



MD 532 Z 2013.02.28

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **532** ⁽¹³⁾ **Z**
(51) Int.Cl: **C30B 1/06** (2006.01)
C30B 15/36 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

(21) Nr. depozit: s 2011 0127 (22) Data depozit: 2011.07.05	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2012.07.31, BOPI nr. 7/2012
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI NANOTEHNOLOGII "D. Ghițu" al AȘM, MD (72) Inventatori: NIKOLAEVA Albina, MD; BODIUL Pavel, MD; KONOPKO Leonid, MD; PARA Gheorghe, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI NANOTEHNOLOGII "D. Ghițu" al AȘM, MD	

(54) **Procedeu de creștere rapidă a monocristalelor de Sb**

(57) **Rezumat:**

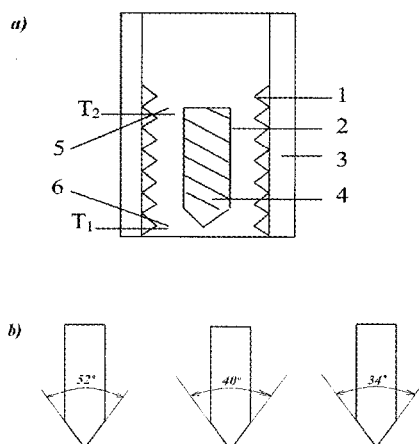
Invenția se referă la domeniul de producere a monocristalelor, și anume la un procedeu de creștere rapidă a monocristalelor de Sb.

Procedeu, conform invenției, constă în aceea că se efectuează creșterea monocristalului din metal topit (4) într-o fiolă din cuarț (2), fundul căreia este executat în formă de con cu un unghi de 40°, amplasată într-o sobă (1), conectată la un dispozitiv electronic pentru menținerea în ea a unei temperaturi constante de 300°C pe parcursul întregului proces de creștere cu un gradient de temperatură egal cu 7°C/cm. Primul nucleu de cristalizare al Sb, care servește drept început pentru creșterea orientată, se aranjează în așa

mod, încât axa de gradul trei să formeze cu axa fiolei un unghi de 20°.

Revendicări: 1

Figuri: 1



MD 532 Z 2013.02.28

(54) Method for rapid growth of monocrystals Sb

(57) Abstract:

1 The invention relates to the production of single crystals, namely to a method for rapid growth of monocrystals Sb.

The method, according to the invention, consists in that it is carried out growth of monocrystal from molten metal (4) in a quartz ampoule (2), the bottom of which is made cone-shaped with an angle of 40° , placed in an oven (1), connected to an electronic device to keep therein the constant temperature of 300°C during the entire growth process with a

2 temperature gradient equal to $7^\circ\text{C}/\text{cm}$. The first core of crystallization of Sb, which serves as a starting point for oriented growth, is situated so that the third-order axis may form with the ampoule axis an angle of 20° .

Claims: 1

Fig.: 1

(54) Способ быстрого выращивания монокристаллов Sb

(57) Реферат:

1 Изобретение относится к области производства монокристаллов, а именно к способу быстрого выращивания монокристаллов Sb.

Способ, согласно изобретению, состоит в том, что осуществляют выращивание монокристалла из расплавленного металла (4) в кварцевой ампуле (2), дно которой выполнено конусообразным с углом 40° , помещенной в печь (1), подключенную к электронному устройству для поддержания в ней постоянной температуры в 300°C в

2 течение всего процесса выращивания с градиентом температуры равным $7^\circ\text{C}/\text{cm}$. Первое ядро кристаллизации Sb, которое служит началом для ориентированного роста, расположено таким образом, чтобы ось третьего порядка образовала с осью ампулы угол 20° .

П. формулы: 1

Фиг.: 1

Descriere:

Invenția se referă la domeniul de producere a monocristalelor, și anume la un procedeu de creștere rapidă a monocristalelor de Sb.

5 Monocristalele din Sb sunt materiale anizotropice cu proprietăți termoelectrice înalte și se folosesc ca termoelemente în tehnică la temperaturi joase, la convertizarea energiei, amplificarea undelor ultrasonore și electromagnetice de frecvență înaltă.

10 Este cunoscut procedeul de creștere a monocristalelor din masa topită prin tragerea monocristalului cu ajutorul unui germen de cristalizare, care efectuează o mișcare pe direcție orizontală. Procesul de creștere a monocristalului are loc într-o luntre de cuarț, care se află într-o fiolă, din care este evacuat aerul, situată pe un suport orizontal. Zona topită în luntrea de cuarț, care asigură inițial omogenitatea materialului, este deplasată cu o viteză mică constantă cu deplasări complete de la un capăt la alt capăt al fiolei. Ultima deplasare a zonei topite are loc după contactul cu germenele de cristalizare, care este începutul creșterii monocristalului de orientare cristalografică corespunzătoare [1].

15 Dezavantajul acestui procedeu este consumul mare de energie electrică. Procesul de creștere a monocristalelor este foarte îndelungat, viteza de creștere fiind de 0,01 mm/oră. Totodată fiola inițială trebuie să fie distrusă pentru a anexa cristalul probă de orientare cristalografică la altă fiolă. În urma acestei proceduri pot apărea impurități necontrolate.

20 Cea mai apropiată soluție este procedeul de creștere rapidă a monocristalelor de bismut. Conform procedurii la extremitatea ascuțită a fiolei se sudează un pivot din sticlă de molibden pentru transmiterea căldurii. Alt capăt al pivotului este menținut la o temperatură constantă a răcitorului, care reprezintă un vas cu apă rece (5...20°C). Viteza de creștere depinde de gradientul de temperatură în regiunea cristalizării, care este reglat prin modificarea temperaturii termostatului-răcitor. Monocristalul crește direct în fiolă, fără distrugerea ei [2].

25 Dezavantajul acestui procedeu constă în faptul că răcitorul, care constă dintr-un vas cu apă, nu întotdeauna are o temperatură constantă, deoarece temperatura camerei poate fi diferită. Temperaturile la extremitățile fiolei nu sunt permanent controlate pentru a menține un gradient de temperatură constant pe tot parcursul procesului de creștere a monocristalului.

30 Problema pe care o rezolvă invenția este producerea rapidă a monocristalelor calitative de Sb prin cristalizarea directă în fiolă, situată în poziție verticală.

Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că se efectuează creșterea monocristalului din metal topit într-o fiolă din cuarț, fundul căreia este executat în formă de con cu un unghi de 40°, amplasată într-o sobă, conectată la un dispozitiv electronic pentru menținerea în ea a unei temperaturi constante de 300°C pe parcursul întregului proces de creștere cu un gradient de temperatură egal cu 7°C/cm. Primul nucleu de cristalizare al Sb, care servește drept început pentru creșterea orientată, se aranjează în așa mod, încât axa de gradul trei să formeze cu axa fiolei un unghi de 20°.

40 Invenția se explică prin desenul din figură, care reprezintă instalația pentru creșterea rapidă a monocristalelor. Aceasta constă din sobă 1, fiola din cuarț 2, țesătură de termoizolare din azbest 3, metal topit 4, sobe suplimentare 5, 6.

Procedeul constă în efectuarea creșterii monocristalului din metal topit 4 în fiola din cuarț 2, fundul căreia este executat în formă de con cu un unghi de 40°, amplasată într-o sobă 1, conectată la un dispozitiv electronic pentru menținerea în ea a unei temperaturi constante de 300°C pe parcursul întregului proces de creștere cu un gradient de temperatură egal cu 7°C/cm. Primul nucleu de cristalizare al Sb, care servește drept început pentru creșterea orientată, se aranjează în așa mod, încât axa de gradul trei să formeze cu axa fiolei 2 un unghi de 20°. Sobe suplimentare 5, 6 servesc în calitate de surse de căldură pentru formarea gradientului de temperatură, prin reglarea temperaturilor T_1 , T_2 la capetele fiolei 2.

55 Calitatea și viteza de creștere a monocristalului de Sb sunt delimitate în primul rând de tensiunile, care se formează în cristal datorită regimului termic de creștere, îndeosebi la hotarul frontului de cristalizare. În cazul frontului plan de cristalizare gradientul este longitudinal. În cazul fiolei de cuarț suprafața ei exterioară este mai rece, ceea ce poate duce la comprimarea cristalului, formând tensiuni interioare, care înlesnesc distrugerea structurii monocristalului. Din această cauză soba 1 tot timpul de creștere a monocristalului menține o temperatură de 300°C, formând un fond de căldură din exterior

pentru fiola de cuarț. În momentul când temperatura de sus a fiolei este de 630,5°C, toate sobele sunt deconectate automat de un dispozitiv electronic.

Exemplul 1

În fiola din cuarț cu Sb pur, unghiul de ascuțire a fundului în formă de con al căreia este de 53°, se produce cristalizarea cu un gradient de temperatură egal cu 7°C/cm. Soba 1 are un fond de temperatură pe parcursul procesului de creștere de 300°C. Viteza de creștere este de 1 cm/oră. Gradientul de temperatură este de (700...630)°C = 70°C, pe distanța de 10 cm. Peste 10 ore se distruge fiola, în care se găsește un număr mare de cristale de diferite direcții de cristalizare. Lingoul are o structură grăunțoasă cu multe defecte structurale, ceea ce nu permite tăierea monocristalelor calitative în tot volumul fiolei.

Exemplul 2

În fiola din cuarț cu Sb pur, unghiul de ascuțire a fundului în formă de con al căreia este de 40°, se produce cristalizarea verticală, păstrând aceleași condiții ca și în exemplul 1. Peste 10 ore se distruge fiola, unde se găsește în tot volumul un monocristal de Sb calitativ. Din acest monocristal pot fi tăiate probe în orientările celor două direcții cristalografice de bază – de-a lungul axelor de gradul trei și doi.

Exemplul 3

În fiola din cuarț cu Sb pur, unghiul de ascuțire a fundului în formă de con al căreia este de 34°, se produce cristalizarea verticală, păstrând aceleași condiții ca și în exemplele precedente. Peste 10 ore se distruge fiola, în care se găsește un număr mare de cristale de diferite direcții de cristalizare, ceea ce face imposibilă tăierea probelor calitative în tot volumul fiolei.

De regulă, în cazul exemplului 2, din fiecare 10 monocristale 8...9 sunt de calitate superioară. Aproximativ 85% din volumul lingoului este un monocristal ideal, așchierea în planul de sudare rezultând cu suprafețe ideale de oglindă.

30

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Пфанн В. Зонная плавка, Изд. Мир, 1970, с. 248-249
2. MD 98-0179 A 2000.06.30

(57) Revendicări:

Procedeu de creștere rapidă a monocristalelor de Sb, care constă în aceea că se efectuează creșterea monocristalului din metal topit într-o fiolă din cuarț, fundul căreia este executat în formă de con cu un unghi de 40°, amplasată într-o sobă, conectată la un dispozitiv electronic pentru menținerea în ea a unei temperaturi constante de 300°C pe parcursul întregului proces de creștere cu un gradient de temperatură egal cu 7°C/cm, totodată primul nucleu de cristalizare al Sb, care servește drept început pentru creșterea orientată, se aranjează în așa mod, încât axa de gradul trei să formeze cu axa fiolei un unghi de 20°.

Șef Secție:

SĂU Tatiana

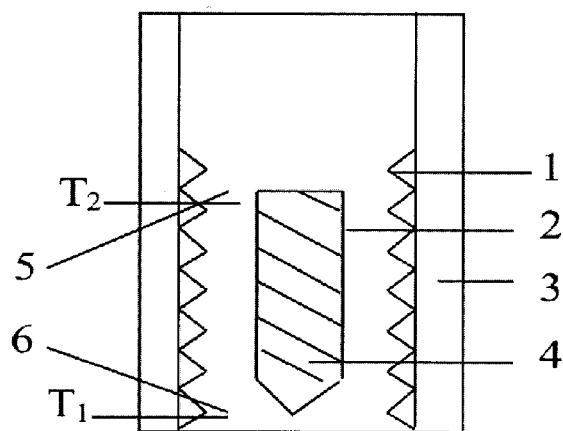
Examinator:

GHIȚU Irina

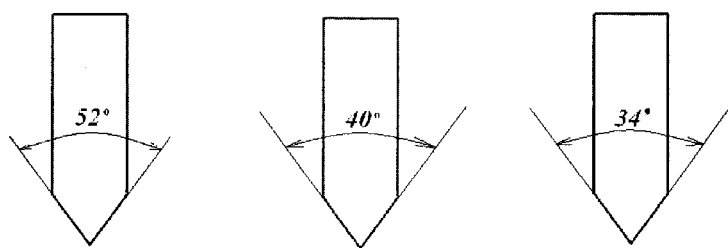
Redactor:

CANȚER Svetlana

a)



b)



RAPPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2011 0127		
(22) Data depozit: 2011.07.05		
(54) Titlul: Procedeu de creștere rapidă a monocristalelor de Sb		
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE INGINERIE ELECTRONICĂ ȘI NANOTEHNOLOGII "D. Ghițu" al AȘM, MD		
(51) (Int.Cl): Int.Cl: C30B 1/06 (2006.01) C30B 15/36 (2006.01)		
II. Condiții de unitate a invenției: ☒ satisface ☐ nu satisface		
Note:		
III.Revendicări: claritatea, susținerea de descriere		
Note: ☒ satisface ☐ nu satisface		
IV. Colecții și Baze de date de brevete cercetate (denumirea, termeni caracteristici, ecuații de căutare)		
MD (Documentare Invenții (inclusiv cereri nepublicate)) - creștere and rapidă or creștere and monocri or Bodiu or C30B		
EA, CIS (Eapatis) – "C30B 1/*" or "C30B 15/*" or выращивани* and монокриста* or выращивани* and сурьм* or монокристал* and сурьм*		
V. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
http://journals.ioffe.ru/ftp/ http://www.google.ru http://www.femto.com.ua/index1.html http://ru.wikipedia.org/wiki		
VI. Documente considerate a fi relevante		
Categorია*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, C, D	MD 98-0179 A 2000.06.30	1
A, D	Пфанн В. Зонная плавка, Изд. Мир, 1970, с. 248-249	1
E	MD 402 Y 2011.07.31	1
* categoriile speciale ale documentelor citate:		
A – document care definește stadiul anterior general	T – document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria pe care se bazează invenția	
X – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau	E – document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta dată	

implicând activitate inventivă când documentul este luat în considerație de unul singur	
Y – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe documente de aceeași categorie	D – document menționat în descrierea cererii de brevet
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expoziție sau la orice alte mijloace de divulgare	C – document considerat ca cea mai apropiată soluție
	& – document, care face parte din aceeași familie de brevete
P - document publicat înainte de data de depozit, dar după data priorității invocate	L – document citat cu alte scopuri
Data finalizării documentării 2012.05.15	
Examinator GHÎȚU Irina	