny o temperaturze wyższej, obcina się warstwę płytki o grubości 1,5 mm. Po oczyszczeniu, sumaryczna zawartość zanieczyszczeń wynosi około 2 ppm. Powtarzając powyższy proces, uzyskuje się dalszy wzrost czystości płytki krzemu.

Przykład II. Płaszczyznę, prostopadłą do osi pręta, z krzemu o sumarycznej zawartości zanieczyszczeń około 36 ppm, o średnicy 15 mm i długości 150 mm, odległą od jednego końca pręta o 6 mm, nagrzewa się do temperatury 1630° K. Następnie przesuwają się źródło ciepła wzdłuż osi pręta lub pręt względem źródła ciepła z prędkością 0,05 mm/h, po czym obcina się koniec pręta w którym zlokalizowane zostały zanieczyszczenia. Po dwukrotnym przeprowadzeniu procesu uzyskuje się sumaryczną zawartość zanieczyszczeń około 7 ppm.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania ciał stałych, zwłaszcza wstępnie oczyszczonych przez topienie strefowe, destylację próżniową lub chemicznie, z n a m i e n n y t y m, że usuwanie zanieczyszczeń przeprowadza się na drodze termodyfuzji, w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego, przez wytworzenie w ciele stałym gradientu temperatury o maksymalnej temperaturze w zakresie 0,57 do 0,99 T_{top} ° K i minimalnej temperaturze w zakresie 0,30 do 0,87 T_{top} ° K, przy czym gradient temperatury utrzymuje się przez okres czasu kilku do kilkudziesięciu godzin lub przemieszcza się go stopniowo wzdłuż ciała stałego z prędkością mniejszą od 0,1 mm/h, a następnie obcina się część ciała stałego, w której zostały zlokalizowane zanieczyszczenia.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że proces oczyszczania przeprowadza się kilkakrotnie.