

320.373



320373

P A T E N T E D E I N V E N C I O N
P O R V E I N T E A Ñ O S
E N E S P A Ñ A

solicitada a favor de Ministerul Industriei Chimice, organis-
mo rumano de gobierno, con domicilio en Bucarest (Rumania), -
Calle Scaune, 1

p o r

==/==/==/== "APARATO PARA LA OBTENCION DE ELEMENTOS DE ALTA PU
REZA EN FORMA DE VARILLAS PARA LA INDUSTRIA ELECTRONICA" ==/==/

=====

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

=====

La mayoria de los métodos avanzados de purificacion
de elementos consisten en la obtención de un compuesto inter-
medio (hidrito, halogenido, etc) de elevada purificacion de
lo antedicho, y luego la reduccion o descomposición térmica
del compuesto respectivo.

320373

- 2 -

15 JUL



10 La reducción o descomposición térmica del compuesto purificado es realizado, generalmente a altas temperaturas. - Por ello, existe el peligro de adulterar el elemento así obtenido por el soporte sobre el cual es depositado o con el material para la estructura del aparato.

Un aparato tal debe asegurar las siguientes condiciones:

- 15
- evitar la adulteración del elemento obtenido.
 - asegurar condiciones óptimas para la reacción.
 - asegurar condiciones fáciles y seguras para la operación.

20 El dato característico de la elevada purificación de los elementos, es el hecho de que la reducción o descomposición del elemento purificado, rinde el elemento en un estado que necesita una ulterior purificación. Esta purificación llamada fundición zonal, es realizada para los elementos activos (silicio, boro, zirconio, cromo etc) sin contacto con ningún continente. En este caso la técnica de fundición zonal es aplicada en una zona flotante, por ejemplo, el elemento -

25 formado en varilla es colocado verticalmente en un cercado, con las paredes del cual no tiene contacto; a lo largo de la varilla pasa la zona fundida.

30 Para este fin, es necesario obtener el elemento en forma de varilla cilíndrica, es decir, con la mas perfecta - uniformidad de diámetro en toda su longitud y con una seccion transversal lo mas cerca posible a la circular.

En el estado actual de la técnica son usados varios



tipos de estos aparatos, los cuales, en general, no dan una
solucion óptima en cuanto a dos puntos de vista; la extension
35 del transportador sobre el cual el depósito es realizado y el
enfriado en buenas condiciones del aparato.

El transportador, generalmente constituido del mismo
material que el elemento que ha de ser obtenido, (con la ex-
cepción de algunos casos en que está constituido de otro mate-
40 rial), se presenta en forma de filamento (alambre o en algunos
casos especiales, tubo de diámetro muy pequeño), y ademas del
papel transportador, posee tambien el papel de calentador o
fuente de calor, ya que es cruzado por la corriente electrica
de calentamiento. Durante el calentamiento, este filamento es
45 deformado, siendo necesario estirarlo con el fin de asegurar
la obtención de varillas perfectamente cilíndricas.

El enfriamiento del aparato es realizado con vis-
tas a evitar el sobrecalentamiento de las partes componentes,
de migración de impurezas de las partes sobrecalentadas y para
evitar los depósitos, no deseables, del elemento obtenido en
50 otras partes que sobre el filamento.

Los dispositivos estiradores, usados en la tecnica,
proveen un manejo manual durante el calentamiento y, general-
mente, hacen uso de un sistema de varillas hiladas manipuladas
desde fuera del aparato.
55

La principal desventaja de estos métodos de estira-
do por manipulación manual, consiste en la dificultad de sin-
cronizar la distorsión del filamento con su estirado. Esto -
conduce, muy a menudo a la deterioración del filamento y a -

320373

15



- 4 -

60 interrupciones en el funcionamiento del aparato.

En cuanto al enfriamiento, generalmente se usan - sistemas de refrigeración separados para el continente, en el cual se efectua el depósito y la placa sobre la cual están -
65 montados los electrodos, asi como para los electrodos mismos, lo cual conduce a una complicada construccion y a varios incon-
venientes en la operación.

La presente invención evita estos inconvenientes siendo efectuado el estirado de los filamentos simultáneamente con el calentamiento, realizando igualmente el enfriado a tra-
70 vés de todo el aparato. Tambien ofrece la presente invencion un mejoramiento de la conexión entre los filamentos y los elec-
trodos.

En la figura 1 se reprecnta un aparato que corres-
ponde a los fines arriba indicados y que ilustra la aplicacion
75 de la presente invención.

El aparato consiste en el entubado de cuarzo -1- que representa el cercado de reacción. En la parte inferior del cuarzo se ha montado firmemente una brida metálica V2A, que está ensamblada con la placa V2A -3-. A través de esta -
80 placa pasan los electrodos de cobre -4- aislados de la placa mediante empaquetadura Teflon -5-, fijada por una empaqueta-
dura de goma -6-. Los filamentos están conectados a los elec-
trodos por medio de pequeñas planchitas de molibdeno -7-, apre-
tadas mediante remaches de tantalum o de molibdeno y tuercas
85 de grafito. La utilización de tuercas de grafito evita los in-
convenientes del bloqueo del sistema, que tiene lugar, frecuen

320373

15



- 5 -

temente, en el caso de usar tuercas metálicas. La placa es mon-
tada por medio de los tubos -8-9- y -10- a la placa base, -19-
El tubo -8- sirve para la introducción de la varilla de cuarzo
90 -11-, que lleva el filamento, la cual, si se usan filamentos
separados, se conecta mediante un puente de molibdeno, -12-,
oscilando alrededor de un gancho de molibdeno -13-, el cual
tiende a estirar uniformemente el filamento, incluso en el -
caso de pequeñas diferencias de longitud. La varilla -11- es
95 accionada por el sistema de estirado, que consiste en la vari-
lla metálica V2A -14-, sujeta por la caja de empaquetadura -
-15- y estirada por la bobina -16-.

La puesta en tensión de la bobina es realizada en-
tre la parte -17-, remachada sobre la parte -18-, montada so-
bre la placa base -19- y el disco fileteado -20-, remachado -
100 sobre la varilla -14-. Al montar los filamentos, la bobina es
accionada a mano, empujando hacia abajo la manivela -21-. Asi,
despues del montaje, los filamentos están permanentemente es-
tirados y permanecen derechos durante el calentamiento, debi-
do a este hecho.
105

Por el entubado -9-, el producto de reacción es in-
troducido a través de una boquilla de cuarzo -22-, y a traves
del tubo -10-, son evacuados los gases residuales.

La corriente electrica que corre a través de la va-
rilla -23-, pasa por la parte -24-, montada aislada y firme,
110 sobre la placa base, mediante la empaquetadura de teflon y de
goma. La conexión entre los electrodos -4- y la parte -24-, es
efectuada por la parte -25-.

320373



- 6 -

115 El enfriado del entubado de cuarzo -1-, la placa
-3-, los electrodos -4- y los tubos de conexión -25-, se efectua en la misma corriente de agua, que entra a través del tubo
-26- y sale por el tubo -27-, montado sobre la caperuza metálica de enfriamiento -28-. La caperuza está montada firmemente -
120 sobre la placa base -19- y está provista de una pieza ocular -
-29- hecha de plexiglas o de vidrio para la vigilancia visual de la operación.

Un ejemplo de la aplicación de esta invencion consiste en la obtencion con un aparato tal de policristalina-silicio, en varilla de alta pureza. Para este objeto, sobre dos
125 filamentos de tantalum calentados a 1100° C formados de tubos de 2-3 mm. de diámetro, obtenidos por el enrollado de una cinta de 0,1 - 0,2 mm de espesor, se pasa una mezcla de hidrógeno purificado y de vapor triclorosileno purificado. La concentración de la mezcla de reacción corresponde a una proporción molar de H_2 : $HSiCl_3$ de 30:1 y la descarga total de hidrógeno
130 es de 1000 l/h. Despues de 30 horas de funcionamiento se obtiene 2 varillas de silicio policristalino, de 19 mm diámetro y 400 mm longitud, con un peso de 450 g. lo que corresponde a un rendimiento de 15g/h y equivale a un 35%.

135

NOTA

En esta Patente de Invencion se reivindica:

1º.- Aparato para la obtencion de elementos de alta pureza, en forma de varillas, para la industria electrónica, caracterizado por el hecho de que el estirado de los filamentos
140 es efectuado automáticamente por la acción de la bobina -16-

320373



- 7 -

preestudiado por el sistema de las partes -17-, -18-, -20-, por medio de las varillas -14- y -11-, que actúan permanentemente sobre los filamentos, asegurando su estirado simultáneamente con su expansión térmica.

145

2^a.- Aparato para la obtención de elementos de alta pureza, en forma de varillas para la industria electrónica, caracterizado por el hecho de que el enfriado del cercado de reacción -1-, de la placa -3-, los electrodos -4- y las partes de conexión -25-, es efectuado por una sola cámara de enfriar con una sola entrada -26- y salida -27-, del agua de refrigeración

150

3^a.- "APARATO PARA LA OBTENCIÓN DE ELEMENTOS DE ALTA PUREZA EN FORMA DE VARILLAS PARA LA INDUSTRIA ELECTRONICA", de conformidad en un todo en lo esencial y fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva, y gráficamente representada en los adjuntos planos para su mejor comprensión

155

Esta memoria consta de SIETE hojas escritas o mecanografiadas por una sola cara a doble espacio en 155 líneas.

Madrid, 15 JUL 1966

Por autorización del interesado.

JOSE LOPEZ
P.P.

320373

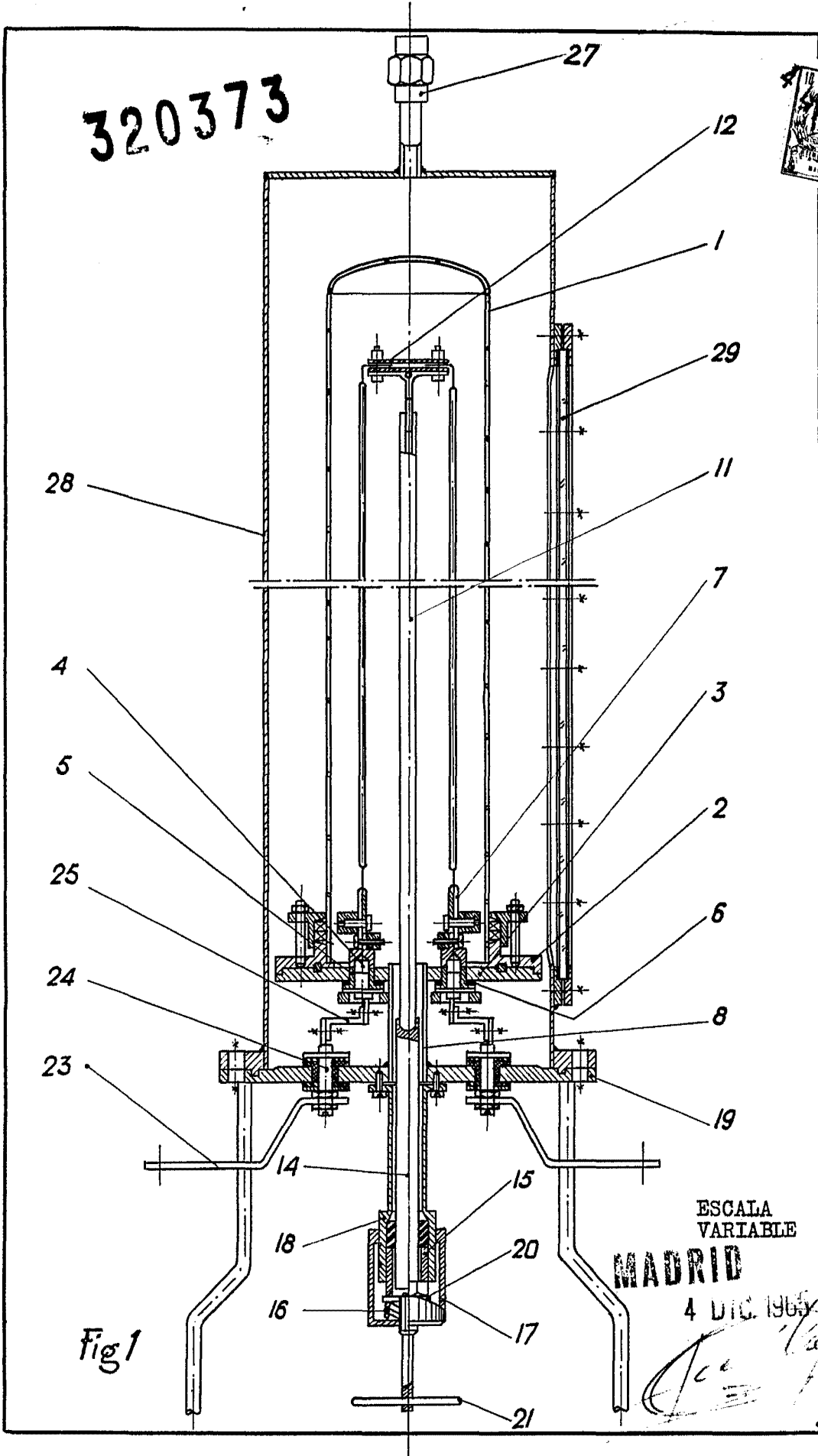


Fig 1

ESCALA
VARIABLE

MADRID

4 DIC. 1965

[Handwritten signature]

320373



13

22

10

9

26

Fig. 2

ESCALA
VARIABLE

4 DEC 1965

