

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(22) Přihlášeno 29 06 81
(21) (PV 4927-81)

(40) Zveřejněno 26 03 82

(45) Vydáno 15 03 86

223311
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 30 B 13/14

(75)

Autor vynálezu

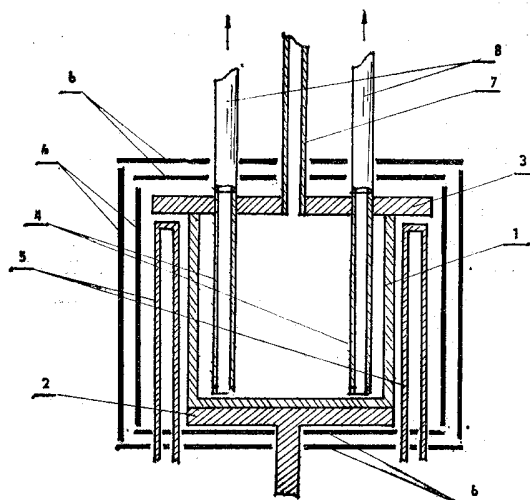
JINDRA JOSEF ing., TURNOV, FILIP JOSEF, MALÁ SKÁLA

(54) Zařízení pro pěstování krystalických profilových těles z taveniny

1

Zařízení pro pěstování krystalických profilových těles z taveniny, které využívá odporového ohřevu a kde potřebných teplotních podmínek je dosaženo nosnou deskou, v níž jsou upraveny tvarovací členy, které přesahuje okraj kelímku neupravena na něm nebo nad ním a odporový topný systém vyhřívá nosnou desku zespodu a obklopuje kelímek.

2



Obr. 1

Vynález se týká zařízení pro pěstování krystalických těles s předem určeným příčným průřezem tažení na zárodku přes tvarovací člen.

Princip tažení příčně profilovaných krystalických těles přes form tvarovací člen je sám o sobě znám již řadu let; zásadními objevnými pracemi v této oblasti jsou práce A. V. Stěpanova [Ž. Tech. Fyz., **29**, 382, (1959)] a práce H. E. La Bellab [Mat. Res. Bull., **6**, 581, (1971)]. Poznané a z hlediska priority stále diskutované principy [J. Cryst. Gr., **50**, 3—17, (1980)] se staly základem konstrukce příslušných zařízení pro aplikaci v oblasti individuální i hromadné přípravy profilovaných krystalů oxidů s vysokým bodem tání, jmenovitě kyslíčnicku hlinitého, uváděných například v brit. patentu č. 1 205 544, US patentech číslo 3 870 477, 3 961 905, 3 953 174, 4 028 059, a také v konstrukci zařízení pro jednotlivou i hromadnou přípravu páskových krystalů polovodičů, zejména křemíku, uváděných například v US patentech č. 4 075 055, 4 116 641, 4 121 965, 3 954 551.

Téměř zpravidla se jedná o soustavu: kelímek s taveninou — tvarovací člen, kde tavenina tvarovací člen smáčí, kapilární e-lavací v dávkovacím systému vystoupí do úrovně horního povrchu tvarovacího členu, odkud je potom zárodečným kráskem tažena a v příhodném teplotním poli krystaluje do tvaru určeného tvarovacím členem, přesněji geometrií jeho svrchní části. Pokud obrysy taženého tělesa určuje horní povrch tvarovacího členu, po kterém se tavenina rozlévá, je způsob tažení označován jako metoda EFG. Pokud obrys taženého tělesa odpovídá tvaru sloupce stoupající taveniny a tvarovací člen je ostře zakončen, bývá tažení označováno různě, nejčastěji jako metoda SFT.

Aplikace všech těchto způsobů pěstování profilových krystalů, zvláště v hromadné výrobě, vyžaduje především vytvoření reprodukovatelného a dostatečně velkého teplotního gradientu na horním povrchu tvarovacího členu, tak, aby výška vrstvy taveniny mezi tvarovacím členem a rostoucím kráskem byla co nejmenší, zhruba kolem 0,1 milimetru, neboť jen tak průřez taženého tělesa dostatečně přesně odpovídá rozměrům tvarovacího členu. Dále je nutná dostatečná stabilita tohoto teplotního pole, protože změna teploty na fázovém rozhraní o $\pm 10^\circ\text{C}$ znamená například při tažení safirové trubice změnu jejího vnějšího průměru o $\pm 0,025$ mm. Vytvořené gradientové teplotní pole musí být homogenní v celém prostoru tvarovacího členu nebo i celé soustavy těchto členů a případné drobné změny tvaru gradientového pole v průběhu tažení, zvláště na počátku, musí být na všech vrcholech tvarovacích členů stejné. V průběhu pěstování totiž zákonitě dochází ke změně tepelných podmínek, neboť spolu s tažením

krystalů do chladnější zóny se mění podmínka odvádění krystalizačního tepla.

Ke splnění všech uvedených náročných podmínek, kladených na vytvoření teplotního pole, se dosud téměř výlučně užívá indukční ohřev, který speciálně u kruhového rozmístění tvarovacích členů má jednoduché uplatnění. Navíc dochází i k indukčnímu ohřevu vrchní části tvarovacích členů, což příznivě ovlivňuje teplotní gradient na povrchu tvarovacího členu, jakož i rozložení teploty podél soustavy kelímek — tvarovací člen. Není totiž žádoucí přílišné přehřívání taveniny v kelímku.

Kelímek je zpravidla značně masivní a je obklopen stejně masivním rozdělovačem — rozváděčem tepla. Při pěstování nekruhových těles (pásků) o větších rozměrech vznikají potíže, které se musí řešit složitými mechanickými úpravami tvarovacího členu, ofukováním jeho přehřátých částí plynem a podobně. Aplikace jednoduchého a levného odporového ohřevu naráží na obtížnost zajištění rovnoměrnosti podmínek ohřevu, takže je běžně nutné používat navíc minimálně jeden samostatný topný element pro ohřev vrchní části tvarovacích členů. Potenciální možnost nekruhového provedení je však pro odporové topení výhodou v případě tažení páskových krystalických těles.

Uváděné funkční nevýhody odporového ohřevu odstraňuje zařízení pro pěstování krystalických profilových těles z taveniny podle vynálezu, které navíc umožňuje vyšší využití vytápěného prostoru, snížení potřebného příkonu energie na jednotku produkce a vytvoření homogenního teplotního pole i pro tažení výrazně nekruhových profilů, sestávající z pece, obsahující kelímek a topný odporový systém, jehož podstata spočívá v tom, že na nebo nad kelímek s taveninou je upravena nosná deska pro tvarovací členy, přečnívající okraj kelímku, přičemž odporový topný přestavitelný systém zespodu vyhřívá nosnou desku a tvarovací členy jsou v nosné desce upraveny tak, že se nacházejí v oblasti kolmého průmětu obrysu — kelímku do nosné desky nebo i vně této oblasti a tvarovací členy jsou s taveninou spojeny svislým kapilárním dávkovacím systémem přímo, nebo nepřímo vnitřními rozvodovými cestami, jimiž je nosná deska opatřena a na desce je upravena soustava stínících plechů.

Základní součástí zařízení podle vynálezu je masivní nosná deska tvarovacích členů, která spočívá na kelímku, nebo je upevněna nad kelímek, přečnívá okraje kelímku a zde je zespodu vyhřívána odporovou topnou soustavou, která je přestavitelná za účelem vytvoření právě potřebného tepelného účinku na nosnou desku, která rozvádí teplo k jednotlivým tvarovacím členům a vytváří kolem nich homogenní teplotní pole. Topná soustava slouží zároveň k ohřevu taveniny v kelímku. Na nosné desce spočívá soustava

několika stínících plechů, které napomáhají vytvářet potřebné gradientové tepelné pole kolem vrchních částí tvarovacích členů.

Ve stínící soustavě jsou otvory odpovídající poloze, tvaru a velikosti tvarovacích členů, které jsou v nosné desce upraveny buďto přímo nad prostorem kelímku (v oblasti průmětu obrysu kelímku na desku) nebo částečně či úplně mimo tuto oblast. V prvním případě jsou tvarovací členy spojeny s taveninou v kelímku přímým dávkovacím kapilárním systémem, v druhém případě je spojení s taveninou zajištěno pomocí v podstatě vodorovného rozvodového systému v nosné desce. Z výrobních a montážních důvodů může být nosná deska zhotovena z více částí, případně i z různého materiálu, vzájemně pevně spojených tak, aby spoje nepropouštěly taveninu, například slisováním, svářením, sesintrováním.

Nosná deska může mít podle potřeby tvar kruhový, ale i tvar pravoúhelníku, protáhlého obdélníku, mnohoúhelníku a podobně. Její tloušťka může být různá, nejčastěji 4 až 10 mm. Je zhotovena z materiálu fyzikálně a chemicky vhodného pro tu kterou pěstovanou látku, například pro tažení safíru je vhodný wolfram nebo molybden, pro tažení křemíku grafit, pro tažení lithiurniobátu se uplatní i deska keramická s obložení platínovou fólií a podobně. Zásadní je též hmotnost desky, schopnost akumulovat a dobře rozvádět teplo a stabilizovat okolní tepelné pole.

V dalším, s přihlédnutím k připojeným výkresům, je vynález blíže popsán, nebo přesněji, jsou uvedena některá konkrétní možná provedení zařízení podle vynálezu.

Na obr. 1 je schematicky znázorněno ve svislém řezu uspořádání s nosnou deskou ležící na kelímku a tvarovací členy, uspořádanými v nosné desce v oblasti průmětu kelímku do desky.

Je zde znázorněn kelímek 1 s taveninou, upravený na nosiči 2, nosná deska 3 ležící na kelímku 1, v ní upravené tvarovací členy 4, přestavitelná topná sestava 5, tvořená v tomto případě broušenými wolframovými tyčemi, upravenými do tvaru písmene „U“ nebo rozevřeného „M“. Dále je zakreslena soustava odrazecích plechů 6, dávkovací trubice 7 pro šaržovité nebo kontinuální dávkování suroviny do kelímku 1 a dále jsou znázorněny zárodky, respektive tažená profilová krystalová tělesa 8.

Na obr. 2 je znázorněno jiné provedení, a to s dělenou nosnou deskou a tvarovacími členy, upravenými vně průmětu kelímku do desky. Je zde znázorněn kelímek 1 s taveninou, upravený na nosiči 2, nosná deska 3, ležící na kelímku 1, která je tvořena ze dvou částí, spodní části 9 a svrchní části 10. Ve svrchní části 10 jsou upraveny tvarovací členy 4 a rozvodné kanálky 11. Přestavitelná topná sestava 5 obklopuje kelímek 1 a leží pod nosnou deskou 3. Dále je zakreslena dávkovací trubice 7. Pro vztlínání taveniny do kanálků 11 jsou v kelímku 1 upraveny vztlínací členy 12, tvořené buďto trubicemi nebo paralelními plechy, vzájemně přes distanční vložky spojenými. V nich jsou s výhodou upraveny vztlínací prvky (dráty) 13.

Na obr. 3 je znázorněno jedno z uspořádání, kdy nosná deska je upravena nad kelímek. V tomto případě je nosná deska zavěšena. Je zde znázorněn kelímek 1 s taveninou, upravený na nosiči 2, nosná deska 3 a v ní upravené tvarovací členy 4. Dále je zakreslen závěs 14, spojený z jedním z odrazecích plechů 6, na němž je nosná deska 3 zavěšena nad kelímek 1. Je rovněž zakreslena topná sestava 5, odrazecí plechy 6 dávkovací trubice 7 a zárodky, respektive tažená profilová krystalová tělesa 8.

Na obr. 4 je znázorněno jiné uspořádání nosné desky nad kelímek, a to v případě, kdy nosná deska je podepřena. Je zde znázorněn kelímek 1 s taveninou, upravený na nosiči 2, nosná deska 3 a v ní upravené tvarovací členy 4. Dále jsou zakresleny podpěry 15, podpírající nosnou desku 3 nad kelímek 1, jež jsou zachyceny ve spodním odrazovém plechu 6. Je rovněž zakreslena topná sestava 5, odrazecí plechy 6, dávkovací trubice 7 a zárodky, respektive tažená profilová krystalová tělesa 8.

Topná sestava může být vytvořena nejen z již zmíněných wolframových tyčí, upravených do tvaru písmene „U“ nebo otevřeného „M“, ale i z příslušně upraveného grafitového mezikruží nebo ze silitových, kantalových nebo superkantalových topných elementů U-typu.

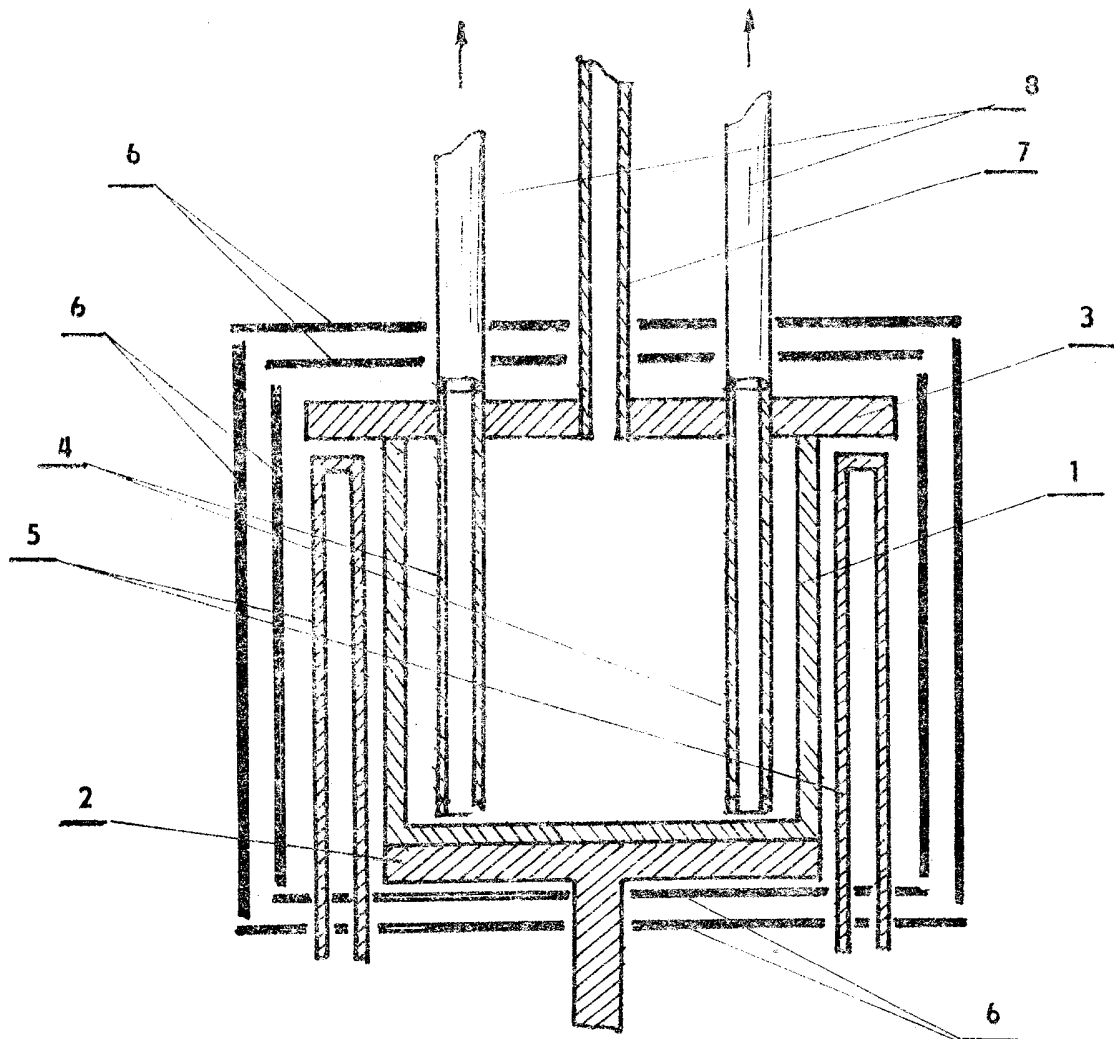
Upravení nosné desky nad kelímek vede k lepšímu prohřátí nosné desky, na druhé straně však k vyššímu odpařování suroviny v kelímku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

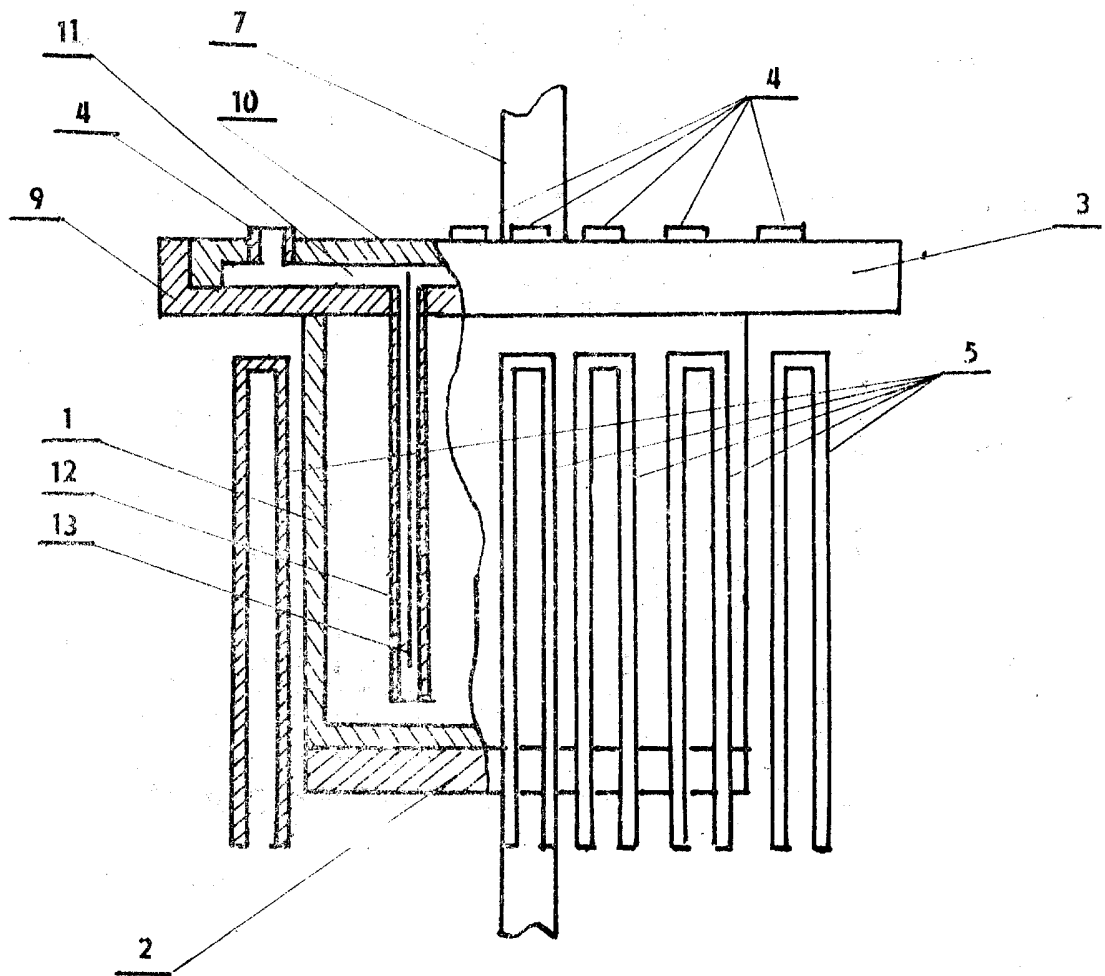
Zařízení pro pěstování krystalických profilových těles z taveniny, sestávající z pece, obsahující kelímek a topný odporový systém, vyznačené tím, že na nebo nad kelímkem s taveninou je upravena nosná deska (3) pro tvarovací členy (4), přechýlující okraj kelímku (1), přičemž odporový topný přestavitelný systém (5) je upraven pod nosnou deskou (3) a tvarovací členy (4) jsou v nosné desce (3) upraveny tak, že se nacházejí v

oblasti kolmého průmětu obrysu kelímku (1) do nosné desky (3) nebo i vně této oblasti a jsou s taveninou spojeny svislým kapilárním dávkovacím systémem přímo nebo nepřímo vnitřními rozvodovými cestami, jimiž je nosná deska opatřena a nad deskou je upravena soustava stínících plechů, přičemž nosná deska (3) upravená nad kelímkem (1) spočívá na podpěrách (15) nebo je zavěšena na závěsích (14).

3 listy výkresů



Obr. 1



Obr. 2

