

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

Zveřejněná podle §31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2020-578

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

C03C 23/00 (2006.01)
G01N 21/88 (2006.01)
G01N 21/90 (2006.01)
G01N 21/94 (2006.01)
G01N 21/95 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **23.10.2020**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **04.05.2022**
(Věstník č. 18/2022)

(71) Přihlašovatel:
Univerzita Karlova, Praha 1, Staré Město, CZ

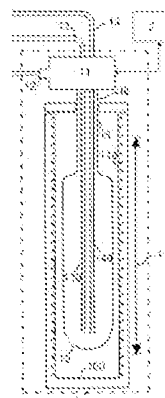
známému způsobu hodnocení procesu čištění pro další operace a použití.

(72) Původce:
prof. RNDr. Pavel Höschl, DrSc., Praha 4, CZ
Dr. Roman Fesh, Praha 3, CZ
doc. Ing. Petr Sladký, CSc., Praha 4, Podolí, CZ

(74) Zástupce:
Ing. Dagmar Matoušková, Mladenovova 3234/9,
143 00 Praha 4, Modřany

(54) Název přihlášky vynálezu:
**Způsob čištění a nedestruktivního sledování
procesu čištění křemenných ampulí pro
polovodičové technologie**

(57) Anotace:
Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie spočívá v tom, že se čištěná ampule označí kódem, koncová část jejího hrdla se osadí hlavicí, která se opatří přívody a odvody plynu. Dále se ampule umístí do procesní pece, přitom se hlavice s částí hrdla ponechá mimo pec na laboratorní teplotě, přičemž se hlavicí sledují odděleně změny UV-VIS-IR optických vlastností vytváření úsad reakčních zplodin chloru s nečistotami na hrdle ampule v korelaci s procesem čištění. Dále se objem ampule čerpá na tlak 0,008 až 0,012 Pa a nechává ohřívat na procesní teplotu 1050 až 1175 °C a odplyňovat po dobu ohřevu 4 až 6 hod. Dále se ponechává působit plynný Cl₂ na procesní teplotě po dobu alespoň 12 hod. Poté se zastaví ohřev ampule a ampule se spolu s pecí ponechá samovolně a/nebo řízené chladnout po dobu 11 +/- 1 hod. Po ochlazení ampule a pece na laboratorní teplotu (300K) se plynný Cl₂ odčerpá, ampule se napustí plynným N₂ na atmosférický tlak a přítok a odtok plynu se zastaví. Nakonec se ampule vyjme z pece, hlavice se z hrdla ampule sejme, ampule se uzavře a hrdlo a ostatní části ampule se zpřístupní např. vizuálnímu, resp. jinému



Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie zvláště pro výzkum, vývoj a výrobu elektronických a optoelektronických součástek.

10

Dosavadní stav techniky

15 Polotovary materiálu pro výrobu elektronických a optoelektronických součástek se převážně připravují za teplot vyšších než 1000 °C nejčastěji v ampulích z křemenného skla.

I když jsou ampule pro zpracování uvedených polotovarů zhotovovány z co nejčistšího křemenného skla, jeho čistota je však menší než požadovaná čistota zpracovávaných materiálů. Následkem toho dochází zvláště za vysokých procesních teplot k přestupu nečistot z povrchu křemenné ampule do zpracovávaného ingotu polotovaru a k jeho znečištění.

20

Vzhledem k mimořádnému významu výchozí čistoty polotovarů materiálů pro účinnou funkci elektronických a optoelektronických součástek je pro odstranění těchto závažných nedostatků věnováno od šedesátých let minulého století až dosud mimořádné odborné úsilí.

25

Jednou z cest vedoucích ke snížení pravděpodobnosti přestupu nečistot z křemenných ampulí do zpracovávaných materiálů je opatřit jejich povrch izolačními vrstvami z teplotně a mechanicky odolných materiálů jako např. takových, které jsou popsány v patentech CZ 305576 B6: Způsob a zařízení pro přípravu mikroporézních vrstev nitridu křemíku v křemenných ampulích a CZ 307168 B6: Způsob a zařízení pro přípravu vrstev nitridu boritého v křemenných ampulích.

30

Avšak, tou nejzákladnější cestou vedoucí ke snížení pravděpodobnosti přestupu nečistot z křemenných ampulí do zpracovávaných materiálů je použití co nejčistších výchozích materiálů resp. polotovarů pro jejich výrobu. Tyto polotovary jsou dodávány v podobě trubic z křemenného skla.

35

Nevýhodou je, že i při použití trubic z křemenného skla co nejvyšší nominální čistoty pro výrobu ampulí a při zachování maximální čistoty technologií jejich výroby nelze zamezit jejich znečištění. Jinou nevýhodou je, že údaje hodnot výrobců resp. dodavatelů křemenných trubic o jejich nominální čistotě jsou statistického charakteru. Trubice nejvyšší čistoty se pak vyznačují vysokými pořizovacími náklady.

40

Výše uvedené ale i jiné nedostatky jsou odstraněny nebo do značné míry omezeny způsobem čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého technického řešení. K jeho vzniku předcházely jak poznatky vlastního teoretického studia a praktických zkoušek, tak i dosavadní poznatky získané studiem odborné i patentové literatury. Kvalitou i kvantitou patří mezi nejvýznamnější světové producenty křemenných skel firma Heraeus.

45

50 V poslední době přihlásila a patentovala řadu způsobů přípravy materiálů a zařízení na bázi křemenných skel.

50

Ve skupině dokumentu: Method for manufacturing large sized quartz glass tube US 5785729 A; High purity synthetic silica and items such as semiconductor jigs manufactured therefrom US 2013115391 A1; Method for producing a molded body from an electrically melted synthetic

55

quartz glass US 2015052948 A1; Method for producing synthetic quartz glass granules US 9580348 B2; Method for the manufacture of synthetic quartz glass US 9790120 B2; Method for producing an optical blank from synthetic quartz glass US 2018079674 A1; Method for the manufacture of doped quartz glass US 9878933 B2; není způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého technického řešení uveden.

Dokument: Method for the manufacture of synthetic quartz glass US 9790120 B2 uvedl pouze čistotu vyrobených křemenných skel a použité metody stanovení. Obsah kovových nečistot byl však stanovován až na konci procesu. Dále byla stanovována zbytková vlhkost volumetrickou a/nebo coulometrickou titrací podle Karl-Fischera, obsah kovových příměsí metodou ICP-MS pomocí aparatury Agilent 7500ce a obsah chloru neutronovou aktivační analýzou. V dokumentu: Method for producing opaque quartz glass, and blank made from the opaque quartz glass, US 2018179 098 A1 byla pro hodocení kvality stanovována IR reflexní spectra. Dokument: Method for producing a large quartz glass tube, US 2016168005 A1 popisuje průběžné sledování průměru zhotovované křemenné trubice dvěma kamerami během výroby avšak pouze pro kontrolu jejich rozměrů.

Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého technického řešení nebyl nalezen ani v patentové literatuře jiných výrobců ani v odborné literatuře a jiných, veřejně dostupných, informačních dokumentech.

Podstata vynálezu

Výše uvedené nedostatky jsou odstraněny způsobem čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle níže popsaných technických řešení.

Podstata způsobu čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého vynálezu spočívá v tom, že se čištěná ampule označuje kódem, její hrdlo se osazuje hlavicí tak, že se jejím prostřednictvím ponechává zakrytí části hrdla ampule tam, kde se utváří a roste úsada reakčních zplodin (chloru s nečistotami) během procesu čištění: hlavice se opatří přívody a odvody plynů a zahájí se nedestruktivní sledování, zaznamenávání a hodnocení (např. opticky a elektromagneticky) bezdrátově procesního stavu vzdáleným systémem pokročilými UV-VIS-IR metodami zobrazovací a spektrální analýzy (např. v podstatě takovými, jakými jsou vyvinuty pro sledování tzv. „drony“), přitom se případně řídí i průběh procesu čištění, přičemž, se sledování provádí nejjednodušeji a nejlevněji např. pouze na počátku a na konci procesu čištění např. pomocí tzv. web kamery metodou (spektrální a prostorové reflexní) analýzy obrazu ve viditelném oboru spektra.

Dále se ampule umístí do procesní pece, přitom se hlavice s částí hrdla ponechává mimo pec na laboratorní teplotě, přičemž se hlavicí sledují odděleně (tzv. metodou „remote sensing“) změny UV-VIS-IR optických vlastností vytváření se, rozprostírání se a narůstání vrstev úsad reakčních zplodin chloru s nečistotami na hrdle ampule během procesu čištění.

Dále se objem ampule čerpá na tlak 0,008 až 0,012 Pa a nechává ohřívat na procesní teplotu 1050 až 1175 °C a odplyňovat po dobu ohřevu 4 -6 hod.

Dále se na procesní teplotě 1050 až 1175 °C v ampuli zaměňuje plynný N₂ plynným Cl₂, který se ponechává působit na procesní teplotě 1050 až 1175 °C po dobu alespoň 12 hod.

Poté se zastaví ohřev ampule a ampule se spolu s pecí ponechá samovolně a/nebo řízené chladnout po dobu 11+/- 1 hod.

Po ochlazení ampule a pece na laboratorní teplotu (300K) se plyn Cl_2 odčerpá, ampule se napustí plynem N_2 na atmosférický tlak a přítok a odtok plynů se zastaví.

- 5 Nakonec se ampule vyjme z pece, sledování procesu se případně ukončí, případně se nechají sledovat další postupové kroky procesu čištění, hlavice se z hrdla ampule sejme, ampule se uzavře a hrdlo a ostatní části ampule se zpřístupní např. vizuálnímu resp. jinému známému způsobu hodnocení procesu čištění pro další operace a použití.

10

Objasnění výkresu

- 15 Podstata vynálezu je blíže objasněna pomocí připojeného výkresu na obr. 1, na kterém je znázorněno schéma uspořádání způsobu čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého vynálezu.

Příklady uskutečnění vynálezu

- 20 Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie se ukázaným příkladným uspořádáním podle předloženého technického řešení provádí mimo jiné tak, že se čištěná ampule 10 označí, osadí hlavici 11 s homogenizačními nastavci 130 a 140 tak, že se jejím prostřednictvím zakryje koncová usazovací část 16 hrdla 15 ampule 10, přičemž se hlavice 11 opatří hadicovými přívody a odvody 12, 13 a
25 14 plynů a pomocí hlavice 11, se případně zahájí nedestruktivní sledování, zaznamenávání a hodnocení (např. opticky a elektromagneticky bezdrátově procesu čištění vzdáleným systémovým blokem 2 pokročilými UV-VIS-IR metodami zobrazovací a spektrální analýzy (např. v podstatě takovými, jaké jsou známy pro sledování tzv. „drony“), přitom se případně řídí blokem 2 i průběh procesu čištění. Sledování se provádí nejjednodušeji a nejlevněji např. pouze
30 na počátku a na konci procesu čištění např. pomocí hlavice 1 opatřené kamerou 17 metodou (spektrální a prostorové reflexní) analýzy obrazu ve viditelném oboru spektra.

- Dále se ampule 10 umístí do procesní pece 100, přitom se hlavice 11 prostřednictvím hrdla 15 ponechává mimo pec 100 na laboratorní teplotě, přičemž se systémovým blokem 2 pomocí
35 hlavice 11 sledují odděleně tzv. metodou „remote sensing“ tj. mimo systém 1 změny UV-VIS-IR optických vlastností vytváření, rozprostírání se a narůstání usazováním reakčních zplodin chloru s nečistotami ve studené koncové usazovací části 16 hrdla 15 během procesu čištění ampule 10 v horké zóně 111 pece 100. Dále se ampule čerpá na tlak 0,008 až 0,012 Pa a nechává ohřívat topením 110 na procesní teplotu 1050 až 1175 °C a odplyňovat po dobu ohřevu 4-6 hod v zóně
40 čištění 111. Dále se na procesní teplotě 1050 až 1175 °C v ampuli 10 zaměňuje plyn N_2 plynem Cl_2 , který se ponechává působit na procesní teplotě 1050 až 1175 °C po dobu alespoň 12 hod.

- Poté se zastaví ohřev ampule 10 a ampule se spolu s pecí 100 ponechá samovolně a/nebo řízeně
45 chladnout po dobu 11 +/- 1 hod. Po ochlazení ampule 10 a pece 100 na laboratorní teplotu (300K) se plyn Cl_2 odčerpá, ampule 10 se napustí plynem N_2 na atmosférický tlak a přítok a odtok plynů se zastaví. Nakonec se ampule 10 vyjme z pece 100, sledování procesu se případně ukončí a/nebo se sledují další postupové kroky procesu čištění, hlavice 11 se z ampule 10 sejme, ampule 10 se uzavře a ampule 10 se zpřístupní např. vizuálnímu resp. jinému známému způsobu
50 hodnocení procesu čištění pro další technologické operace a použití.

Průmyslová využitelnost

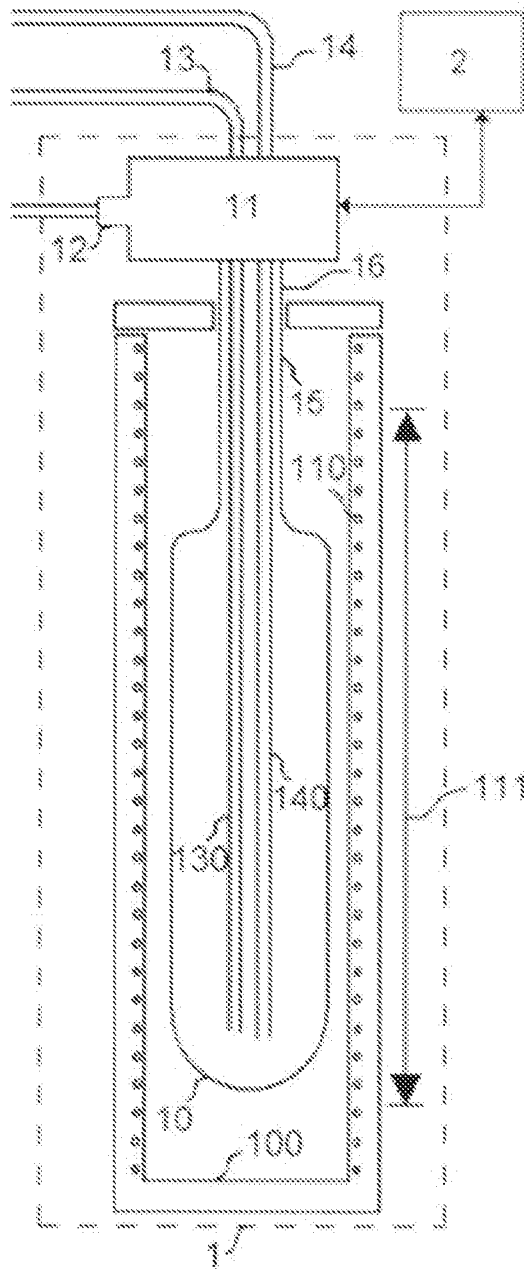
- 55 Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro

- polovodičové technologie podle předloženého vynálezu je využitelný v polovodičovém průmyslu, kde jsou neznečištěné ampule z křemenného skla jedněmi ze základních součástí vysokoteplotních technologických procesů, kterými jsou např. příprava monokrystalů Si, III - V a II - VI sloučenin, temperance, žhání a legování. Použití způsobu čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého vynálezu umožňuje snížit obsah řady cizích prvků jako např. Li, K, Na, B, Ca a zvláště Cu, které v křemenném skle rychle difundují, způsobují nežádoucí znečištění, neboť jsou ve sloučeninách III - V a II - VI elektricky aktivní (akceptory, donory). Významnou předností způsobu čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého vynálezu je, že umožňuje průběžné sledování procesu čištění včetně jeho záznamu a tedy technicko-ekonomickou optimalizaci jeho materiálově-procesní skladby.

PATENTOVÉ NÁROKY

- 5 1. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle předloženého vynálezu, **vyznačující se tím**, že se ampule označí kódem, její hrdlo se osadí hlavicí, opatří se přívody a odvody plynu a zahájí se nedestruktivní sledování a záznam jejího procesního stavu systémem vzdáleného hodnocení a/nebo řízení průběhu procesu čištění.
- 10 2. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se ampule umístí do procesní pece tak, že se usazovací část hrdla ampule s nasazenou hlavicí ponechává mimo pec na laboratorní teplotě a sleduje se proces čištění prostřednictvím procesu usazování reakčních zplodin čištění pokročilými UV-VIS-IR metodami zobrazovací a spektrální analýzy.
- 15 3. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároků 1 a 2, **vyznačující se tím**, že se objem ampule vyčerpá na tlak 0,008 až 0,012 Pa a nechá se ohřívat na procesní teplotu 1050 až 1175°C a odplyňovat po dobu ohřevu 4-6 hod, načež se ampule napustí plynným N₂ na atmosférický tlak.
- 20 4. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že se na procesní teplotě 1050 až 1175 °C v ampuli zamění plynný N₂ plynným Cl₂, který se ponechá působit na procesní teplotě 1050 až 1 175 °C po dobu alespoň 12 hod.
- 25 5. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se zastaví ohřev ampule a ampule se spolu s pecí ponechá samovolně a/nebo řízené chladnout po dobu 11+/- 1 hod.
- 30 6. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároku 1 až 5, **vyznačující se tím**, že po ochlazení ampule a pece na laboratorní teplotu se plynný Cl₂ odčerpá, ampule se napustí plynným N₂ na atmosférický tlak a přítok a odtok plynu se zastaví.
7. Způsob čištění a nedestruktivního sledování procesu čištění křemenných ampulí pro polovodičové technologie podle nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že se ampule vyjme se z pece, sledování procesu se případně ukončí, hlavice se z hrdla ampule sejme, ampule se uzavře a hrdlo včetně ampule se zpřístupní pro závěrečné analytické hodnocení a další operace a použití.

1 výkres



Obr. 1