



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

210705

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³
C 30 B 17/00

(22) Přihlášeno 09 10 79
(21) (PV 6850-79)

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 15 08 83

(75)

Autor vynálezu

KVAPIL JIŘÍ ing. CSc., TURNOV, PLEŠTIL ZDENĚK, BĚLÁ,
PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE, KVAPIL JOSEF ing. CSc.,
TURNOV

(54) Způsob stabilizace rychlosti růstu monokrystalů

1

Vynález se týká způsobu stabilizace rychlosti růstu monokrystalů tažených z taveniny, který umožňuje pěstovat jakostní dlouhé monokrystaly při současně sníženém požadavku na přesnost kontroly teploty.

Tažení monokrystalů z taveniny, tj. jejich pěstování metodou Czochralského má mimořádný význam pro výrobu monokrystalů kovů, polovodičů a kovových kysličníků. Přitom tažení kovových kysličníků ve formě monokrystalů, zejména těch s vysokým bodem tání, je náročné jak na volbu kelímkových materiálů, jimiž jsou zpravidla platinové kovy nebo molybden a wolfram, tak na čistotu ochranné atmosféry. Přesto však dochází téměř pravidelně k přenosu malého množství kelímkových kovů do taveniny, kde se potom vznášejí mikroskopické částice kovu.

Tyto částice se snadno zabudovávají do rostoucího monokrystalu a snižují tak jeho jakost. Zarůstání kovových částic do monokrystalu lze účinně zabránit tím, že monokrystal roztahuje kolem osy tažení, která je osou růstu, takovou rychlostí, aby v těsné blízkosti monokrystalů se vyrovnalo centripetální proudění, vyvolané termicky s centrifugálním prouděním, vyvolaným rotací monokrystalu.

Za těchto podmínek se v tenké vrstvě taveniny u fázového rozhraní vytvoří Couettův tok, což má proti obvyklému turbulentnímu proudění ve zbývajících částech taveniny za následek zmenšení koeficientu převodu tepla a tím i zvýšení teplotního gradientu v blízkosti fázového rozhraní. Zvýšený teplotní gradient zabraňuje jak zarůstání částic cizí fáze do monokrystalu, tak i vzniku buněk.

Zachování uvedeného typu proudění po celou dobu tažení využitelné, tj. zpravidla válcovité části monokrystalu je obtížné, protože citlivě reaguje na jakékoli změny pěstovacích podmínek. Změní-li se u fázového rozhraní Couettův tok v proudění s centrifugální, resp.

210705

centripetální složkou, mění se náhle rychlost růstu a tím dochází ke vzniku růstových pruhů až pásů buněk a případně i vývoji krystalonomických ploch, deformujících průřez monokrystalu natolik, že tažení dlouhých monokrystalů je znemožněno.

Proto jsou na regulaci teploty a kontrolu průřezu monokrystalu kladeny takové nároky, které jsou v technické praxi jen obtížně splnitelné. Navíc mohou stabilitu proudění přerušit i teplotní oscilace, vznikající v tavenině nezávisle na regulaci teploty v pěstovacím zařízení.

Uvedené obtíže odstraňuje nebo alespoň podstatně snižuje způsob stabilizace rychlosti růstu monokrystalů tažených z taveniny na zárodku podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že osa tažení, které je současně osou rotace, kol níž se krystal při svém růstu otáčí, je od bodu na hladině taveniny, do kterého před zavedením zárodku do taveniny směřuje proudění, vzdálena o $1/10$ až $1/3$ průměru taženého monokrystalu.

Rychlost otáčení rostoucího monokrystalu se volí tak, aby ve vzdálenosti nejvýše 1 cm od monokrystalu vznikalo rozhraní na hladině taveniny mezi centripetálním prouděním od stěny kelímku a odlišným typem u krystalu. Příslušnou vzdálenost osy tažení a bodu na hladině taveniny, do kterého před zavedením zárodku do taveniny směřuje proudění lze nastavit jak posunutím osy tažícího zařízení proti ose kelímku a topení, tak i použitím jakéhokoli zásahu porušujícího osovou souměrnost kelímku nebo/a topení, například posunutím kelímku, nesouměrnou přepážkou v kelímku, nesouměrným otáčením kelímku a pod.

Za svrchu popsaných podmínek je oblast Couettova toku u monokrystalu sice poněkud nesouměrná, avšak vykazuje mimořádnou stabilitu proti změnám růstových podmínek, včetně otáčení monokrystalu, takže ustavení zmíněného rozhraní je technicky snadné.

Za takto stabilizované rychlosti růstu se do rostoucího monokrystalu nezabudovávají částice kelímkového materiálu v tavenině rozptýlené, ani se v něm netvoří rozptýlené bunčky. Stabilita proudění v blízkosti fázového rozhraní zaručuje konstantní růstovou rychlost, čímž se potlačuje vznik růstových pruhů a krystalonomických ploch, deformujících průřez monokrystalu.

Způsobem podle vynálezu lze pěstovat dlouhé jakostní monokrystalové zejména kovových vysokotahových kyslíčků při únosných požadavcích na přesnost regulačních systémů.

Výhody způsobu podle vynálezu je dále blíže ozřejmáno v příkladech.

P ř í k l a d y

1. Z taveniny kyslíčnicku hlinitého v molybdenovém kelímku v ochranné atmosféře obsahující 98 % objemových argonu a 2 % objemová vodíku byl na zárodku tažen korundový monokrystal o $\varnothing$ 30 mm. Oběh kelímku byl vysokofrekvenční. Vypěstovaný monokrystal obsahoval četné pásy buněk kolmých k ose růstu a rozptýlené částice molybdenu, protože se při daném uspořádání a způsobu regulace nepodařilo zajistit takové podmínky, aby na hladině taveniny v blízkosti monokrystalu bylo trvale rozhraní mezi centripetálním prouděním od stěny kelímku a rotačním prouděním u krystalu.

Vlivem deformace monokrystalu způsobené vývojem plochy (0001) bylo možno vypěstovat toliko 110 mm dlouhý monokrystal. Po skončení pěstování byl kelímek doplněn kyslíčnickem hlinitým o váze před tím vypěstovaného monokrystalu, obsah kelímku byl roztaven a pozorováním určeno, že bod, do kterého směřuje proudění na hladině taveniny leží s přesností $\pm 1,5$ mm od středu průřezu kelímku. Tažící tyč se zárodkem byla proto posunuta ve vodorovném směru o 7 mm od tohoto bodu a po zavedení zárodku do taveniny byl vypěstován další monokrystal. Po rozšíření průřezu monokrystalu na $\varnothing$ 30 mm byly postupně zvyšovány jeho otáčky z původních 20 min^{-1} na 32 min^{-1} , kdy rozhraní mezi prouděním od stěny kelímku a u mono-

krystalu kolísalo mezi 3 až 5 mm měřeno od monokrystalu. Za těchto podmínek byla vytažena 150 mm dlouhá válcová část monokrystalu, která nevykazovala růstové pruhy ani buňky nebo kovové částice.

Vlivem poklesu taveniny v kelímku při pěstování a tím zmenšeného proudění od stěn kelímku se na konci pěstování rozhraní obou typů proudění posunula od monokrystalu o dalších 2 až 3 mm, což se na jakosti monokrystalu nikterak neprojevilo.

2. Monokrystaly yttritohlinitého granátu o $\varnothing$ 25 mm a délce 80 mm byly pěstovány rychlostí 1,5 mm/hod pod ochrannou atmosférou, tvořenou 99,5 % objemovými helia a 0,5 % objemovými vodíkem z taveniny, obsažené ve wolframovém kelímku o vnitřním $\varnothing$ 80 mm a výšce 90 mm. Ohřev válcové stěny kelímku byl prováděn pomocí elektrického odporového tělesa válcového tvaru, dno kelímku nebylo vyhříváno. Jako zárodků bylo použito válečků z dřívě vypěstovaného monokrystalu o $\varnothing$ 4 mm, které byly zasazeny na spodní konec tažící tyče, souosé s kelímkem a odporovým topením.

Na dno kelímku byla ve vzdálenosti 30 mm od jeho osy umístěna půlválcová přepážka o $\varnothing$ 60 mm a výšce 20 mm. Tím se při tavení obsahu kelímku posunul bod, do kterého směřuje proudění na hladině taveniny o 5 mm od osy zařízení. Pro zavedení zárodku do taveniny a rozšíření monokrystalu na $\varnothing$ 25 mm byla upravena rychlost otáčení na 38 min^{-1} , kdy se na hladině taveniny ustavilo rozhraní mezi centripetálním prouděním od stěny kelímku a prouděním u monokrystalu a to ve vzdálenosti 2 až 6 mm od monokrystalu.

Válcová část vypěstovaného monokrystalu nevykazovala žádné pozorovatelné buňky, vrostlé částice kovu ani růstové pruhy. Naproti tomu, monokrystal pěstovaný za jinak stejných podmínek z kelímku, kde půlválcová přepážka byla nahrazena přepážkou válcovou o stejném $\varnothing$ a výšce, obsahoval četné růstové pruhy pozorovatelné snadno v polarizovaném světle ve směru kolmém k růstové ose, protože se nepodařilo zajistit a nalézt takovou rychlost otáčení monokrystalu, při které by rozhraní uváděných proudění na hladině taveniny bylo stabilní.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stabilizace rychlosti růstu monokrystalů tažených z taveniny na zárodku, vyznačený tím, že osa tažení, která je současně osou rotace, kol níž se monokrystal při svém růstu otáčí, je od bodu na hladině taveniny, do kterého před zavedením zárodku do taveniny směřuje proudění, vzdálena o $1/10$ až $1/3$ průměru taženého monokrystalu.