

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 554 606**

51 Int. Cl.:

C30B 23/06 (2006.01)
C30B 29/48 (2006.01)
C23C 16/42 (2006.01)
C23C 16/46 (2006.01)
C30B 35/00 (2006.01)
C30B 25/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.05.2008 E 08750643 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015 EP 2152943**

54 Título: **Aparato para crecimiento de cristales**

30 Prioridad:

18.05.2007 GB 0709632

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.12.2015

73 Titular/es:

**KROMEK LIMITED (100.0%)
NetPark Incubator Thomas Wright Way
Sedgefield, Durham TS21 3FD, GB**

72 Inventor/es:

**BASU, ARNAB;
CANTWELL, BEN y
ROBINSON, MAX**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 554 606 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Aparato para crecimiento de cristales

Campo de la invención

La presente invención está relacionada con un aparato para crecimiento de cristales en fase vapor.

5 Antecedentes de la presente invención

Para que crezca un cristal mediante técnicas de crecimiento de cristales desde fase vapor, es necesario proporcionar un origen de materiales desde los que se va a formar el cristal, y una semilla sobre la que se hace crecer el cristal desde el material de origen. Una zona de transporte enlaza las zonas de origen y de sumidero. Al crear una diferencia de temperatura entre la zona de origen y la zona de sumidero en la que se proporciona la semilla, se creará una diferencia de presión de vapor entre las zonas de origen y de sumidero que actúa como fuerza impulsora para el crecimiento de cristal. La temperatura en la zona de origen debe ser mayor que la temperatura de la zona de sumidero.

El control del crecimiento de cristal dependerá de varios factores, incluidas las temperaturas de origen y de sumidero y las presiones de vapor.

15 En los antiguos sistemas de crecimiento de cristal desde fase vapor, el cristal crecía sobre un cristal semilla proporcionado en una ampolla tubular sellada de cuarzo a partir de un material de origen también proporcionado en la ampolla. La ampolla se proporcionaba a un horno tubular para calentar las zonas de origen y de sumidero. Sin embargo, utilizando tal sistema es muy difícil controlar el crecimiento de los cristales.

20 Para mejorar el sistema tubular básico se sugirió la aportación de un primer controlador de flujo entre las zonas de origen y de semilla, en combinación con un segundo controlador de flujo aguas abajo de la zona de semilla para proporcionar un bombeo continuo para retirar una parte del material de origen de la zona de semilla. La aportación del primer controlador de flujo actúa para que la tasa de transporte másico sea menos sensible al diferencial de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero que en el sistema tubular básico, aunque la diferencia de temperatura todavía es un factor importante.

25 Un aparato alternativo se describe en el documento WO 99/10571 en el que se proporcionan medios de calentamiento independientes para cada una de las zonas de origen y de sumidero. Las zonas de origen y de sumidero, junto con los medios de calentamiento independientes, se proporcionan en una cámara de vacío. Esto permite un control más preciso de las temperaturas de origen y de sumidero, y por lo tanto de la diferencia de temperatura entre estas zonas, para permitir una transición de fase sólido-vapor-sólido en las zonas de origen, transporte y sumidero. Sin embargo, los medios de calentamiento deben poder funcionar en vacío. Por lo tanto, los calentadores tales como los calentadores en espiral por resistencia son inadecuados. En la zona de transporte se puede proporcionar un restrictor de flujo entre las zonas de origen y de sumidero para proporcionar un control adicional.

Compendio de la invención

35 Según un aspecto de la presente invención, en lugar de proporcionar calentadores independientes para calentar las zonas de origen y de sumidero, se proporciona un solo calentador multizona que proporciona una zona calentada que tiene un perfil de temperatura predeterminado a lo largo de su longitud. El aparato incluye un tubo generalmente con forma de U que tiene una primera rama, una segunda rama y una unión que conecta las ramas primera y segunda. Se proporciona un material de origen en una zona de origen proporcionada en la primera rama de un tubo generalmente con forma de U. Se proporciona una semilla en una zona de sumidero en la segunda rama del tubo generalmente con forma de U. La distancia longitudinal de la zona de origen desde la unión y la distancia longitudinal de la zona de sumidero desde la unión del tubo generalmente con forma de U se selecciona de tal manera que, cuando el miembro con forma de U se proporciona en la zona calentada creada por el horno multizona, las zonas de origen y de sumidero están ubicadas dentro del perfil de temperatura para proporcionar un diferencial de temperatura requerido entre las zonas de origen y de sumidero.

45 El diferencial de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero dependerá de las posiciones longitudinales relativas de las zonas de origen y de sumidero a lo largo de las respectivas ramas primera y segunda del miembro tubular con forma de U general, y de la posición del tubo generalmente con forma de U dentro de la zona calentada creada por el horno multizona. Por lo tanto, la selección de un miembro generalmente con forma de U con ramas primera y segunda de longitud relativa apropiada, en combinación con la colocación longitudinal del tubo generalmente con forma de U dentro del horno, se puede utilizar para asegurar el diferencial de temperatura deseado entre las zonas de origen y de sumidero. En general, cuando se necesita un diferencial de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero, las ramas del tubo generalmente con forma de U serán diferentes, o al

menos la ubicación de las zonas de origen y de sumidero estará espaciada longitudinalmente dentro de la zona calentada.

5 Comparada con los sistemas tubulares lineales, la presente invención tiene la ventaja de aportar una unión entre las zonas de origen y de sumidero en ramas separadas de un tubo generalmente con forma de U que ayuda a proporcionar aislamiento térmico entre las zonas de origen y de sumidero. Este aislamiento térmico ayuda a asegurar y controlar el diferencial de temperatura entre las zonas de origen y de semilla, y por lo tanto ayuda con el control del crecimiento de cristal.

10 Comparada con los sistemas tales como el descrito en el documento WO 99/10571, la presente invención proporciona un sistema más simple porque no hay necesidad de medios de calentamiento independientes para calentar independientemente las zonas de origen y de sumidero, y no hay necesidad de que todo el aparato, incluidos los elementos de calentamiento, sea proporcionado en un vacío. Esta es una ventaja particular ya que la aportación de los elementos de calentamiento dentro de un vacío aumenta en gran medida el tiempo necesario para elevar la temperatura de las zonas de origen y de sumidero, y también limita los tipos de calentador que se pueden utilizar. Sin embargo, se prefiere que al menos las zonas de origen y de sumidero y la unión del tubo generalmente con forma de U se proporcionen dentro de una camisa de vacío para aislar las partes del sistema en las que crece el cristal.

20 Según un segundo aspecto de la presente invención, se proporciona un método para formar un material de cristal en bruto sobre un cristal semilla utilizando un aparato según el primer aspecto de la presente invención. En este caso, el método incluye las etapas de proporcionar un material de origen en una primera rama del tubo generalmente con forma de U, proporcionar un cristal semilla en la segunda rama del tubo generalmente con forma de U y proporcionar el tubo generalmente con forma de U dentro de la zona calentada para proporcionar un gradiente de temperatura entre el material de origen y el cristal semilla para provocar la deposición del material de cristal en bruto sobre el cristal semilla. Se apreciará que con la selección de un tubo generalmente con forma de U con ramas de longitud deseada, o con el ajuste de la posición del tubo generalmente con forma de U dentro de la zona calentada, se puede controlar el gradiente de temperatura entre el origen y el sumidero, y de ese modo se puede controlar el crecimiento del material de cristal sobre el cristal semilla.

Más adelante se establecen características opcionales adicionales de los aspectos primero y segundo de la invención.

30 En la zona de transporte entre las zonas de origen y de sumidero, por ejemplo en la unión, se puede proporcionar un restrictor de flujo. El restrictor de flujo puede reducir la sensibilidad de la tasa de transporte másico al diferencial de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero. Restrictores de flujo adecuados incluyen un capilar o un disco de cuarzo sinterizado.

Ventajosamente, la zona de sumidero está conectada a una bomba de vacío o medios similares para extraer el exceso de material de origen e impurezas volátiles de la zona de sumidero.

35 El cristal semilla en la zona de sumidero está ubicado dentro de la segunda rama del tubo generalmente con forma de U preferiblemente con un anillo alrededor del exterior del cristal semilla que separa este de la pared lateral del tubo con forma de U. Como el crecimiento del material de cristal es un crecimiento enfocado, el material se deposita solo en el cristal semilla. El material no se pulveriza ni rocía sobre la rama circundante como sería el caso de las técnicas de deposición tales como técnicas de pulverización catódica. Esto permite que el exceso de material de origen sea retirado de la zona de sumidero, y también impide la formación del cristal en la pared lateral del tubo.

40 El cristal semilla se proporciona en un soporte que preferiblemente puede moverse longitudinalmente a lo largo de la rama del tubo con forma de U. Esto se puede lograr proporcionando el soporte sobre un miembro alargado que se extiende a través de la segunda rama y que se puede mover longitudinalmente dentro de la rama. Al ajustar la posición del cristal semilla dentro de la rama, se puede lograr el ajuste del diferencial de temperatura entre el origen y el cristal semilla. Esta es una ventaja particular cuando se está formando un cristal grueso. El material de cristal se depositará inicialmente en la superficie superior del cristal semilla. A medida que se deposita material, se depositará más material sobre el material ya depositado. A medida que se deposita más material, la altura relativa de la cima del material de cristal en la que se deposita material nuevo comparada con el origen disminuirá debido al creciente grosor del material depositado, y por lo tanto disminuirá el diferencial de temperatura entre el material de origen y la cima del material de cristal donde crece nuevo material. Esto afectará al crecimiento del material de cristal. Mediante el ajuste de la posición del cristal semilla durante el crecimiento, la cima del cristal sobre el que se deposita el nuevo material se puede mantener en la misma posición relativa, y por lo tanto con el mismo diferencial de temperatura, con respecto al origen.

55 Se prefiere que el cristal semilla sea rotatorio alrededor del eje de la rama en la que se proporciona. Al rotar el cristal semilla durante la deposición del material de cristal, se puede lograr un crecimiento de cristal más uniforme. La rotación del cristal semilla se puede lograr por la rotación de un miembro alargado que se extiende a través de la rama del tubo. El miembro alargado puede ser impulsado por un motor.

El horno multizona puede ser un horno de tres zonas.

Preferiblemente, el mismo horno multizona con el mismo perfil de temperatura resultante se utiliza para todo el crecimiento de cristal, el control de la temperatura relativa entre las zonas de origen y de sumidero se logra por la geometría y la colocación del tubo generalmente con forma de U dentro de la zona calentada creada por el horno, y por la colocación de las zonas de origen y de sumidero dentro de las ramas del tubo. Esto significa que el aparato se puede producir más barato que los sistemas que necesitan control por ordenador u otro del calentador o calentadores para proporcionar un perfil de temperatura predeterminado. Además, esto permite al calentador ser calentado con un solo perfil de temperatura, y entonces introducir tubos generalmente con forma de U, incluido el material de origen y los cristales semilla en la posición relativa necesaria, en la zona calentada ya, en lugar del calentamiento necesario de la diversas zonas en la posición. Un control adicional o alternativo del crecimiento de cristal es la selección del restrictor de flujo.

Se apreciará que se pueden proporcionar múltiples zonas de origen y de sumidero mediante la selección de tubos apropiados. Por ejemplo, cuando se necesitan dos orígenes separados para la formación de un solo cristal en una sola semilla, el tubo comprenderá una primera rama, que incluye el primer material de origen, conectada a la segunda rama, que incluye la semilla, a través de una primera unión, y una rama adicional, que incluye el segundo material de origen, conectada a la segunda rama a través de una segunda unión. En este caso, la longitud relativa de las ramas primera y tercera se puede seleccionar de tal manera que los orígenes primero y segundo estén colocados dentro del perfil de temperatura de la zona calentada formada por el calentador con respecto a la otra y a la semilla para proporcionar el diferencial de temperatura necesario. En este caso, los orígenes primero y segundo se pueden proporcionar en la misma o en diferente posición longitudinal dentro de la zona calentada según se necesite. Se apreciará que se pueden proporcionar ramas adicionales que incluyan zonas de origen con materiales de origen adicionales según se necesite.

Cuando se proporcionan múltiples uniones asociadas con ramas adicionales, cualquiera o todas pueden estar provistas de restrictores de flujo.

Cuando se proporcionan múltiples orígenes, la composición del material de cristal depositado se puede cambiar durante el crecimiento. Este control se puede lograr mediante el control de los restrictores de flujo, o mediante el gradiente de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero. En un ejemplo, el material de cristal es depositado inicialmente a una tasa de deposición baja, siendo controlada la deposición para aumentar la tasa de deposición.

Como alternativa o adicionalmente, se pueden proporcionar zonas de sumidero adicionales en las ramas adicionales del tubo, cada una conectada a la una o más ramas que incluyen el material de origen mediante uniones adecuadas. La inclusión de múltiples zonas de sumidero permite el crecimiento simultáneo de múltiples cristales.

Se prefiere que el tubo que incluye la, o cada, zona de sumidero y la, o cada, zona de origen se proporcione dentro de una cámara dentro de la zona calentada. La cámara preferiblemente está al vacío. Esto ayuda a asegurar que no haya contaminación de los materiales de origen del cristal que crece. En este caso, el calentador se proporciona preferiblemente fuera de la cámara.

El sistema de la presente invención se puede utilizar para hacer crecer materiales de cristal en bruto o películas delgadas, por ejemplo películas con un grosor de alrededor de 20 nm.

Utilizando el aparato de la presente invención se pueden depositar muchos materiales de cristal en bruto diferentes. Estos incluyen materiales del grupo II-VI, tales como telururo de cadmio (CdTe), telururo de cadmio-cinc (CZT) y telururo de cadmio-manganeso (CdMnTe).

El cristal semilla puede ser un cristal del mismo material o similar que el depositado en el cristal semilla. En este caso, el material de cristal depositado tendrá similares estructuras térmica y de cristal que el cristal semilla, y por lo tanto podrá crecer con mínimas discontinuidades.

Para algunas aplicaciones, tales como aplicaciones de detector, puede ser necesario que un material de cristal en bruto, por ejemplo de telururo de cadmio o telururo de cadmio-cinc, tenga un área grande. Sin embargo, puede no haber disponibles cristales semilla de telururo de cadmio o telururo de cadmio-cinc con un tamaño suficientemente grande, o pueden estar disponibles solo a alto coste. En tal caso, sería deseable formar el material de cristal en un cristal semilla de material diferente, por ejemplo en un cristal semilla de silicio o arseniuro de galio, que están disponibles más fácilmente y más baratos.

Esto se puede lograr mediante el uso de un cristal semilla que comprenda un cristal de un material diferente al material que se va a depositar, el cristal semilla está provisto de una región o capa intermedia sobre la que se deposita material de cristal en bruto utilizando el aparato de la presente invención. La deposición de un material de cristal en bruto en un cristal semilla diferente también puede ser beneficiosa por motivos funcionales.

En un ejemplo, el cristal semilla incluye una capa intermedia proporcionada y formada directamente sobre el cristal semilla, y una región de transición que proporciona una transición desde el material de la capa intermedia al material de cristal en bruto que se está formando en el cristal semilla. La capa intermedia es generalmente una que tiene una estructura entrecruzada que es compatible con el cristal semilla, y podría ser igual o diferente material que el material del cristal en bruto que se va a ser depositado por el aparato de la presente invención. La región de transición puede incluir una región que proporciona un cambio gradual desde el material de la capa intermedia al material del cristal en bruto donde estos son diferentes o que proporciona un cambio gradual en la estructura entrecruzada.

En un ejemplo preferido, la región de transición y el cristal en bruto se pueden depositar utilizando la misma técnica de crecimiento, pero con una variación inicial en los parámetros de crecimiento durante el ciclo de crecimiento para cambiar gradualmente la composición y la tasa de crecimiento del material depositado en el sustrato. Durante la transición inicial se forma la región de transición. Después de completarse el cambio al material del cristal en bruto que se va a depositar, la tasa de crecimiento se puede acelerar para depositar rápidamente el material de cristal en bruto. Esto se puede lograr moviendo el miembro generalmente con forma de U a una posición diferente en la zona calentada, cambiando de ese modo el gradiente de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero.

La capa intermedia se puede formar utilizando técnicas estándar de deposición de película delgada, tales como epitaxia de haces moleculares, deposición química de vapor, pulverización catódica, deposición química de vapor organometálico (MOCVD), epitaxia de fase vapor organometálico y epitaxia de fase líquida. Pese a que todos estos métodos son relativamente lentos, dado que la capa intermedia es muy delgada, la tasa de crecimiento de la capa no tiene una importancia significativa en el proceso de fabricación en conjunto.

Como alternativa, en el sustrato de cristal semilla se puede proporcionar una o más capas intermedias discretas, formándose el material de cristal en bruto sobre la capa intermedia superior. En este caso, al menos una de las capas intermedias debería comprender una capa del mismo material que el material de cristal en bruto. La, o cada, capa intermedia se puede formar utilizando técnicas estándar de deposición de película delgada, tales como epitaxia de haces moleculares, deposición química de vapor, pulverización catódica, deposición química de vapor organometálico (MOCVD), epitaxia de fase vapor organometálico y epitaxia de fase líquida. Pese a que todos estos métodos son relativamente lentos, dado que la capa intermedia es muy delgada, la tasa de crecimiento de la capa no tiene una importancia significativa en el proceso de fabricación en conjunto.

La aportación de una o más capas intermedias entre un sustrato subyacente y un material de cristal en bruto superpuesto puede proporcionar un dispositivo que tiene propiedades particularmente ventajosas. Por ejemplo, el sustrato y el material de cristal en bruto diferentes pueden proporcionar diferentes funciones - por ejemplo pueden absorber fotones de diferentes energías.

La aportación de una o más capas intermedias entre los materiales diferentes de sustrato y de cristal en bruto puede ayudar con la transferencia de electrones entre los dos materiales o ayudar con la transferencia de calor.

Además del sustrato, la capa intermedia, la región de transición y el material de cristal en bruto, se pueden depositar capas adicionales. Por ejemplo, para el contacto eléctrico se puede formar una capa metálica tal como una capa de indio, platino, oro o aluminio. Como alternativa o adicionalmente, se puede proporcionar una capa dieléctrica. Esto es especialmente útil cuando la estructura se va a utilizar como un detector de radiación ya que la capa dieléctrica puede actuar como filtro para bloquear la luz visible y de infrarrojos cercanos.

En un ejemplo, uno de los materiales semiconductores diferentes se puede utilizar para un detector o circuito electrónico, y el otro de los materiales semiconductores se puede utilizar como disipador térmico. En este caso, la presencia de la región de interfaz entre los dos materiales diferentes ayuda a asegurar una transferencia de calor eficaz entre los dos materiales. En un ejemplo adicional, uno de los materiales semiconductores diferentes puede ser un material adecuado para la detección de fotones, por ejemplo fotones de rayos X o de rayos gamma. El otro material semiconductor puede incluir un circuito electrónico, por ejemplo en forma de un ASIC, que puede procesar las señales eléctricas generadas por la absorción de fotones en el otro material semiconductor. En este caso, la región de interfaz actúa para asegurar la transferencia eficiente de las señales eléctricas desde el material detector al material de circuito. Esto evita los problemas asociados con la formación de conexiones eléctricas entre un detector y un procesador, por ejemplo resultantes del fallo de una conexión de punto de soldadura de alambre, y que también permite una mayor resolución para una detección más precisa. Una posibilidad adicional con la estructura de la presente invención es proporcionar dos materiales semiconductores que pueden detectar fotones de diferente energía, por ejemplo en el que el primer material semiconductor de cristal en bruto es silicio capaz de detectar fotones de baja energía y el segundo material semiconductor de cristal en bruto es telururo de cadmio capaz de detectar fotones de alta energía.

Más generalmente, el cristal semilla puede incluir al menos parte de un circuito electrónico, que se puede proporcionar en el cristal semilla antes o después de que el material de cristal en bruto se deposite en el cristal semilla.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 muestra una vista en sección transversal de un aparato según la presente invención que incluye una sola zona de origen y una sola zona de sumidero;

5 La Figura 2 muestra una vista en sección transversal de un ejemplo alternativo de un aparato según la presente invención que incluye dos zonas de origen y una sola zona de sumidero;

La Figura 3 muestra una gráfica de gradiente de temperatura adecuado; y

La Figura 4 muestra una vista ampliada en sección del soporte de semilla.

Descripción detallada de ejemplos preferidos de la presente invención

10 Como se muestra en las Figuras 1 y 2, el aparato de la presente invención incluye un horno multizona 2. En el ejemplo mostrado, el horno es en forma de un calentador anular proporcionado para calentar una región calentada central. Se apreciará que el calentador no tiene que ser un calentador anular, sino que podría ser, por ejemplo, un calentador plano dispuesto para calentar la región calentada desde un lado, o podría comprender varios elementos de calentamiento dispuestos alrededor de la región calentada. También se pueden utilizar calentadores ópticos.

15 Como se muestra en la gráfica de temperatura de la Figura 3, el calentador multizona, que puede incluir tres zonas principales, calienta la región calentada para proporcionar un perfil de temperatura predeterminado. En el ejemplo mostrado, la temperatura máxima es hacia la cima de la región de calentador, con una temperatura descendente encima y debajo de esta región de temperatura máxima. El perfil de temperatura es de tal manera que la temperatura disminuye desde la temperatura máxima a una mayor tasa encima de la región de temperatura máxima que debajo de la región de temperatura máxima. En el ejemplo mostrado en la Figura 3, el perfil de temperatura es de tal manera que el sumidero puede estar a una temperatura de alrededor de 490 °C, la fuente a una temperatura de alrededor de 710 °C y la unión a una temperatura de alrededor de 725 °C. Sin embargo, se apreciará que se pueden seleccionar otras temperaturas según sea apropiado.

25 En el ejemplo mostrado en la Figura 1, se proporciona un solo tubo generalmente con forma de U 6 que tiene una primera rama 8, una segunda rama 12 y una unión 10 que conecta las ramas primera y segunda 8, 12. Aunque el tubo generalmente con forma de U 6 se muestra con las ramas primera y segunda 8, 12 paralelas entre sí y la unión 10 perpendicular a cada una de las ramas primera y segunda 8, 12, se apreciará que es posible alguna divergencia respecto esta disposición preferida, y que las conexiones entre la primera rama 8, la unión 10 y la segunda rama 12 no tienen por qué ser agudas sino que pueden ser redondeadas. El ángulo de divergencia debe ser al menos 90°.

30 El extremo de la primera rama 8 define la zona de origen, y está provista de un material de origen 16. Este es generalmente un material sólido que va a ser vaporizado para ser transportado a través del tubo 6 para que crezca el cristal. En la segunda rama 12 del tubo 6 se proporciona un cristal semilla 18. El cristal semilla 18 está montado en un soporte 22 proporcionado dentro del tubo 6, y está colocado con un anillo que rodea el cristal semilla 18, separando el cristal semilla 18 de la pared interior del tubo 6. El anillo define un segundo restrictor de flujo. El soporte 22 puede ser, por ejemplo, un bloque de cuarzo con un grosor de alrededor entre 1 y 100 mm.

35 En un ejemplo preferido, como se muestra en la vista en sección ampliada de la Figura 4, el soporte 22 se proporciona sobre un vástago alargado 50 que es impulsado por un motor para rotar alrededor de su eje longitudinal y que puede moverse longitudinalmente para mover el soporte 22 dentro de la rama 12. Al hacer rotar el vástago, y por lo tanto hacer rotar el soporte 22 y la semilla 18 durante la formación del cristal, se puede lograr un crecimiento de cristal más uniforme. Con el movimiento longitudinal del vástago alargado, se puede ajustar la posición de la superficie superior del cristal en la que crece material de cristal adicional, y por lo tanto se puede ajustar la posición en el perfil de temperatura. Esto es de particular ventaja cuando se está formando un cristal grueso, ya que la altura del soporte 22 se puede bajar gradualmente a medida que se forma el cristal para asegurar que la superficie superior del cristal permanece en la misma posición en el perfil de temperatura. Por lo tanto, sigue habiendo un gradiente de temperatura constante entre el origen y el sumidero durante toda la formación del cristal. Este no sería el caso si la altura del soporte no se variara de esta manera, ya que si no se varía la altura, la altura de la parte superior del cristal aumentará durante todo el proceso de deposición, y por lo tanto la temperatura de la parte superior del cristal, donde se deposita el material, se moverá progresivamente a través del gradiente de temperatura.

40 El extremo libre de la segunda rama 12 del tubo 6, que incluye el cristal semilla 18, está conectado a una bomba de vacío 20 que está dispuesta para extraer el exceso de vapor de la zona de sumidero alrededor del cristal semilla 18. Como alternativa o adicionalmente, el extremo libre de la segunda rama 12 se puede conectar a un calentador para un calentamiento adicional.

El tubo 6 está formado de un material que puede soportar las temperaturas generadas por el horno 2, y que generalmente es inerte de tal manera que no contamina el cristal en crecimiento. Ejemplos de materiales adecuados para el tubo 6 incluyen cuarzo, nitruro de boro, óxidos refractarios y grafito.

El paso a través del tubo puede ser de diámetro constante o puede tener una sección transversal variable según se necesite. El tubo puede ser por lo tanto cilíndrico, cónico o tener alguna otra forma en sección transversal.

En la unión 10 se proporciona un restrictor de flujo 14. El restrictor de flujo 14, que puede adoptar la forma de un tubo de transporte capilar, un disco con un agujero pequeño, o un disco de cuarzo sinterizado, actúa para controlar el flujo de vapor desde el origen 16 al cristal semilla 18.

En este ejemplo, el tubo 6, incluido el origen 16 y la semilla 18, están encerrados en una camisa de vacío 4. La camisa de vacío proporciona un ambiente limpio dentro del que crece el cristal para ayudar a evitar la contaminación. Sin embargo, la camisa de vacío no es esencial. Como alternativa, se podría proporcionar una camisa de vacío para cubrir el aparato entero, incluido el horno. Sin embargo, esto no es preferible, ya que ocasionará retrasos en el funcionamiento del sistema al que la camisa pone al vacío y mientras tanto las temperaturas de las zonas de origen y de sumidero son elevadas al nivel necesario. Además, cuando el calentador se proporciona dentro de la camisa de vacío, existe el riesgo de contaminación del cristal por el calentador, y también el calentador debe ser un calentador específico capaz de funcionar dentro del vacío.

En la disposición mostrada en la Figura 1, el material de origen 16 puede ser un origen de telururo de cadmio y telururo de cinc que forma un cristal de telururo de cadmio sobre un cristal semilla de telururo de cadmio. Sin embargo, en cristales semilla adecuados se pueden hacer crecer muchos otros cristales. Ejemplos de cristales incluyen telururo de cadmio-cinc (CZT) y telururo de cadmio-manganeso.

Aunque el material de origen 16 se describe como sólido, el material de origen se puede suministrar como vapor o como líquido, por ejemplo indio que es susceptible de evaporarse.

Se apreciará que la temperatura de la zona de origen, de la unión 10 y de la zona de sumidero, en la que está ubicado el cristal semilla 18, dependerá de la posición del tubo 6 dentro del perfil de temperatura de la región calentada y de la posición relativa del origen, el sumidero y la unión 10. Al seleccionar un tubo 6 con posiciones relativas apropiadas para las zonas de origen y de sumidero entre sí y con respecto a la unión 10, por ejemplo con ramas primera y segunda 8, 12 de longitud adecuada, o al controlar la posición del soporte 22 dentro de la segunda rama 12, se puede lograr la temperatura relativa deseada del origen, el sumidero y la unión 10. Por lo tanto, se pueden proporcionar diversos tubos 6 con ramas primera y segunda 8, 12 de diferente longitud y un tubo adecuado 6 seleccionado para el crecimiento de un cristal particular.

En uso, el horno 2 puede ser activado para calentar la zona calentada para producir el perfil de temperatura fijo requerido, y entonces el tubo requerido 6 con el material de origen 16 y el cristal semilla 18 provistos dentro de la camisa de vacío 4 se pueden introducir en la zona calentada. Dado que la zona ya está a la temperatura requerida, se puede llegar rápidamente a las temperaturas relativas de las zonas de origen y de sumidero, y que crezca el cristal. Como alternativa, el conjunto se puede proporcionar dentro de la camisa de vacío dentro del horno que luego se sube a la temperatura requerida. Cuando se forma el cristal, el aparato puede ser enfriado mientras la camisa de vacío, que incluye el conjunto, permanece dentro del horno, o puede ser enfriado más rápidamente retirándola del horno.

En el ejemplo mostrado en la Figura 2, el tubo 6 de la Figura 1 está sustituido por un tubo 6' que incluye una sola rama 12 que incluye el cristal semilla 18, pero incluye otras dos ramas, 8, 8', cada una conectada a la rama 12 por una respectiva unión 10, 10'. Cada una de las otras dos ramas 8, 8' incluye un material de origen 16, 16' o podría suministrarse con material de origen en forma líquida o vapor. Cada una de las uniones 10, 10' incluye un restrictor de flujo 14 como se describe con respecto a la Figura 1. En uso, el material de origen 16, 16' de cada una de las ramas 8, 8' fluirán a lo largo de las respectivas uniones 10, 10', a través de los restrictores de flujo 14 y a lo largo de la rama 12 para formar el cristal sobre la semilla 18.

Se apreciará que ambos materiales de origen 16, 16' pueden ser iguales o diferentes. En muchos casos, será necesario un diferencial de temperatura diferente entre la semilla 18 y cada uno de los materiales de origen 16, 16'. Como se muestra en la Figura 2, esto se puede lograr por la formación de las ramas 8, 8' con diferentes longitudes, de modo que estarán en diferentes ubicaciones, y por lo tanto a diferentes temperaturas dentro de la zona calentada.

En el ejemplo mostrado en la Figura 2, no hay camisa de vacío proporcionada alrededor del tubo 6. En todas las realizaciones de la invención, se puede proporcionar u omitir una camisa de vacío.

Aunque la Figura 2 muestra solo dos ramas 8, 8' que incluyen el material de origen 16, 16', se pueden proporcionar ramas adicionales que incluyen material de origen, en cada caso unidas por una unión que puede incluir opcionalmente un restrictor de flujo en la rama 12 que incluye el cristal semilla 18. En este caso, la longitud de cada una de las ramas se puede seleccionar para colocar el material de origen en la ubicación correcta dentro de la zona calentada y por lo tanto a la temperatura deseada.

Además, aunque ambos ejemplos muestran solo una rama 12 que incluye un cristal semilla 18 sobre el que crece el material de cristal, se apreciará que se puede proporcionar una pluralidad de ramas, cada una con un cristal semilla, para el crecimiento simultáneo de una pluralidad de cristales. En este caso, cada una de las ramas que incluye material de origen está conectada por una unión a cada una de las ramas que incluye cristales semilla.

- 5 El crecimiento del cristal se puede ver desde la parte superior del aparato, viendo a través de la unión y bajando por la rama en la que crece el cristal. Este camino óptico a la semilla también puede permitir el calentamiento óptico, así como la medición y obtención de imágenes de la temperatura, tasa de crecimiento y superficie del cristal.

En un ejemplo, el cristal semilla 22 se forma a partir de un material diferente al material de cristal en bruto que se va a formar en el cristal semilla 22. Por ejemplo, el cristal semilla puede ser un cristal de silicio o arseniuro de galio, y el material de cristal en bruto depositado en el cristal semilla puede ser telururo de cadmio, telururo de cadmio-cinc o telururo de cadmio-manganeso.

En este caso, el cristal semilla 22 está provisto de una o más capas intermedias en su superficie superior. La, o cada, capa intermedia se puede formar como películas delgadas utilizando técnicas conocidas de deposición de película delgada, tales como epitaxia de haces moleculares, deposición química de vapor, pulverización catódica, deposición química de vapor organometálico (MOCVD), epitaxia de fase vapor organometálico y epitaxia de fase líquida. El cristal semilla que incluye las capas intermedias puede proporcionarse entonces en la segunda rama del tubo generalmente con forma de U, y el material de cristal en bruto se puede depositar en este como se ha descrito arriba. En este caso, la capa o capas intermedias actúan para evitar una discrepancia de entrecruzado entre el cristal semilla subyacente y el material de cristal en bruto que es depositado.

20 Como alternativa, la capa o capas intermedias se pueden depositar sobre el cristal semilla utilizando el aparato de la presente invención. En este caso, el cristal semilla se proporciona en la segunda rama del miembro tubular generalmente con forma de U, y el material de origen para formar la capa intermedia se proporciona en la primera rama. El miembro tubular generalmente con forma de U se coloca dentro de la zona calentada para proporcionar un diferencial de temperatura adecuado para hacer crecer una película delgada con una tasa de crecimiento entre 1 y 10 micrómetros/hora. Esta es mucho menor que la tasa de crecimiento para el subsiguiente crecimiento del material de cristal en bruto. El aparato es mantenido en posición hasta que ha crecido la película delgada requerida, y entonces se cambian las condiciones para depositar el material de cristal en bruto. El cambio en las condiciones se puede lograr cambiando la posición del tubo generalmente con forma de U dentro de la zona calentada, cambiando de ese modo el gradiente de temperatura entre las zonas de origen y de sumidero, y cambiando de ese modo la tasa de crecimiento, y/o cambiando los materiales de origen que se utilizan para depositar el cristal en bruto sobre el sustrato semilla. El cambio en las condiciones puede ser un cambio gradual, que tiene como resultado la formación de una región de transición entre la capa intermedia y la capa de cristal en bruto, o un cambio rápido en las condiciones que crea una transición rápida entre la capa o capas intermedias y el material de cristal en bruto. En un ejemplo, el cristal semilla es un cristal de arseniuro de galio, y el material de cristal en bruto es telururo de cadmio. En este ejemplo, el telururo de cadmio crece como una capa intermedia o región de transición. Esta región crece lentamente, por ejemplo con poca diferencia de temperatura entre el origen y la semilla. La región puede estar sumamente estresada. Entonces se aumenta el diferencial de temperatura, que tiene como resultado una mayor tasa de crecimiento, para depositar el material de cristal en bruto.

Hay varios factores que determinan si un material particular puede ser depositado adecuadamente en una capa existente, o si surgirán problemas por la discrepancia entre las regiones o capas adyacentes. Se puede producir discrepancia donde haya una discrepancia entre parámetros tales como los parámetros de entrecruzado, el coeficiente de expansión térmica y/o los coeficientes de elasticidad. Idealmente, los parámetros para el material de las regiones o capas adyacentes deben ser tan cercanos como sea posible para minimizar las discrepancias. Una capa puede ser substancialmente del mismo material que una capa adyacente o material semiconductor en bruto con dopaje y/o impurezas fortuitas. Donde hay una gran diferencia en los parámetros de entrecruzado para capas o regiones adyacentes, por ejemplo donde la diferencia entre los parámetros de entrecruzado es superior al 3 %, se pueden producir distorsiones reticulares inadaptadas a medida que se deposita la capa subsiguiente. Sin embargo, estas distorsiones reticulares inadaptadas crecerán en la mayoría de los casos fuera sobre las primeras pocas capas atómicas - típicamente en menos de 10 micrómetros - de modo que el resto del material estará totalmente relajado. Sin embargo, esta relajación solo aparece a la temperatura de crecimiento. Donde hay una diferencia entre los coeficientes de expansión térmica de las capas adyacentes, a temperaturas distintas a la temperatura de crecimiento, habrá deformación térmica. Tal deformación se puede transmitir a otras capas o regiones en la estructura, por ejemplo al sustrato o material de cristal. Donde el material de cristal es suficientemente grueso, la deformación generalmente estará ubicada en el sustrato. Por ejemplo, se ha encontrado que cuando se forma una capa de CdTe, con un grosor de aproximadamente 250 micrómetros, en un sustrato de arseniuro de galio de 350 micrómetros a 500 °C, substancialmente no habrá deformación en la capa de CdTe cuando el dispositivo se mantenga a una temperatura de alrededor de 700 °C durante a la subsiguiente formación de cristal.

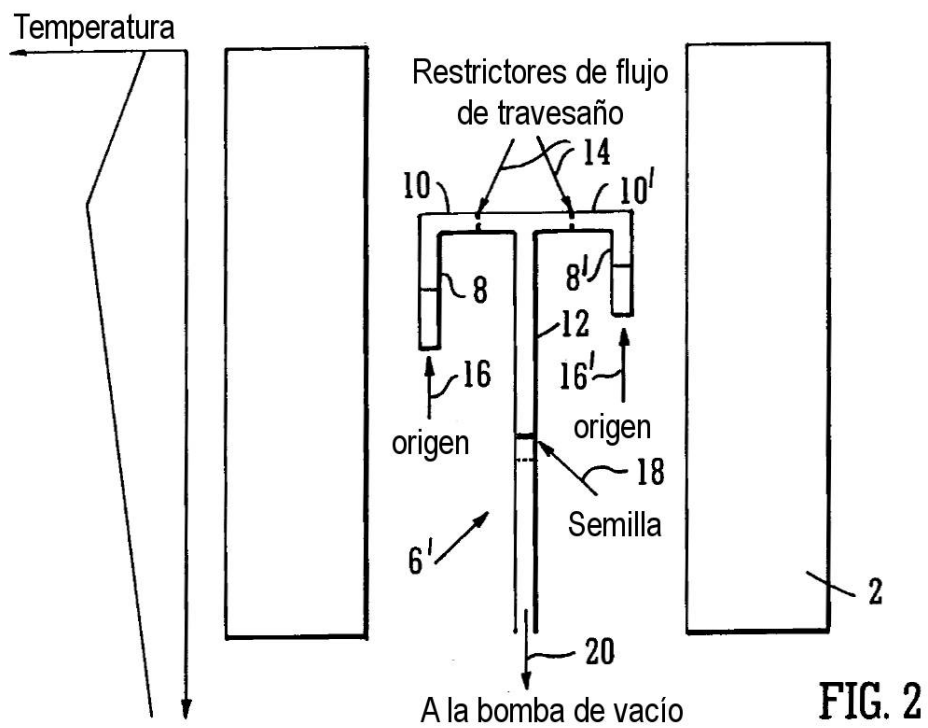
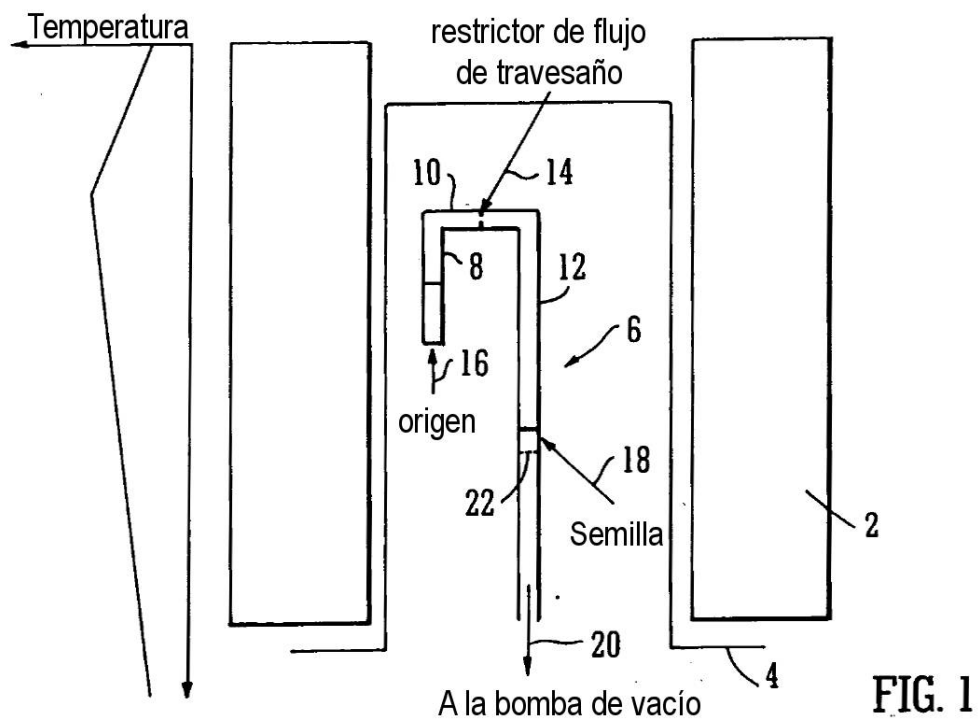
Cuando el material se va a utilizar para la detección de radiación, el grosor necesario del material dependerá de la energía a absorber. Para telururo de cadmio, telururo de cadmio-cinc y telururo de cadmio-manganeso, el grosor del material necesario para la absorción de radiación de diversas energías se establece de la siguiente manera:

Energía fotónica	Grosor necesario para un 50 % de absorción
30 keV	0,007 cm
100 keV	0,07 cm
200 keV	0,35 cm
500 keV	1,2 cm
750 keV	1,7 cm
1-10 MeV	2,3 - 3,5 cm

REIVINDICACIONES

1. Un aparato para crecimiento de cristales desde fase vapor, el aparato comprende:
un solo calentador multizona dispuesto para calentar una zona calentada para ofrecer un perfil de temperatura predeterminado a lo largo de la longitud de la zona calentada;
- 5 un tubo generalmente con forma de U dispuesto para ser proporcionado dentro de la zona calentada, el tubo generalmente con forma de U tiene una primera rama, una segunda rama y una unión que conecta las ramas primera y segunda, en donde la primera rama tiene una primera longitud y la segunda rama tiene una segunda longitud diferente de la primera longitud, y en donde la primera rama tiene una región de origen dispuesta para contener un material de origen; y,
- 10 un soporte para soportar una semilla en la segunda rama de tal manera que el soporte y la región de origen estén espaciadas longitudinalmente dentro de la zona calentada para proporcionar un diferencial de temperatura predeterminado entre la región de origen y el soporte.
2. Un aparato según la reivindicación 1, en el que se proporciona al menos una rama de origen adicional y se acopla a la segunda rama mediante una unión asociada, la al menos una rama de origen adicional incluye una
15 región de origen dispuesta para incluir un material de origen.
3. Un aparato según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que se proporciona al menos una rama de sumidero adicional y se acopla a la primera rama y a la, o cada, rama de origen adicional mediante una unión asociada, la al menos una rama de sumidero adicional está dispuesta para soportar una semilla.
4. Un aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la, o al menos una, unión incluye
20 un restrictor de flujo.
5. Un aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que incluye una bomba de vacío o medios similares para extraer el exceso de material de origen de la zona de sumidero.
6. El aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el soporte se dispone para soportar el cristal semilla en la rama de sumidero segunda o adicional del tubo con un anillo alrededor del exterior
25 del cristal semilla que separa este de la pared lateral del tubo.
7. El aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el soporte está montado rotatoriamente en la segunda rama, de tal manera que el soporte puede rotar durante la deposición del material de cristal.
8. El aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el soporte puede ser movido
30 longitudinalmente dentro de la segunda rama durante la deposición del material de cristal.
9. El aparato según la reivindicación 7 o la reivindicación 8, en el que el soporte está montado en un vástago alargado, de tal manera que el movimiento del vástago provoca la rotación y/o la traslación del soporte.
10. El aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el tubo se proporciona dentro de una cámara dentro de la zona calentada.
- 35 11. El aparato según la reivindicación 10, en el que la cámara está al vacío.
12. Un sistema para hacer crecer cristales que comprende un aparato según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, y una pluralidad de tubos diferentes que tiene ramas primera y segunda de diferentes longitudes.
13. Un método para crecimiento de cristal desde fase vapor utilizando el aparato de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en el que el calentador es activado para calentar la zona calentada a un perfil de
40 temperatura predeterminado, dentro de la primera rama y en cualquiera de las ramas de origen adicionales se proporciona un material de origen según se necesite, y dentro de la segunda rama y en cualquiera de las ramas de sumidero adicionales se proporciona un cristal semilla según se necesite, y en el que el tubo que incluye el material de origen y el cristal semilla se proporciona dentro de la zona calentada para provocar el crecimiento del cristal sobre el cristal semilla.
14. Un método según la reivindicación 13, en el que se hace crecer el cristal como material de cristal en bruto o como una película delgada.
- 45 15. Un método según la reivindicación 13 o la reivindicación 14, en el que el cristal semilla comprende un material diferente al material del cristal que crece sobre el cristal semilla.

16. Un método según la reivindicación 15, en el que sobre el cristal semilla se forma una capa intermediaria antes de que el material de cristal crezca sobre el cristal semilla.
17. Un método según la reivindicación 16, en el que la capa intermedia se forma utilizando técnicas de crecimiento de película delgada antes de que se proporcione el cristal semilla a la zona de sumidero.
- 5 18. Un método según la reivindicación 16, en el que la capa intermedia se forma utilizando el aparato de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11.
19. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18, en el que sobre el cristal semilla se forma una pluralidad de capas intermedias.
- 10 20. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 13 a 18, en el que entre la capa intermedia y el material de cristal que crece sobre el cristal semilla se forma una región de transición.
21. Un método según la reivindicación 20, en el que la región de transición se forma al cambiar gradualmente la posición del miembro tubular generalmente con forma de U dentro de la zona calentada para variar el gradiente de temperatura entre la zona de origen y la zona de sumidero para aumentar gradualmente la tasa de deposición del material de cristal para formar la zona de transición y la zona de crecimiento de cristal.
- 15 22. Un método según cualquiera de las reivindicaciones 15 a 21, en el que el cristal semilla incluye al menos parte de un circuito electrónico.
23. Un método según la reivindicación 22, en el que en el cristal semilla se forma al menos parte de un circuito electrónico antes de que el material de cristal crezca sobre el cristal semilla.
- 20 24. Un método según la reivindicación 22 o la reivindicación 23, en el que el material de cristal que crece sobre el cristal semilla es un cristal en bruto que actúa como un detector de radiación, y en el que la al menos parte de un circuito electrónico proporcionado en el cristal semilla incluye circuitos de procesamiento para procesar los electrones generados por el material de cristal voluminoso en respuesta a la absorción de fotones.



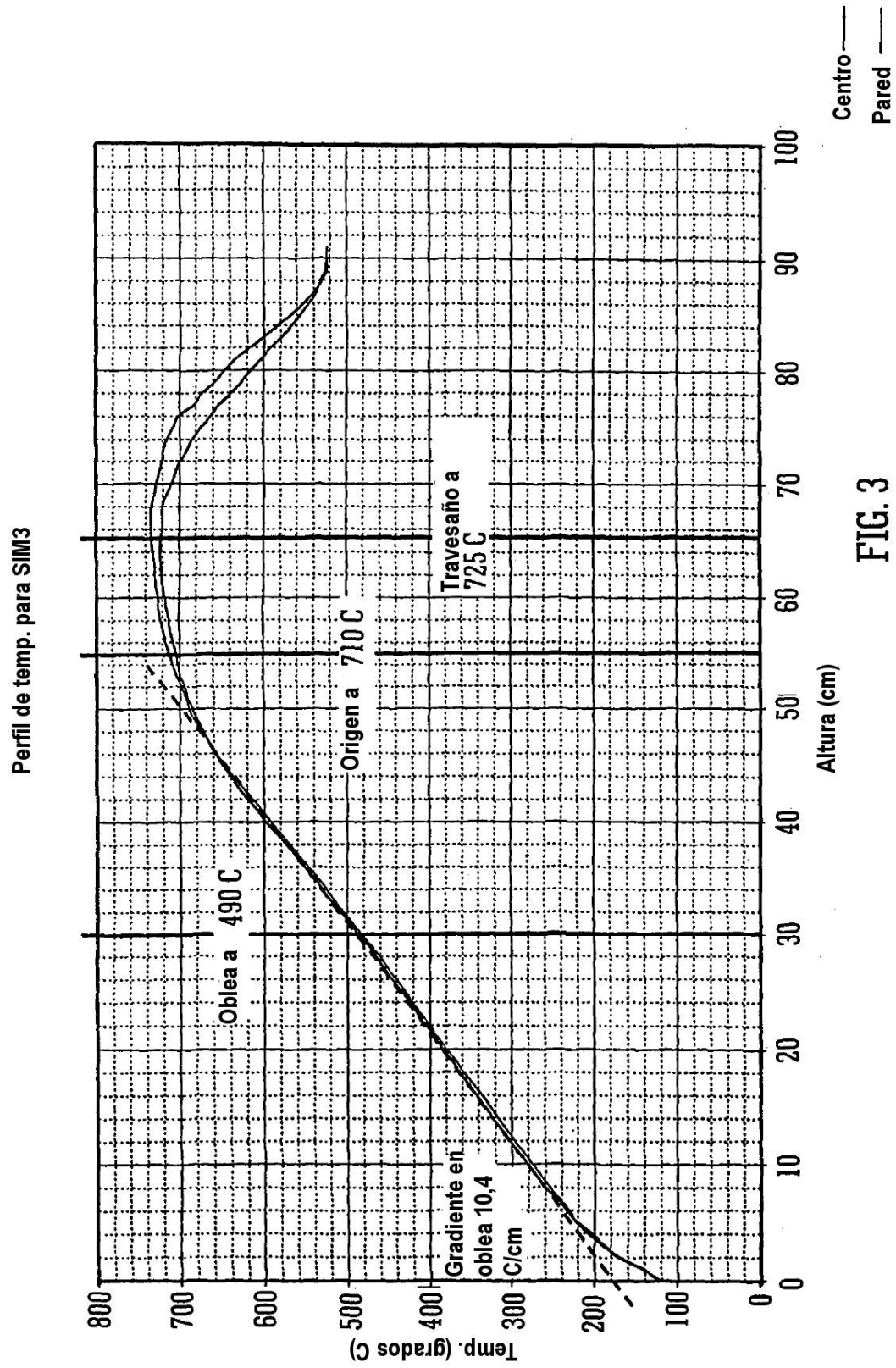


FIG. 3

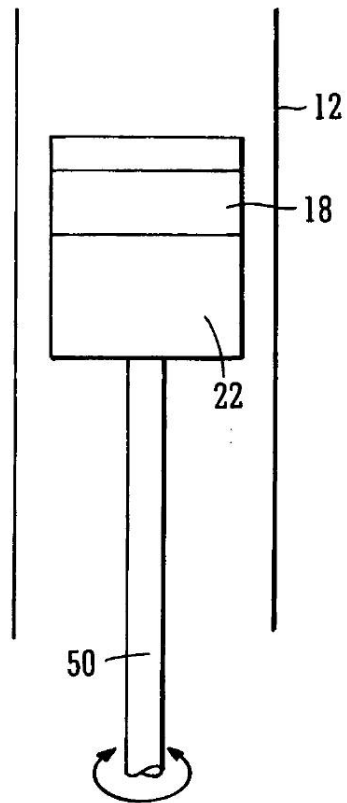


FIG. 4