

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67584

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 16.V.1970 (P 140 696)

Pierwszeństwo:

Opublikowano: 15.XI.1973

Kl. ~~12c,2~~

12g, 17/00

MKP B01j 17/18

UKD

Współtwórcy wynalazku: Andrzej Hruban, Wiesław Krzywiec

Właściciel patentu: Naukowo Produkcyjne Centrum Półprzewodników Ośrodek
Naukowo Produkcyjny Materiałów Półprzewodnikowych,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania monokryształów intermetalicznych związków półprzewodnikowych dwuskładnikowych i wieloskładnikowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania monokryształów intermetalicznych związków półprzewodnikowych z dwóch lub więcej składników, przy czym składniki te mogą posiadać różne ciśnienie cząstkowe par.

Znane i stosowane do wymienionego celu sposoby opierają się na metodzie Bridgmana lub Czochralskiego z zastosowaniem gorącej komory z podnoszeniem magnetycznym zarodki.

Obydwa te sposoby charakteryzują się tym, że procesy syntezy i monokryształizacji następują bezpośrednio po sobie w tej samej objętości komory roboczej — ampuły kwarcowej. Równowagowe ciśnienie dysocjacji termicznej syntezowanych i monokryształizowanych związków wytwarzane jest w obu przypadkach przez pary komponentów, a o wartości tego ciśnienia decyduje temperatura najchłodniejszego punktu ampuły.

Z innych sposobów wytwarzania monokryształów intermetalicznych związków półprzewodnikowych, są znane sposoby charakteryzujące się tym, że cały proces technologiczny podzielony jest na etapy, z których każdy wykonywany jest w innym urządzeniu. Osobno synteza i osobno monokryształizacja.

W dotychczas stosowanych sposobach istnieje szereg wad i niedogodności, w związku z czym stosowanie tych metod jest znacznie ograniczone. Niedogodnością w metodzie Bridgmana i Czochralskiego jest to, że cała ampuła, z reguły kwarcowa musi być grzana do dość wysokich temperatur, co sprzyja dyfuzji zanieczyszczeń do materiału krystalizowanego. Następne wady to niemoż-

2

liwość regulacji składu chemicznego w przypadku związku wieloskładnikowego, utrudniona obserwacja wzrastających kryształów, w przypadku związków o wysokich prężnościach par, oraz duże niebezpieczeństwo eksplozji ampuł. Poważną niedogodnością jest też bardzo skomplikowana konstrukcja urządzeń technologicznych ich wysokie koszty, czasochłonne i pracochłonne przygotowanie procesu technologicznego oraz duże zużycie materiałów pomocniczych.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania monokryształów intermetalicznych związków półprzewodnikowych dwuskładnikowych i wieloskładnikowych, który jest pozbawiony wszystkich poprzednio opisanych wad i pozwala na uzyskanie monokryształów z tych materiałów w jednym procesie technologicznym. Cel ten został osiągnięty przez zastosowanie sposobu według wynalazku, który w swej istocie polega na syntezie związku intermetalicznego pod topnikiem w atmosferze ochronnej gazu obojętnego, a następnie bezpośrednio bez zestalenia materiału i przenoszenia go do innego urządzenia, na monokryształizacji, na uprzednio przygotowanej zarodki.

Istota sposobu otrzymywania monokryształów związków intermetalicznych wyjaśniona jest na podstawie rysunku, przy czym jako przykład podano schematycznie urządzenie do otrzymywania monokryształu związku intermetalicznego dwuskładnikowego.

W celu uzyskania monokryształu na przykład arsenku galu należy do tygla 2 umieszczonego w próżniowej

komorze 1 załadować składnik B na przykład około 100 g galu wraz z około 40 g materiału ochronnego C na przykład tlenku boru i do ampuly 4 zakończonej lejkowatym wylotem załadować składnik A na przykład około 100 g arsenu.

Następnie po uzyskaniu w komorze 1 wysokiej próżni do około 10^{-6} Tr włącza się elementy grzewcze 3 i 5 w celu wygrzania materiałów wejściowych przeznaczonych do syntezy. Po wstępnym wygrzaniu materiałów wyjściowych i po wypełnieniu komory 1 gazem ochronnym na przykład argonem, oraz po uzyskaniu odpowiednich temperatur to jest dla galu około 1000°C i dla arsenu około 620°C opuszcza się przy pomocy odpowiedniego manipulatora ampulę 4 z elementem grzewczym 5 tak aby koniec lejkowatego wylotu skrył się pod warstwą zabezpieczającą C i pod lustrem stopionego galu.

Dla prawidłowego przeprowadzenia syntezy należy temperatury we wnętrzu tygla 2 z galem i ampuly 4 z arsenem ustalić odpowiednio na 1250°C i około 650°C .

Po przeprowadzeniu syntezy związku intermetalicznego podnosi się ampulę 4 z elementem grzewczym 5, tak aby lejkowaty jej wylot był umiejscowiony poza tygłem 2, a następnie, opuszcza się wrzeczono 6 z umocowaną w niej monokrystaliczną zarodnią 7 i przepro-

wadza się proces monokrystalizacji z nową metodą Czochralskiego.

W przypadku otrzymywania monokryształów związków intermetalicznych wieloskładnikowych jeden ze składników w czasie syntezy jest umieszczony w tyglu 2 w stanie ciekłym, natomiast pozostałe dostarczane są z ampul 4 wraz z elementem grzewczym 5 w postaci par i wtedy ampul tych w komorze 1 jest odpowiednio więcej.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania monokryształów związków intermetalicznych dwuskładnikowych i wieloskładnikowych w których proces monokrystalizacji związku intermetalicznego przeprowadza się bezpośrednio po procesie syntezy bez zestalania związku intermetalicznego, przy czym w przypadku związków intermetalicznych dwuskładnikowych syntezę tę przeprowadza się przez wprowadzenie par jednego ze składników do drugiego będącego w stanie płynnym, lub w przypadku związków intermetalicznych wieloskładnikowych przez wprowadzenie par wielu składników do jednego będącego w stanie płynnym, **znamienny tym**, że oba procesy syntezy i monokrystalizacji przeprowadza się pod warstwą ochronną topnika w atmosferze ochronnej gazu obojętnego, bezpośrednio jeden po drugim.

