



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 942

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 30 05 80
(21) PV 3822-80

(51) Int. Cl.³ C 30 B 33/00

(40) Zveřejněno 31 08 81
(45) Vydáno 01 01 84

(75)
Autor vynálezu ŽEMLIČKA JAN ing., MALÁ SKÁLA-ZÁBORČÍ
BLECHA ZBYNĚK ing., TURNOV
DRAHOŇOVSKÝ ZDENĚK, ŽELEZNÝ BROD

(54) Způsob regenerace povrchu monokrystalů

1

Předmětem vynálezu je způsob regenerace povrchu leštěných monokrystalů.

Obvyklé způsoby mechanického leštění jsou založeny na bázi vzájemného tření - v přítomnosti vhodné kapaliny - povrchů pevných látek, mezi nimiž je uložen jemný prášek leštícího prostředku. Při tom se plocha krystalu se zřejmě porušeným povrchem změní leštěním tak, že nepravidelnosti nejsou již viditelné. Například u povrchu se zrcadlovým leskem výška zbylých nepravidelností se rovná hodnotě menší nežli je polovina vlnové délky viditelného světla.

Při broušení a leštění mnohdy dochází k pochodům které v důsledku extrémních místních podmínek panujících při těchto procesech, jako je nadměrný tlak a teplota, plastické deformace, skluzu atd. negativně ovlivňují povrchové a podpovrchové vrstvy opracovávaných ploch.

Je známo, že hloubka skluzů a rozměr deformace dvojčat zaváděných do safíru abrasivním broušením závisí od orientace povrchu. Zvýšené hloubky skluzů zmenšují na nejmenší možnou míru povrchové štípání a rýhování; broušení může mít v basálních skluzech hloubku okolo 30 μm a u dvojčat okolo 75 μm . Obvykle se však předpokládá, že například safír může být narušen do hloubky 20 μm . I.V. Melničuk a další zjistili (Izv. vyšš.

učebn. zaved. fiz. SSSR, 19,4 (1976) 155), že hloubka narušené vrstvy opracované plochy (110) monokrystalu kadmiumteluridu CdTe při hloubce deformované vrstvy řádově 10 μm není větší nežli 55 až 60 μm . Bylo také zjištěno, že u monokrystalu křemíku vyleštěná plocha nevykazuje na elektronogramu HEED (High Energy Electron Diffraction) žádné záznamy. Elektronogram má tedy charakter difuzní a povrch opracované plochy není mono- ani polykrystalický, nýbrž amorfni. Ke stejnému jevu dochází i při leštění ploch monokrystalu čistého korundu či korundu s příměsí cizích iontů, například Cr^{3+} atd. Dále G.F. Beilby (Aggregation and flow of solids, London, Mac Millan and Co. (1921)) poukázal na to, že horní vrstva leštěných pevných látek má plastickou formu, ztratila tedy své původní vlastnosti, změnila své skupenství a tekla po povrchu, při čemž v něm překryla a vyplnila nepravidelnosti.

Protože reálná struktura povrchové a podpovrchové části monokrystalu je tím narušena a nemá původní vlastnosti monokrystalické vrstvy, je tím, značně snížena technická využitelnost krystalových funkčních elementů vyrobených z monokrystalů s takovými nedostatky. Také v jiných souvislostech, například při použití monokrystalu bílého safíru jako podložky pro epitaxii monokrystalického křemíku, nemá epitaxní vrstva v důsledku narušení povrchové složky materiálu potřebné vlastnosti, což se projevuje jako nadměrně vysoký elektrický odpor.

V praxi se proto ukázalo jako účelné a prospěšné, aby byl vyřešen způsob úpravy ploch monokrystalu, kterým by se odstranily závady vzniklé při zpracování materiálu monokrystalu, především při mechanickém leštění jeho povrchu.

Uvedené cíle jsou dosaženy tímto vynálezem způsobu regenerace povrchu monokrystalů na bázi alfa-modifikace oxydu hlinitého, například mechanicky poškozených leštěním.

Podstatou vynálezu je pracovní postup, při kterém se monokrystal zahřívá při teplotě v rozmezí 600 až 1.400 $^{\circ}\text{C}$ po dobu 2 až 12 hodin v plynném prostředí obsahujícím 3 až 80 % obj. kyslíku a/nebo 10 až 95 % obj. argonu, a/nebo 5 až 95 % obj. dusíku, a/nebo 5 až 40 % obj. kysličníku uhličitého, načež po obnovení mřížky krystalu se krystal schladí na pokojovou teplotu rychlostí 10 až 100 $^{\circ}\text{C}$ za 10 až 65 minut.

Vynález tedy řeší způsob zpětného vytvoření ideální krystalové mřížky vzniklé periodickým opakováním základního elementu ve všech třech stavebních směrech a porušené na obvodových plochách broušením a/nebo leštěním. Při tom vynález vychází ze skutečnosti, že atomy na porušených obvodových plochách krystalu mají pouze polovinu té vazby jaká působí u rovnocenných atomů v nitru krystalu; vychází se i z molekulárně-kinetických úvah které u ideálního krystalu předpokládají neporušený blok mřížky, kde stavební prvky mřížky jsou vázány na místech maximálního vzniku energie. Cílem postupu dle vynálezu je tedy snaha, aby se regenerované plochy krystalu co nejvíce přiblížily optimálně dosažitelnému stavu a měly co nejméně vad reálného krystalu, zejména v oblasti mikrotvrdosti a pevnosti.

Výhody tohoto řešení jsou zřejmé z následujících příkladů provedení, které objasňují podstatu vynálezu, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezovaly.

Příklad 1

Verneuilovým postupem, to jest tavením výchozí suroviny v kyslíko-vodíkovém plameni a následující rekrytalizací se vyrobí monokrystal rubínu, jehož osa růstu svírá s krystalografickou osou C úhel 60° . Po vybroušení monokrystalu karbidem boru o postupně klesající velikosti zrna 80 až 5 mikrometrů se jeho čelné plochy vyleští na cínovém kotouči diamantovým prachem o velikosti zrna postupně 0,3 až 0,05 μm . Výrobek se ponechá po dobu 8 hodin při teplotě 1.200°C v prostředí sestávajícím z 60 % obj. kyslíku a 40 % obj. argonu, načež se schladí rychlostí 100°C za 30 minut na běžnou teplotu. Monokrystal použitý jako krystalový rubínový laser vykazuje o 40 % delší životnost nežli kontrolní vzorek, který nebyl upraven podle tohoto vynálezu.

Příklad 2

Z monokrystalu bílého safíru se pomocí diamantové pilky připraví destičky o velikosti 20 x 20 mm, jejichž čelná plocha je orientována ve směru (1102). Destičky se obrousí na litinovém kotouči volným zrnem karbidu boru zpočátku o velikosti zrna 80 μm a ke konci broušení o velikosti zrna 5 μm , načež se vyleští diamantovým práškem o velikosti 1 μm , 0,3 μm a 0,05 μm . Vyleštěné destičky se při teplotě 1.000°C ponechají v klidu po dobu 12 hodin, na to se ochladí rychlostí 120°C za hodinu a použijí se jako substrát pro epitaxní růst monokrystalického křemíku. Ve srovnání s běžnými destičkami vyrobenými z monokrystalu bílého safíru, destičky zhotovené podle vynálezu vykazují hodnoty odporu 10^5 ohm/cm, to jest o 4 řády nižší.

Příklad 3

Verneuilovým postupem, to jest tavením výchozí suroviny v kyslíko-vodíkovém plameni a následující rekrytalizací se vyrobí monokrystal rubínu, jehož osa růstu svírá s krystalografickou osou C úhel 60° . Po vybroušení monokrystalu karbidem boru o postupně klesající velikosti zrna 80 až 5 mikronů se jeho čelné plochy vyleští na cínovém kotouči diamantovým prachem o velikosti zrna postupně 0,3 až 0,05 μm . Výrobek se ponechá po dobu 2 hodin při teplotě 1.400°C v prostředí sestávajícím ze 60 % obj. kyslíku a 40 % obj. argonu, načež se schladí rychlostí 100°C za 30 minut na pokojovou teplotu. Monokrystal použitý jako krystalový rubínový laser vykazuje o 40 % delší životnost nežli kontrolní vzorek, který nebyl upraven podle tohoto vynálezu.

Příklad 4

Z monokrystalu safíru se pomocí diamantové pilky připraví destičky o velikosti 20 x 20 mm, jejichž čelná plocha je orientována ve směru (1102). Destičky se obrousí na litinovém kotouči volným zrnem karbidu, zpočátku o velikosti zrna 80 μm a ke konci broušení o velikosti zrna 5 μm , načež se vyleští diamantovým práškem o velikosti 1 μm , 0,3 μm a 0,05 μm . Vyleštěné destičky se při teplotě 600 °C ponechají v klidu po dobu 10 hodin v plynném prostředí obsahujícím 40 % obj. argonu, 20 % obj. kyslíku, 20 % obj. kysličníku uhličitého a 20 % obj. dusíku. Poté se ochladí rychlostí 120 °C za hodinu a použijí se jako substrát pro epitaxní růst monokrystalického křemíku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob regenerace povrchu monokrystalů na bázi alfa-modifikace oxidu hlinitého, například mechanicky poškozených leštěním, vyznačený tím, že se monokrystal zahřívá po dobu 2 až 10 hodin při teplotě 600 až 1400 °C v plynném prostředí obsahujícím 3 až 80 % obj. kyslíku a/nebo 10 až 95 % obj. argonu, a/nebo 5 až 95 % obj. dusíku, a/nebo 5 až 40 % obj. kysličníku uhličitého, načež po obnovení mřížky krystalu se krystal ochladí na pokojovou teplotu rychlostí 10 až 100 °C za 10 až 65 minut.