

ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 12551

(13) U

(46) 2021.02.28

(51) МПК

C 30B 11/04 (2006.01)

(54) СИСТЕМА ДЛЯ РОСТА МОНОКРИСТАЛЛОВ СОЕДИНЕНИЙ ГРУППЫ $A^I In_5S_8$, In_2S_3 И ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ НА ИХ ОСНОВЕ $(A^I In_5S_8)_{1-x} - (In_2S_3)_x$

(21) Номер заявки: u 20200223

(22) 2020.09.11

(71) Заявитель: Учреждение образования
"Белорусский государственный уни-
верситет информатики и радио-
электроники" (ВУ)

(72) Авторы: Боднарь Иван Васильевич;
Фещенко Артем Александрович; Хо-
рошко Виталий Викторович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение обра-
зования "Белорусский государственный
университет информатики и
радиоэлектроники" (ВУ)

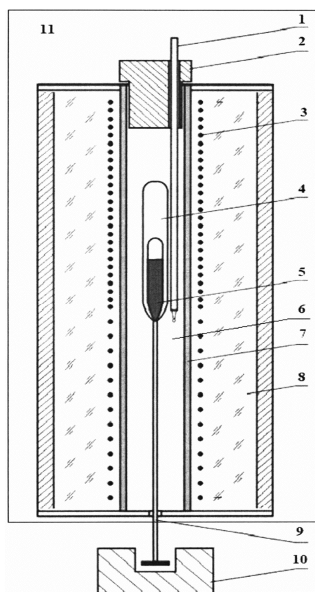
(57)

Система для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x} - (In_2S_3)_x$, которая состоит из ростовой печи с высокотемпературной зоной, где находится нагреватель, намотанный на алундовую трубку, кварцевая ампула с соединениями, штوك ампулы, теплоизолирующая засыпка, термопара, пробка из шамотного кирпича, отличающаяся тем, что используется двойная кварцевая ампула в процессе роста монокристаллов, а также установлен электромагнитный вибратор под ростовой печью.

(56)

1. Вильке К.Т. Методы выращивания кристаллов. - Л.: Недра, 1968. - С. 67.

2. Патент РФ 2006132106/15, 2006; патент РФ 2327824, 2008.



Полезная модель относится к области выращивания кристаллов из расплава методом Бриджмена, вертикальный вариант, в частности к системам их получения, и может быть использована для роста крупноблочных полупроводниковых монокристаллов с определенными физическо-химическими свойствами, на основе которых будут созданы приборы с новыми функциональными возможностями.

Известна система для выращивания монокристаллов из расплава [1], состоящая из электропечи с теплоизолятором, тигеля с компонентами соединения, держателя ампулы, терморегулятора.

Существенным недостатком данной системы является то, что система в силу присущих ей конструктивных особенностей обладает ограниченной областью применения, так как не позволяет получить однородные и оптически однородные крупноблочные монокристаллы тройных соединений.

Наиболее близкой по технической сущности к полезной модели является система для направленной кристаллизации расплава методом Бриджмена [2], вертикальный вариант, которая включает ростовую печь с высокотемпературной зоной, где находится нагреватель, с помощью которого создается температурное поле, кварцевая ампула с кристаллизующимися компонентами, шток ампулы, теплоизолирующая засыпка, термопара.

Недостатком известной системы является длительное время роста монокристаллов, что влечет за собой снижение ее производительности и дополнительные экономические затраты. В системе отсутствует возможность удаления газовых компонентов из расплава, а также нет возможности контроля температурного градиента на границе раздела "расплав - кристалл". В системе высока вероятность разрушения кварцевой ампулы, что приводит к окислению соединения на воздухе и ухудшению качества получаемых монокристаллических слитков.

Задачей полезной модели является обеспечение универсальности применения системы для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ высокой чистоты и гомогенности, которые по своим физическо-химическим характеристикам могут использоваться в полупроводниковых приборах.

Указанная задача решается тем, что в системе для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$, которая состоит из ростовой печи с высокотемпературной зоной, где находится нагреватель, намотанный на алундовую трубку, кварцевая ампула с соединениями, шток ампулы, теплоизолирующая засыпка, термопара, пробка из шамотного кирпича, используется двойная кварцевая ампула в процессе роста монокристаллов, а также установлен электромагнитный вибратор под ростовой печью.

Существенное отличие заявляемой полезной модели от прототипа состоит в том, что при использовании электромагнитного вибратора, установленного под ростовой печью, увеличивается скорость роста монокристаллов, происходит удаление из расплава газовых компонентов, улучшается распределение примеси как по длине кристалла, так и в радиальном направлении, что положительно влияет на получение качественных монокристаллов. С помощью вибрационного перемешивания хорошо контролируется температурный градиент на границе раздела "расплав - кристалл", что имеет принципиальное значение для улучшения технологии роста. Использование двойной кварцевой ампулы для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ предохраняет соединение от окисления на воздухе в случае нарушения целостности внутренней кварцевой ампулы при кристаллизации расплава.

На фигуре приведена схема системы для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$, которая состоит из термопары 1, пробки из шамотного кирпича 2, нагревателя 3, двойной кварцевой ампулы 4, состоящей из внутренней и внешней кварцевой ампулы, соединения группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ 5, высокотемпературной зоны 6, алундовой трубки 7, теплоизолирующей засыпки 8, штока 9, электромагнитного вибратора 10, ростовой печи 11.

BY 12551 U 2021.02.28

Система для роста монокристаллов соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ работает следующим образом.

Измельченные поликристаллические слитки соединений группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ загружаются во внутреннюю кварцевую ампулу, которая вакуумируется до остаточного давления $\sim 10^{-3}$ Па, после чего внутреннюю кварцевую ампулу отпаивают от вакуумной установки и помещают во внешнюю кварцевую ампулу, которая имеет больший диаметр. Внешняя кварцевая ампула вакуумируется до аналогичного давления, что необходимо для предохранения соединений от окисления на воздухе в случае нарушения целостности внутренней кварцевой ампулы. Наличие двойной кварцевой ампулы 4 сдерживает анизотропное расширение материала. Внутренняя кварцевая ампула для уменьшения количества центров кристаллизации имеет небольшую конусность в области расплава и заканчивается цилиндрическим капилляром для формирования монокристаллической затравки. Для создания значительного температурного градиента на фронте кристаллизации внешняя кварцевая ампула имеет конструктивные особенности, позволяющие значительно уменьшить конвекционные потоки, возникающие в ростовой печи, что дает возможность создания значительного температурного градиента на фронте кристаллизации. Для роста кристалла у фронта кристаллизации должно постоянно поддерживаться некоторое переохлаждение расплава. При этом количество тепла, отводимого от плоского фронта кристаллизации за счет теплопроводности затвердевшей части слитка, равно количеству тепла, подводимого со стороны расплава, и тепла, выделяющегося при кристаллизации. Если часть выделившейся теплоты отводится через расплав, в нем возникает перегрев. В этом случае фронт кристаллизации не будет гладким, так как возникающие на фронте кристаллизации выступы, попадая в более холодную зону, начинают быстро разрастаться. В результате происходит спонтанное образование большого количества центров кристаллизации, и условия роста монокристаллического слитка нарушаются.

После подготовки двойной кварцевой ампулы 4 с соединениями группы $A^I In_5S_8$, In_2S_3 и твердых растворов на их основе $(A^I In_5S_8)_{1-x}-(In_2S_3)_x$ 5 к внешней кварцевой ампуле снизу припаивается кварцевый стержень, служащий штоком 9 двойной кварцевой ампулы 4. После этого двойную кварцевую ампулу 4 размещают в ростовую печь 11 таким образом, чтобы соблюдался температурный градиент при нагревании, а шток 9 закрепляют в электромагнитном вибраторе 10. В качестве нагревателя 3 используется проволока высокотемпературного сплава, которую наматывают на алундовую трубку 7. Алундовую трубку 7 с нагревателем 3 помещают внутрь цилиндрических корпусов и засыпают теплоизолирующей засыпкой 8. В ходе нагрева и кристаллизации расплава применяют вибрационное перемешивание расплава с помощью электромагнитного вибратора 10, установленного под ростовой печью 11.

Для роста качественных монокристаллов изначально температуру в ростовой печи 11 повышают до 1370-1420 К в течение ~ 5 ч, с выдержкой при этой температуре 2 ч, с применением вибрационного перемешивания, что необходимо для гомогенизации расплава. По истечении времени выдержки проводят направленную кристаллизацию расплава путем понижения температуры печи со скоростью $\sim 2-3$ К/ч до полного затвердевания расплава. После чего для гомогенизации полученных слитков идет отжиг при 1100 К в течение 400 ч. Регулировку и стабилизацию температуры осуществляют с помощью термопары 1. Выращенные в таких условиях монокристаллы однородны и гомогенны.

Таким образом, технический результат предлагаемой полезной модели заключается в снижении операционных и энергетических затрат и минимизации применения вспомогательных реагентов за счет оптимизации и замкнутости производственного цикла.