

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y P A T E N T U T Y M C Z A S O W E G O

73 356

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 12g,17/08

Zgłoszono: 04.04.1972 (P. 154 537)

Pierwszeństwo: 06.04.1971 Republika
Federalna
Niemiec

MKP B01j 17/08

Zgłoszenie ogłoszono: 05.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 10.04.1975

Twórca wynalazku: Hans Stut

Uprawniony z patentu tymczasowego: Siemens Aktiengesellschaft,
Monachium (Republika Federalna
Niemiec i Berlin Zachodni)

Sposób wytwarzania prętów z materiału półprzewodnikowego o wysokiej czystości, w szczególności z krzemu, w osadniku elektrycznym, oraz urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania prętów z materiału półprzewodnikowego o wysokiej czystości, w szczególności z krzemu, w osadniku elektrycznym, przez rozkład termiczny gazowego związku tego materiału oraz osadzenie go na co najmniej jednym nośniku z tego samego materiału, umieszczonym w reaktorze i ogrzewanym bezpośrednio prądem elektrycznym, przy czym temperaturę pogrubiających się nośników nastawia się przez regulację prądu grzewczego przepływającego przez przekrój tych nośników, oraz urządzenie do wykonywania tego sposobu.

Z austriackiego opisu patentowego nr 222184 znany jest sposób, według którego w opisanym metodzie za pomocą urządzenia optycznego wytwarza się obraz rozżarzonego pręta półprzewodnikowego służącego jako nośnik i obraz ten, którego średnica zmienia się wraz z pogrubiającym się w czasie osadzania materiału prętem rzutuje na ruchomą fotokomórkę, wykrywającą granicę jasnej i ciemnej części obrazu i podającą sygnał sterujący do urządzenia, które ustawia tę fotokomórkę i równocześnie zwiększa prąd w obwodzie grzewczym tak, że temperatura pręta półprzewodnikowego utrzymuje się w pożądanej, w szczególności stałej wysokości.

Oprócz tego znany jest z ujawnionego przez wyłożenie niemieckiego opisu patentowego (Offenlegungsschrift) nr 1444 421 (VPA 67/1758) sposób eksploatacji elektrycznego osadnika do uzyskiwania

2

najczystszych materiałów półprzewodnikowych, jak np. german lub krzem, z ich związków przez rozkład termiczny i osadzanie na odpowiednich nośnikach, w którym temperatura żarzenia ogrzanych do temperatury dysocjacji związków półprzewodzących nośników lub elementów osadczych jest mierzona za pomocą pirometru, w którym emitowane przez nie promieniowanie o wzrastającej wraz z przyrostem ich średnicy intensywności jest rzutowane na promienioczułą powierzchnię pirometru oświetlając wzrastającą przy tym odpowiednio powierzchnię. Przyrost tej powierzchni przetworzony w pirometrze na wielkość elektryczną wraz ze zmieniającymi się wartościami absolutnymi przy osiąganiu zadanych wartości granicznych lub przy przerwach ciągłości przyrostu wymienionej powierzchni wykorzystuje się do celów ostrzegawczych, dozoru sterowania i regulacji osadnika.

Wynalazek dotyczy ulepszenia urządzenia znanego z austriackiego opisu patentowego nr 222 184 i zasadniczego uproszczenia osadnika opisanego w ujawnionym przez wyłożenie niemieckim opisie patentowym nr 1444 421 i charakteryzuje się tym, że prąd grzewczy i pogrubianego nośnika wykorzystuje się do sterowania dalszego, co najmniej jednego parametru wpływającego na osadzenie materiału półprzewodnikowego na nośniku.

Przewidziano, że sterowanie parametrem wpływającym na osadzenia materiału półprzewodni-

kowego nastąpi zgodnie z funkcją zależną od wielkości prądu. W tym celu zgodnie z wynalazkiem w przykładzie wykonania zastosowano maszynę liczącą do sterowania procesem.

Sposób według wynalazku posiada tę cechę, że wzrostowi prądu I towarzyszy wzrost dostarczanej do pomieszczenia reaktora w jednostce czasu ilości Q gazowego materiału półprzewodnikowego przy zachowaniu stałości temperatury.

Również w sposobie według wynalazku ze wzrostem prądu I obniża się zawartość molową związku półprzewodnikowego w gazie nośnym przy zachowaniu stałości temperatury powierzchni nośnika.

Oprócz tego w sposobie według wynalazku możliwe jest, przy wzroście prądu I obniżanie temperatury nośnika potrzebnej dla osadzania materiału półprzewodnikowego do wartości optymalnej dla wydzielania tego materiału.

Sposób według wynalazku, według którego w pierwszym przybliżeniu prąd przepływający przez pręt stosuje się jako wielkość wiodącą dla wydzielania materiału półprzewodnikowego na nośniku umożliwia optymalne wykorzystanie urządzenia dla uzyskiwania materiału półprzewodnikowego, np. krzemu w formie pożądanego polikrystalicznego materiału wyjściowego poprzez sterowanie programowe, np. przepływu gazu i/lub zawartości molowej związku półprzewodnikowego w gazie nośnym. Eliminuje się przy tym znaczne nakłady techniczne niezbędne do określania średnicy pogrubiającego się pręta półprzewodnikowego.

W szczególnej postaci wykonania wynalazku w osadniku może znajdować się większa liczba nośników w formie prętów połączonych wspólnym urządzeniem mocującym i ogrzewanych do temperatury rozkładu cieplnego ze wspólnego źródła prądu grzewczego.

Wynalazek obejmuje również rozwiązanie, w którym do pomieszczenia reakcyjnego w celu otrzymania przewodnictwa typu p lub n w pogrubiającym się nośniku doprowadza się materiały domieszkowe w określonej ilości, co umożliwia wytwarzanie w ten sposób prętów półprzewodnikowych o określonej regulowanej koncentracji domieszek.

Według szczególnie korzystnej postaci wykonania domieszkę wprowadza się do pomieszczenia reakcyjnego łącznie z gazem nośnym i związkiem półprzewodnikowym jako jednolity strumień gazu.

Do wykonywania sposobu według wynalazku stosuje się urządzenie, które charakteryzuje się tym, że reaktor jest zaopatrzony w otwory do wpustu i wypuszczania gazu i ma we wnętrzu urządzenie mocujące nośniki do osadzenia materiału półprzewodnikowego, połączone z regulowanym źródłem prądu grzewczego, przy czym na zewnątrz reaktora jest umieszczony pirometr optyczny jako przyrząd do pomiaru temperatury powierzchni nośników połączony poprzez regulator temperatury z regulowanym źródłem prądu grzewczego w ten sposób, że można nastawiać stałą lub zadaną wartość temperatury. W obwodzie prądu grzewczego jest oprócz tego umieszczony czujnik prądowy do pomiaru przepływającego prądu, który w połączeniu

z urządzeniem liczącym do sterowania procesem i zadajnikiem programu steruje ilością dopływającego gazu poddawanego rozkładowi za pośrednictwem obwodów regulacyjnych zawierających mierniki przepływu i zawory regulacyjne.

Obwody te są sprzężone zarówno z doprowadzeniem gazu nośnego jak i z doprowadzeniem związku w postaci gazu do uzyskiwania materiału półprzewodnikowego.

Wynalazek wyjaśniono bliżej w przykładach wykonania na rysunku, na którym fig. 1 przedstawia schematycznie przebieg reakcji w opisanym urządzeniu, fig. 2—4 — optymalne krzywe przykładowego sterowania wydzielaniem materiału półprzewodnikowego na nośnikach, fig. 5 zaś — wykres zależności prądu grzewczego I od średnicy pogrubiającego się nośnika w funkcji czasu.

Na fig. 1 pręty półprzewodnikowe 2 są osadzone w urządzeniu mocującym 3 wykonanym z najczystszy grafitu i stanowią wyjściowe nośniki do rozkładu cieplnego. Pręty półprzewodnikowe 2 wykonane z krzemu znajdują się wewnątrz reaktora 1 wykonanego z kwarcu i zaopatrzonego w otwór wlotowy gazu 4 i otwór wylotowy gazu 5 i są połączone w górze prętem krzemowym 18. Otworem wlotowym 4 wprowadza się do reaktora mieszaninę gazową przewidzianą do rozkładu, która może zawierać składniki dodatkowe. Pozostałości gazowe usuwa się z reaktora poprzez otwór wylotowy 5. Pręty krzemowe 2 są ogrzane przykładowo do temperatury około 1150°C i utrzymywane następnie w określonej temperaturze ciepłem Dżula, wywołanym przepływem przez nie jako przez oporniki elektryczne prądu elektrycznego. Temperaturę żarzących się prętów krzemowych 2 mierzy się przyrządem do pomiaru temperatury 7 stanowiącym pirometr i za jego pomocą ustawia automatycznie za pośrednictwem regulatora temperatury 8 źródło prądu grzewczego 6 tak, że zgodnie z wynalazkiem osiąga się pożądaną optymalną temperaturę rozkładu.

Do pomiaru przepływającego prądu służy czujnik prądowy 9 włączony w obwód prądu grzewczego, sprzężony z urządzeniem liczącym do sterowania procesem 10 i zadajnikiem programu 11, w celu sterowania ilością gazu doprowadzanego do reaktora. Urządzenie liczące do sterowania procesem 10 jest połączone z przewodem dopływu gazu nośnego 16 i urządzeniem zasilającym dla rozkładanego materiału półprzewodnikowego 17, za pomocą obwodów regulacyjnych zawierających zawory regulacyjne 12 dla sterowania ilością gazu nośnego, przykładowo wodoru, zawory regulacyjne 13 dla sterowania ilością materiału półprzewodnikowego poddawanego rozkładowi i miernik 15 do pomiaru przepływu gazu nośnego. Urządzenie zasilające 17 może być przy tym użyte zarówno dla materiału półprzewodnikowego w postaci koncentratu jak i dla gazu nośnego ze stałą zawartością domieszki.

Urządzenie liczące do sterowania procesem 10, które może być regulatorem lub stanowić specjalne urządzenie, które przez porównanie zadanych ilości gazu, zadanego składu mieszaniny gazowej i zadanej temperatury otrzymanych z zadajnika

programu 11 i wartości rzeczywistych tworzy wielkość regulacyjną powodującą za pomocą na przykład zaworów regulacyjnych 12 i/lub 13 oraz regulatora temperatury 8 korekcję całkowitego procesu do wielkości optymalnych. Zadajnik programu 11 tworzy sygnał dla urządzenia liczącego do sterowania procesem 10 z programu zapisanego w formie na przykład taśmy perforowanej, karty perforowanej lub taśmy magnetycznej oraz wielkości prądu zgodnie z sygnałem czujnika prądowego 9.

Optymalizacja procesu może być prowadzona w kierunku na przykład minimalnych kosztów produkcji lub maksymalnego uzysku materiału półprzewodnikowego lub również maksymalnego wykorzystania wydajności urządzenia produkcyjnego.

Wykres w skali logarytmicznej przedstawiony na fig. 2 ilustruje przykład wykonania sposobu według wynalazku dla sterowania wydatkiem Q w m^3/h w zależności od wielkości prądu przy utrzymaniu stałej początkowej temperatury.

Z przedstawionego wykresu wynika, że wraz ze wzrostem prądu J wydatek Q gazu wzrasta, przy czym przy około 5000 amperach osiąga wartość optymalną 10 m^3/h . Ponieważ wzrostowi powierzchni rosnącego pręta krzemowego towarzyszy wzrost ilości dostarczanego gazu, ilość ta na jednostkę powierzchni jest stała. Oznacza to, że przy zadanych stosunkach kosztów produkcji osiąga się optymalne wykorzystanie urządzenia.

Na fig. 3 wykres przedstawiony również w skali logarytmicznej ilustruje przykład wykonania sposobu według wynalazku w odniesieniu do sterowania zawartością molową dostarczonego do reaktora strumienia gazu stanowiącego mieszaninę wodoru jako gazu nośnego i krzemochloroformu jako związku do otrzymywania krzemu. Pręty krzemowe 2 ogrzane do temperatury dysocjacji krzemochloroformu są poddawane obserwacji temperatury powierzchni za pomocą przyrządu pomiarowego 7, zawierającego pirometr optyczny. Regulowane źródło prądu grzewczego I jest ustawiane za pomocą regulatora temperatury tak, że przy wzroście średnicy prętów krzemowych w reaktorze temperatura jest utrzymywana w stałej wartości.

Dla lepszego wykorzystania urządzenia celowe jest przyspieszenie wzrostu przy małych średnicach prętów. Osiąga się to w ten sposób, że ilość krzemochloroformu w gazie nośnym jest zgodnie z wykresem na fig. 3 w tej części procesu produkcyjnego podwyższona, przy czym ponownie jako miernik średnicy pręta stosuje się prąd I . Program sterowania przewidziany zadajnikiem programu 11 zawiera więc funkcję uzależniającą stosunek mieszania krzemochloroformu i gazu nośnego w zależności od prądu I przepływającego przez krzemowe nośniki 2 zgodnie z określoną uprzednio według krzywej na fig. 3 zawartością molową. W ten sposób osiąga się możliwie korzystną sprawność procesu rozkładu krzemochloroformu i osadzenie krzemu na prętach krzemowych 2.

Na fig. 4 przedstawiono wykres w skali logarytmicznej wykazujący, że ze wzrostem prądu I , to jest ze wzrostem średnicy pręta obniża się tempe-

ratwę jego powierzchni. Takie postępowanie może być potrzebne, ponieważ przy większych średnicach skutkiem promieniowego rozkładu temperatury w środku pręta istnieje niebezpieczeństwo przegrzania i stopienia. Również w tym przypadku zgodnie z wynalazkiem prąd stanowi miarę średnicy.

Na wykresie według fig. 5 przedstawiono przebieg prądu I w amperach oraz średnicy d w milimetrach w funkcji czasu osadzania t w godzinach. Krzywe dla prądu I i średnicy d wykazują, że przy takim samym efekcie użytecznym lecz przy znacznie niższym koszcie można uzyskać przez zastosowanie prądu J jako wielkości prowadzącej optymalizację procesu osadzania w funkcji średnicy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania prętów z materiału półprzewodnikowego o wysokiej czystości, w szczególności z krzemu, w osadniku elektrycznym, przez rozkład termiczny związku tego materiału w postaci gazowej i osadzanie go na co najmniej jednym umieszczonym w reaktorze i ogrzewanym bezpośrednio prądem elektrycznym nośniku z tego samego materiału, przy czym temperaturę pogrubiających się nośników nastawia się przez regulację prądu grzewczego płynącego przez przekrój nośników, **znamienny tym**, że prąd (I) ogrzewający pogrubiające się nośniki wykorzystuje się do sterowania co najmniej jednym z dalszych parametrów wpływających na osadzanie materiału półprzewodnikowego na nośnikach.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że sterowanie parametrami wpływającymi na osadzanie materiału półprzewodnikowego odbywa się według funkcji zależnej od prądu.

3. Sposób według zastrz. 2, **znamienny tym**, że stosuje się urządzenie liczące do sterowania procesem.

4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że wraz ze wzrostem prądu (I) zwiększa się w warunkach stałości temperatury nośników ilość (Q) materiału półprzewodnikowego w postaci gazowej dostarczanego do reaktora w jednostce czasu.

5. Sposób według zastrz. 1—4, **znamienny tym**, że wraz ze wzrostem prądu (I) zawartość molową związku półprzewodnikowego w gazie nośnym obniża się przy zachowaniu stałości temperatury nośników.

6. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że wraz ze wzrostem prądu (I) obniża się temperaturę potrzebną do osadzania materiału półprzewodnikowego na powierzchni nośników.

7. Sposób według zastrz. 1—6, **znamienny tym**, że jako związek półprzewodnikowy stosuje się tróchlorosilan ($SiHCl_3$) z wodorem jako gazem nośnym, przy czym proces osadzania ustawia się na minimalne zużycie tróchlorosilanu.

8. Sposób według zastrz. 1—7, **znamienny tym**, że do pomiaru temperatury powierzchni pogrubiających się nośników stosuje się pirometr optyczny, połączony za pośrednictwem regulatora temperatury z regulowanym źródłem prądu grzewczego.

Fig.2

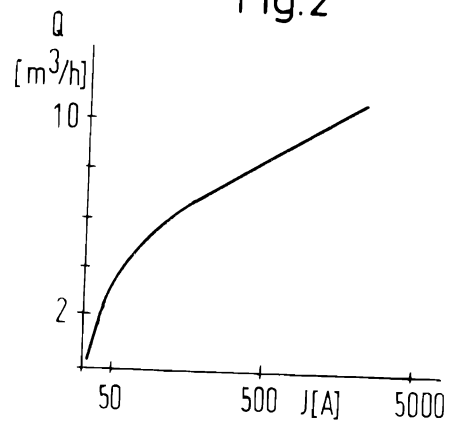


Fig.3

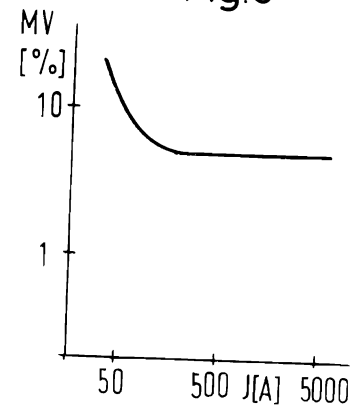


Fig.4

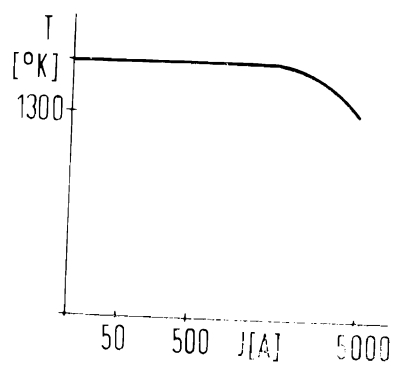


Fig.5

