



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **768**
(51) **МПК G01 N 27/02**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1500934

(22) 30.03.2015

(46) Бюл. 119, 2016

(71) Аминов Б.(ТJ); Аминов Дж.Б. (ТJ);
Рахимов Б.Н. (ТJ); Гулов Б.Х. (ТJ).

(72) Аминов Б.(ТJ); Аминов Дж.Б. (ТJ);
Рахимов Б.Н. (ТJ); Гулов Б.Х. (ТJ).

(73) Аминов Б.(ТJ); Аминов Дж.Б. (ТJ);
Рахимов Б.Н. (ТJ); Гулов Б.Х. (ТJ).

(54) **СПОСОБ ОЧИСТКИ МЕТАЛЛОВ
И ПОЛУПРОВОДНИКОВ В УСТА-
НОВКЕ ВРАЩАЮЩЕГОСЯ КОНТЕЙ-
НЕРА.**

(56)1. Контейнер для выращивания кристал-
лов арсенида галлия. Патент. США №5032366,
Кл. Н 05 В 3.12.1991 год.

2. Контейнер для выращивания монокристал-
лов методом зонной плавки. Патент. США
№5205997, Кл. С 30 В 30.01.1993 год.

3. Контейнер для выращивания кристаллов
Патент РФ №2091515 МПК С30В13/14,
С30В30/08 Мильвидский М.Г.; Вerezуб Н.А.;

Копелиович Э.С.; Простомолотов А.И.; Раков
В.В.

(57) Изобретение относится к металлургии и
технологии получения чистых металлов и
полупроводников.

Получение веществ особой чистоты явля-
ется актуальной задачей для разных отраслей
науки и техники, в частности для полупровод-
никовой техники.

С этой целью, предусматривается направ-
ленная кристаллизация слитков в контейнерах
из кварцевого стекла, покрытых пироуглеро-
дом. Начальная часть контейнера выполнена в
виде конуса с углом в вершине. Получаемые
слитки, за исключением конусообразной ча-
сти, имели вид прямого кругового цилиндра.
Направленная кристаллизация слитков осу-
ществлялась в условиях самопроизвольного
зарождения, т. е. специальная затравка не
вводилась.

Изобретение относится к способам получения полупроводниковых кристаллов из расплавов для создания структурно-совершенных монокристаллов, и может быть использовано в области металловедения а также металлургии цветных и высокочистых веществ.

Известен контейнер для выращивания кристаллов, преимущественно арсенида галлия, представляющий собой открытую лодочку из пиролитического нитрида бора, один из концов которого, предназначенный для размещения затравки, выполненным зауженным, а сама лодочка в поперечном сечении имеет форму половины окружности [1].

Но недостатком известного способа является то, что он не обеспечивает перемешивания расплава в процессе роста кристаллов, что в свою очередь приводит к неравномерному распределению основных компонентов вещества кристалла и примесей по объему полученного кристалла.

Также известно изобретение: «контейнер для выращивания монокристаллов методом зонной плавки», представляющий собой цилиндрический герметичный сосуд, в котором размещают затравку, поликристаллический слиток переменного сечения и взаимодействующий со слитком подпружиненный поршень, который под действием пружины перемещается по мере расплавления слитка [2].

Однако недостатком известного изобретения является то, что оно также не обеспечивает эффективного перемешивания расплава, что, соответственно, приводит к объемной неоднородности состава по основным компонентам и неравномерному распределению примеси по объему выращенного кристалла.

Прототипом к заявляемому по своей технической сущности и достигаемому результату является известный контейнер, используемый для очистки расплава или жидкости от частиц в условиях невесомости [3].

Данный контейнер представляет собой цилиндрический сосуд, внутри которого размещен с возможностью перемещения поршень: Очищающий раствор содержит воду, перекись водорода, щелочное соединение и 2,2 – бис - (гидроксиэтил) - (аминоtris) - (гидроксиметил/метан) в качестве хелатирующей добавки. Предпочтительно щелочное соединение выбрано из групп, состоящей из органического основания, аммиака, гидроксида аммония, гидроксида тетраметиламмония, более предпочтительно из группы, состоящей из аммиака и гидроксида аммония. Хелатирующая добавка содержится в количестве 1000-3000 ppm (1-3 г/л). Способ включает обработку полупроводниковых субстратов очищающим раствором и высушивание указанного полупроводникового субстрата после промывки водой.

Однако главным недостатком известного способа является: использование экологически опасных органических веществ, сложный состав травильных растворов, высокие материальные

затраты, а также ограниченность сферы применения, не позволяющая использовать контейнер для выращивания кристаллов из расплава и обеспечивать эффективное перемешивание в объеме расплава для получения равномерного распределения компонентов примесей по объему.

Поэтому заявляемое изобретение направлено на повышение равномерности распределения основных компонент сложных соединений и примесей по объему кристаллов, выращиваемых различными методами из расплава.

Большой интерес для практики очистки металлов представляет осуществление направленной кристаллизации непосредственно в трубке, Фиг.1, которая и служит контейнером. Такой процесс обладает рядом особенностей, при вращении под разными углами наклона продольной оси контейнера к горизонту.

Из приведенного определения чистого вещества следует, что измерение свойств можно использовать для оценки чистоты. Предел обнаружения примесей будет зависеть от выбора свойств.

Для металлов весьма чувствительным к содержанию примесей является остаточное сопротивление, которое принято характеризовать отношением удельного сопротивления металла при комнатной температуре (R_{293}) к удельному сопротивлению этого металла при температурах, близких к абсолютному нулю (R_T):

$$\gamma_T = \frac{R_{293}}{R_T}$$

Таким образом, чем чище металл, тем больше величина γ_T . В настоящее время измерение R_T проводилась при $T=77K$, (в жидком азоте). Ниже в табл. 1 приведены значения γ_T для некоторых металлов и полупроводников.

При измерении остаточного сопротивления желательно иметь слиток металла в виде монокристалла. Однако в процессе получения последнего может произойти очистка (а может быть, и загрязнение) от некоторых примесей, и, следовательно, измеряемое значение остаточного сопротивления не будет отвечать истинному значению.

С этой целью, направленная кристаллизация слитков проведены в контейнерах из кварцевого стекла, покрытых пироуглеродом, с внутренним диаметром 15 мм. Начальная часть контейнера выполнена в виде конуса с углом в вершине -30° , длина конусообразной части -20 мм. Получаемые слитки, за исключением конусообразной части, имели вид прямого кругового цилиндра длиной 12-15 см. Угол наклона продольной оси контейнера к горизонту установлены 15° , скорость вращения контейнера 100 об/мин. Направленная кристаллизация слитков осуществлены в условиях самопроизвольного зарождения, т. е. специальная затравка не введены.

На внешней поверхности данных слитков, как и других металлов, полученных направленной кристаллизацией, имеются границы между монокристаллическими блоками, которые проявляются после обработки поверхности слитка соответствующими травителями. Для слитков были использованы «царская водка», травление которой в течение 30-60 мин, отчетливо выявляло границы между блоками. Обозначим через S число блоков на поверхности слитка, полученного кристаллизацией.

Изложенное показывает, что направленной кристаллизацией при малых скоростях можно повысить величину γ_T от 14000 до 40000. По-видимому, это происходит за счёт очистки от неизоморфных примесей и за счёт радиального распределения. Как указывается выше, получение монокристалла является гарантией чистоты от механических и неизоморфных примесей. Такая гарантия может быть, обеспечена получением монокристалла при достаточно малой скорости.

Эффект монокристаллизации на слитков проявляется при любых условиях: разные углы наклона продольной оси контейнера к горизонту, наличие или отсутствие вращения. В связи с последним обстоятельством возникает естественный вопрос: необходимо ли для повышения остаточного сопротивления металлов вращение контейнера? Данные Фиг. 2 и табл. 1

показывают, что применение вращения действительно увеличивает значение γ_T образцов слитка.

Техническим результатом предлагаемого изобретения является то, что применение метода направленной кристаллизации во вращающемся контейнере для получения чистого металла и полупроводника очень эффективно и приводит к увеличению выхода монокристаллической части в слитках. Также при такой кристаллизации степень дегазации металлов и сплавов велика, что положительно сказывается на механических характеристиках слитков в связи с длительным временем пребывания их в твёрдожидком состоянии и, следовательно, получение более плотной структуры слитка, отсутствию пористости. Таким образом достигается задача улучшения механических характеристик слитков.

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы: этим методом можно полностью и глубоко очистить слиток от заряженных примесей, а также данный способ позволяет сократить расход используемых материалов и веществ, снизить температуру процесса очистки, снизить энергоёмкость процесса, сократить число стадий очистки и тем самым повысить экологическую безопасность очистки и сократить время обработки металлов.

Таблица 1

Отношение удельных сопротивлений некоторых металлов и полупроводников после направленной кристаллизации

Металл	$\gamma_T = R_{293} / R_T$
Алюминий	27000
Магний	14000
Висмут	700
Кадмий	31200
Теллур	640
Цинк	39000
Сурьма	450
Индий	270
Медь	1650
Олово	90000

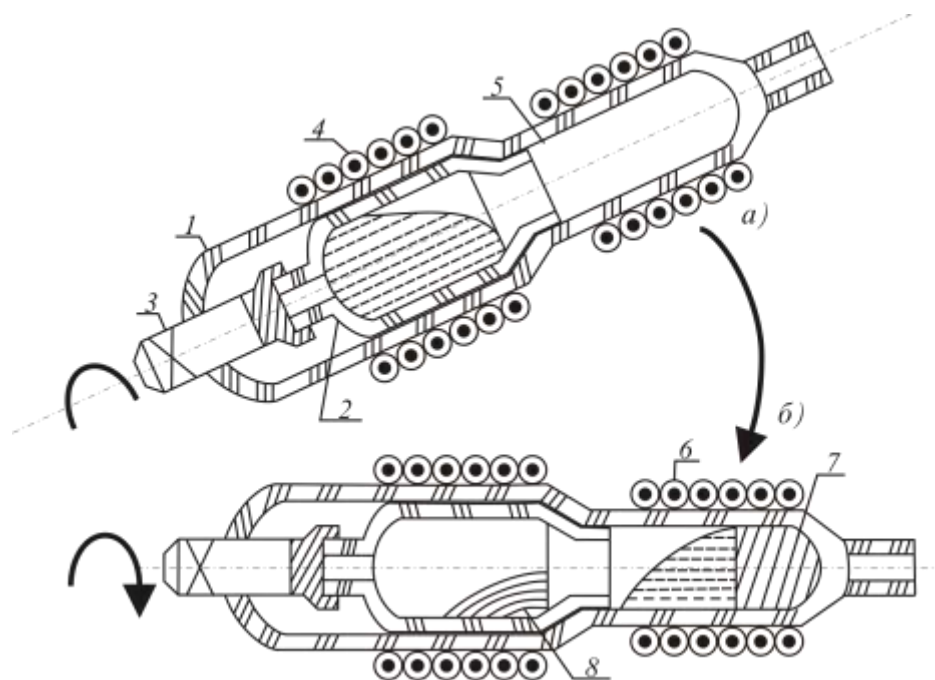
Формула изобретения

1. Способ очистки металлов и полупроводников в установке вращающегося контейнера, включающий обработку полупроводниковых субстратов очищающим раствором, **отличающийся тем что**, кристаллизация слитков осуществляют в контейнерах из кварцевого стекла, покрытых пироуглеродом, в условиях

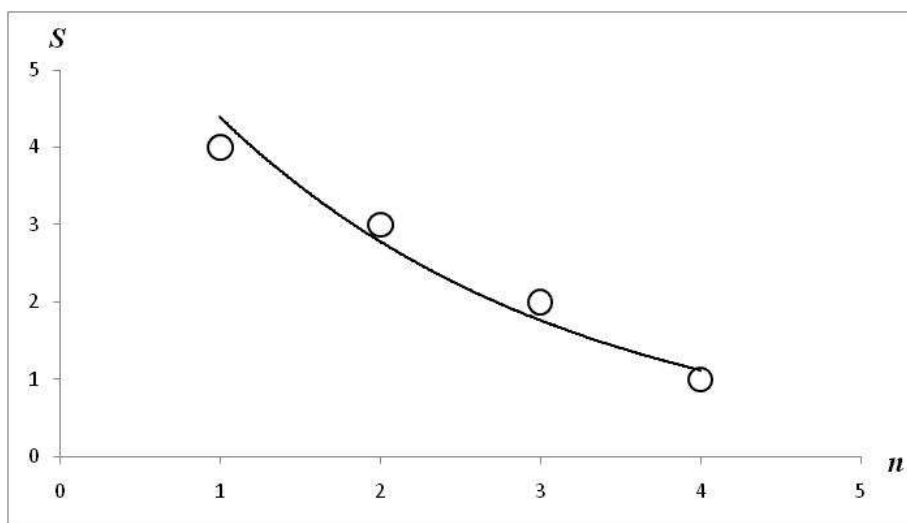
самопроизвольного зарождения без специальной затравкой и обрабатывают слитков с помощью «царская водка», в течение 30-60 мин.

2. Способ по пункту 1, **отличающийся тем что**, угол наклона продольной оси контейнера к горизонту устанавливают 15° и скорость вращения контейнера 100 об/мин.

Способ очистки металлов и полупроводников в установке вращающегося контейнера



Фиг.1



Фиг. 2

Компьютерный набор: Фатхуллова М.С.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а