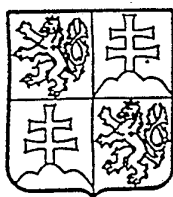


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 272 137

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 8024-88.S
(22) Přihlášeno 06 12 88

(40) Zveřejněno 11 04 90
(45) Vydáno 07 10 91

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
C 30 B 15/00

(75)

Autor vynálezu

BOUBLÍKOVÁ LUDMILA ing. CSc., PRAHA

(54)

Způsob odstranění nečistot z horní části
krystalu taženého z kelímku

(57) Způsob odstraňování nečistot z horní části monokrystalu taženého z kelímku metodou Czochralského, při němž se po vytažení $1/20$ až $1/5$ celkové délky monokrystalu zvýší teplota taveniny o 5 až 10 °C za současného sledování zužování monokrystalu až do vytvoření krčku, jehož průměr dosáhne hodnoty 2 až 3 mm, načež se teplota sníží postupně na původní hodnotu, přičemž monokrystal doroste do požadovaného průměru. Tažení se ukončí, když objem taveniny v kelímku se zmenší na $1/10$ až $1/20$ původního, po vychladnutí se zbytek taveniny z kelímku odstraní a monokrystal se spouštěním do kelímku znovu roztaví, ale jen po krček oddělující hlavní spodní část od horního dílu monokrystalu, ve kterém jsou nakoncentrovány nečistoty s rozdělovacím koeficientem větším než 1. Tento postup se dvakrát opakuje, až se získá monokrystal sestávající ze dvou malých horních částí oddělených vzájemně krčky od hlavního dolního dílu monokrystalu s nejnižší koncentrací nečistot.

Vynález se týká způsobu odstranění nečistot z horní části monokrystalu, taženého z kelímku metodou Czochralského.

Některé pevné látky lze připravit ve velmi čistém stavu metodou rekrytalizace, založené na skutečnosti, že rozdělovací koeficient většiny nečistot, tj. podíl jejich koncentrace v pevné a kapalně fázi je různý od 1. Znamená to tedy, že nečistoty se buď hromadí v kapalně fázi, tj. tavenině při rozdělovacím koeficientu menším než 1, nebo naopak přednostně přecházejí do pevné fáze, tj. do krystalu při rozdělovacím koeficientu větším než 1. Proto jsou začátky a konce krystalů silně znečištěny. Při rekrytalizaci je proto nutno tyto části krystalu neustále odstraňovat. Při přípravě krystalů velmi čistého germania metodou trojnásobného tažení podle Corleye IEEE Trans.Nucl.Sci. 1974 byly před novou krystalizací odstraňovány jen spodní části krystalů, a to jejich odložením nebo odřiznutím. Tím se snižovala koncentrace nečistot, které mají rozdělovací koeficient menší než 1, což je případ většiny příměsí v germaniu, avšak koncentrace nečistot s rozdělovacím koeficientem větším než 1, například bóru, jedné z hlavních nečistot v krystalu germania o rozdělovacím koeficientu 18 se neměnila, protože před novou krystalizací se vždy roztavila celá zbývající část krystalu až po zárodek. Proto byl hledán způsob, jak vyřadit horní část monokrystalu, obsahující většinu nečistot, aniž by se musel monokrystal vyjmout z komory tažícího zařízení a horní část krystalu odřiznout.

Nevýhody dosavadní metody odstraňuje způsob odstranění nečistot z horní části krystalu taženého z kelímku podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že v po vytažení 1/20 až 1/5 celkové délky monokrystalu se zvýšením teploty taveniny o 5 až 10 °C provede zúžení až do vytvoření úzkého krčku o průměru 2 až 3 mm. Potom se teplota taveniny sníží na původní hodnotu, aby rostoucí monokrystal dosáhl požadovaného průměru. Tažení se přeruší, když se objem taveniny v kelímku zmenší na 1/10 až 1/20 původního objemu. Po vychladnutí se odstraní zbytek taveniny z kelímku, ve kterém zůstává většina nečistot o rozdělovacím koeficientu menším než 1, potom se vytažený monokrystal, jeho hlavní dolní část znovu roztaví pomalým spouštěním do kelímku až po krček, oddělující horní malou část monokrystalu se zvýšenou koncentrací nečistot s rozdělovacím koeficientem větším než 1. Při tomto způsobu nedojde k dodatečnému znečištění monokrystalu jako například při odřezávání silně znečištěných částí. Tento způsob lze několikrát opakovat, přičemž se vždy zmenší roztavená vsádka o odstraněné zatuhlé zbytky z předchozí krystalizace a o horní neroztavený díl monokrystalu. Výsledkem vícenásobného tažení je monokrystal, sestávající ze 2 až 3 malých horních částí a z dolní hlavní části s nejnižším obsahem nečistot.

Vyšší technický účinek způsobu podle vynálezu se projevuje tím, že umožňuje připravit monokrystal s nízkou koncentrací nečistot, jak je uvedeno v příkladu.

Příklad

Tažení monokrystalů germania bylo provedeno na zařízení Leybold & Heraeus 250/200 Ge. Do kelímku byla vložena oleptaná vsádka Ge. Po jejím roztavení v proudu čistého vodíku byl proveden nátav zárodku při 10 otáčkách kelímku/min, a 40 otáčkách zárodku/min. Po rozšíření krystalu na 20 mm v průměru a po vytažení 2 cm bylo zvýšením teploty o 10 °C dosaženo zúžení na průměr zárodku, tj. 3 mm. Po prodloužení zárodku na 1 cm byla teplota snížena na původní hodnotu. Tím se dosáhlo rozšíření rostoucího monokrystalu na požadovaných 20 mm v průměru. Jemnou regulací teploty byl udržován tento průměr rostoucího monokrystalu až do vytažení 9/10 původní vsádky. Po vychladnutí byl zatuhlý zbytek Ge z kelímku odstraněn a spodní hlavní část připraveného monokrystalu byla opět až po krček v kelímku roztavena. Tímto způsobem byly provedeny další dvě rekrytalizace. Výsledkem byl monokrystal s koncentrací nečistot 5 až 9 . 10¹⁰ atomů/cm³ v dolní hlavní části, zatím co koncentrace nečistot v obou horních dílech převyšovala tuto hodnotu.

Způsob odstranění nečistot z horní části monokrystalu taženého z kelímku podle vynálezu lze využít při přípravě monokrystalů germania pro výrobu detektorů ionizujícího zá-

ření i monokrystalů pro jiné účely, u kterých se požaduje vysoká čistota.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob odstranění nečistot z horní části monokrystalu, taženého z kelímku metodou Czochralského částečným ponořením monokrystalického zárodku do taveniny udržované nad teplotou tání materiálu a tažením monokrystalu, vyznačující se tím, že po vytažení $1/20$ až $1/5$ celkové délky monokrystalu se zvýší teplota taveniny o 5 až 10°C , přičemž se sleduje zužování rostoucího monokrystalu až do vytvoření krčku, jehož průměr dosahuje hodnoty 2 až 3 mm, potom se teplota sníží na původní hodnotu až monokrystal doroste do požadovaného průměru a tažení se přeruší, když se objem taveniny zmenší na $1/10$ až $1/20$ původního objemu, po vychlazení se zbytek zatuhlé taveniny odstraní, potom se dolní hlavní část monokrystalu znovu roztaví až po krček, oddělující horní malý díl, tento postup se alespoň dvakrát opakuje a tak se připraví monokrystal, sestávající ze dvou malých horních částí s nejvyšším obsahem nečistot o rozdělovacím koeficientu větším než 1 a hlavní nejčistší dolní části, vzájemně oddělené krčkem.