



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0040745

(51)^{2006.01} B22F 3/23; B22F 3/10; B22F 3/24; B22F 3/16; C22C 1/04; C01G 11/02; C04B 35/547; C04B 35/645; C04B 35/65; B22F 3/00; C01B 19/00 (13) B

(21) 1-2018-04940

(22) 23/03/2017

(86) PCT/US2017/023802 23/03/2017

(87) WO2017/176463 12/10/2017

(30) 62/319,466 07/04/2016 US

(45) 26/08/2024 437

(43) 25/01/2019 370A

(73) FIRST SOLAR, INC. (US)

350 West Washington Street, 6th Floor, Tempe, AZ 85281, United States of America

(72) GOVINDARAJAN, Shrinivas (US); LATUSEK, Michael (US); WAGNER, Christopher (US); YAN, Feng (CN).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO THÀNH HỢP KIM KIM LOẠI, VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHỈNH ĐỘ RỘNG VÙNG CẮM CỦA THỎI HỢP KIM KIM LOẠI

(57) Sáng chế đề cập tới phương pháp tạo thành các sản phẩm hợp kim sử dụng quy trình đốt cháy loại SHS tự duy trì hoặc tự lan truyền với việc đánh lửa nguồn điểm, tốt hơn nếu là laze, trong bình được tạo áp suất. Các hợp kim nhị nguyên, tam nguyên và các hợp kim tứ nguyên có thể được tạo thành với việc điều khiển qua cấu trúc tinh thể và độ rộng vùng cắm. Sáng chế cũng đề cập tới các phương pháp điều chỉnh độ rộng vùng cắm và các hợp kim được tạo thành. Các sản phẩm hợp kim có thể được pha tạp. Tốt hơn nếu các sulfua, telurit hoặc selenit được tạo thành. Việc làm nguội trong quá trình phản ứng cũng được diễn ra. Sáng chế còn đề cập tới thỏi hợp kim kim loại.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến lĩnh vực vật liệu bán dẫn. Cụ thể, sáng chế đề cập tới phương pháp tạo thành hợp kim kim loại, phương pháp điều chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi hợp kim kim loại, và thỏi hợp kim kim loại.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong suốt quá trình lắp ráp các thiết bị quang điện, các lớp vật liệu bán dẫn được áp dụng vào để với một lớp có tác dụng như là lớp cửa sổ và lớp thứ hai có tác dụng như là lớp hấp thụ. Lớp cửa sổ cho phép bức xạ mặt trời xâm nhập tới lớp hấp thụ, trong đó năng lượng mặt trời được biến đổi thành năng lượng điện. Một số thiết bị quang điện sử dụng các màng mỏng trong suốt cũng là các bộ phận dẫn điện tích. Các màng mỏng dẫn này có thể bao gồm các lớp dẫn trong suốt chứa oxit dẫn trong suốt (transparent conductive oxide - TCO), như oxit thiếc được pha tạp flo, oxit kẽm được pha tạp nhôm, hoặc oxit thiếc indi. TCO có thể cho phép ánh sáng đi qua lớp cửa sổ bán dẫn tới vật liệu hấp thụ ánh sáng chủ động và cũng có tác dụng như là tiếp xúc omic để vận chuyển các bộ phận mang điện được sinh ra bởi ánh sáng ra khỏi lớp hấp thụ ánh sáng. Điện cực sau có thể được tạo thành trên bề mặt sau của lớp bán dẫn. Điện cực sau có thể chứa vật liệu dẫn điện, như bạc kim loại, niken, đồng, nhôm, titan, paladi, crôm, molipden hoặc các tổ hợp khả thi bất kỳ của chúng. Các phương pháp để tạo thành các lớp bán dẫn này bao gồm việc lắng đọng pha hơi và/hoặc bốc bay của các hợp kim kim loại từ các hạt của các sản phẩm hợp kim.

Các quy trình đã biết trong tình trạng kỹ thuật của sáng chế để tạo các hợp kim bao gồm các quy trình mọc Bridgman áp suất cao (High-pressure Bridgman - HPVB) và nóng chảy vùng thẳng đứng (vertical zone melting - HPVZM), cả hai trong số chúng được mô tả trong tài liệu Kolesnikov, *et al.*, Brookhaven National Laboratory Report BNL-69260

(2002), được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn. Ví dụ, bài báo mô tả việc sản xuất các dải tinh thể $\text{Cd}_{(1-x)}\text{Zn}_x\text{Te}$ ($x = 0,04 - 0,2$), CdSe và ZnSe với các kích cỡ lên tới $120 \times 120 \times 12$ mm.

Có nhiều thách thức trong việc tạo các hợp kim chất lượng cao, một cách hiệu quả để sử dụng trong các thiết bị quang điện. Với nhiều hợp chất, khó để tạo ra một cách an toàn và thống nhất sản phẩm đồng nhất với cấu trúc tinh thể, độ thống nhất về hạt và năng suất cao. Các vật liệu thô của hợp kim có thể có các nhiệt độ nóng chảy thay đổi rất khác nhau, chịu oxy hóa và có một số tính chất độc. Trong suốt quá trình sản xuất hợp kim, sản phẩm có thể bị mất do thăng hoa, mật độ và cấu trúc tinh thể của thỏi được tạo ra có thể khó được điều khiển, và các phản ứng tỏa nhiệt có thể tạo ra các rủi ro về an toàn và phá hủy cho thiết bị.

Do đó, cần phải có các phương pháp và thiết bị cải tiến để tạo ra các hợp kim chất lượng cao để sử dụng trong các tế bào quang điện màng mỏng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp tạo thành hợp kim kim loại. Phương pháp tạo thành hợp kim kim loại bao gồm các bước: phối trộn hỗn hợp của các hạt của chất kim loại thứ nhất được chọn từ Cd và Zn có kích cỡ hạt nhỏ hơn $100 \mu\text{m}$ và các hạt của ít nhất một chất thứ hai được chọn từ Se, Te, S, và Hg có kích cỡ hạt nhỏ hơn $100 \mu\text{m}$, tùy chọn bao gồm cả chất dập tắt; tạo áp suất cho hỗn hợp được phối trộn tới áp suất khoảng 100 đến 20.000 KPa trong lò phản ứng áp suất; và khởi tạo phản ứng tự lan truyền bằng cách dẫn nguồn năng lượng điểm tới phần được định xứ của hỗn hợp hạt bên trong lò phản ứng áp suất, và làm mát lò phản ứng áp suất trong suốt quá trình lan truyền của phản ứng tỏa nhiệt, để loại bỏ nhiệt sinh ra từ phản ứng, nhờ đó tạo thành thỏi được tạo hợp kim.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất thỏi hợp kim kim loại có thành phần nguyên tử là $\text{CdSexTe}(1-x)$, trong đó, x nằm trong khoảng giữa 0 và 1, và có cấu trúc tinh thể được điều chỉnh giữa lập phương và cấu trúc lục giác.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp điều chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi hợp kim kim loại. Phương pháp điều chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi hợp kim kim loại bao gồm các bước: nhận diện trị số độ rộng vùng cấm mong muốn trong khoảng giới hạn từ 1,1 đến 1,8 eV; điều chỉnh thô độ rộng vùng cấm bằng cách chọn trị số cho x , trong đó, trị số cho x nhỏ hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa 1,1 và 1,50, và trong đó, trị số cho x lớn hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa 1,40 và 1,8; phối trộn các bột catmi, telua, và selen theo hợp phần $\text{CdSexTe}(1-x)$ với kích cỡ các hạt từ 1 đến 100 μm để tạo thành hỗn hợp được phối trộn; gia nhiệt phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn trong buồng phản ứng được tạo áp suất để khởi tạo phản ứng tự lan truyền trong hỗn hợp, nhờ đó tạo thành thỏi; tinh chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi được tạo thành, trong đó, bước tinh chỉnh bao gồm việc ủ thỏi tại nhiệt độ làm ổn định được chọn; và trong đó, bước tinh chỉnh bao gồm việc chọn nhiệt độ ủ để điều chỉnh cấu trúc tinh thể, nhờ đó độ rộng vùng cấm có thể được làm giảm bởi khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 500 - 750°C, hoặc độ rộng vùng cấm có thể được tăng bởi khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 860-1100°C; nhờ đó tạo thành hợp kim với trị số độ rộng vùng cấm được chọn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Bằng hoặc đơn sáng chế có thể chứa ít nhất một hình vẽ được thể hiện theo màu và/hoặc một hoặc nhiều ảnh chụp. Các bản sao của công bố bằng hoặc đơn sáng chế này với hình vẽ (các hình vẽ) có màu sẽ được cung cấp bởi cơ quan sáng chế theo yêu cầu và theo việc trả phí phù hợp.

Các hình vẽ kèm theo, được kết hợp ở đây và tạo thành một phần của bản mô tả này, minh họa sáng chế này theo nhiều khía cạnh và cùng với phần mô tả có tác dụng nhằm giải thích các nguyên lý của sáng chế. Trong các hình vẽ, độ dày của các đường và các vùng có thể được phóng đại để tạo sự rõ ràng.

Fig.1 là biểu diễn sơ lược của phương án thực hiện của quy trình xử lý phản ứng được khơi mào điểm, như quy trình hệ thống được tạo áp suất được trợ giúp bởi laze (laser-assisted pressurized system - LAPS).

Fig.2 là biểu diễn sơ lược của phương án thực hiện của quy trình ủ.

Fig.3 thể hiện hình chiếu đứng của phương án thực hiện của lò phản ứng áp suất như còn được tiếp tục mô tả trong các ví dụ.

Fig.4 thể hiện hình chiếu cạnh của lò phản ứng áp suất.

Fig.5 thể hiện hình chiếu đứng của phương án thực hiện của lò phản ứng áp suất.

Fig.6A thể hiện thỏi $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ trong thuyền graphit. Fig.6B thể hiện thỏi được loại bỏ khỏi thuyền. Fig.6C thể hiện hình ảnh hiển vi của cấu trúc đa tinh thể trên phần bên trong của thỏi.

Fig.7 thể hiện biểu diễn của cấu trúc tinh thể của mảnh của thỏi $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ được tạo ra bởi LAPS.

Fig.8 thể hiện biểu diễn của cấu trúc tinh thể của mảnh của thỏi $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ được tạo ra bởi LAPS và được ủ để điều chỉnh cấu trúc tinh thể để tạo ra pha lập phương cao.

Fig.9 thể hiện đồ thị so sánh các tính chất điện độ rộng vùng cấm của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ LAPS có và không có việc ủ tại các tỉ lệ khác nhau của Se:Te.

Các hình vẽ Fig.10A và Fig.10B thể hiện các tính chất so sánh của $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ (đường xanh lục - đáy) với $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi (đường xanh lam - đỉnh); Fig.10A thể hiện việc phát sáng kích thích quang học phân giải thời gian (time-resolved photo-luminescence - TRPL).

Fig.11 thể hiện các tính chất so sánh của hợp kim LAPS-SHS được pha tạp và không được pha tạp với việc ủ; $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ (đường xanh lam - đáy) và $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi (đường đỏ - đỉnh).

Fig.12 thể hiện CdS được tạo ra bởi SHS trong lò tại áp suất môi trường.

Fig.13 thể hiện CdS được tạo ra bởi LAPS tại áp suất được tăng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế mô tả quy trình tổng hợp nhiệt độ cao, tự lan truyền với việc đánh lửa nguồn điểm trong bình áp suất được điều chỉnh nhiệt độ để tạo ra các hợp kim có độ tinh khiết cao, có hoặc không có các chất pha tạp, để sử dụng trong các thiết bị quang điện.

Trong bản mô tả và phần yêu cầu bảo hộ, dạng số ít bao gồm cả dạng số nhiều, trừ khi có quy định khác. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “hoặc” không có nghĩa nhằm giới hạn và dùng để chỉ ít nhất một thành phần trong số các thành phần tham khảo có mặt và bao gồm các trường hợp trong đó tổ hợp của các hợp phần tham khảo có thể có mặt, trừ khi văn cảnh loại trừ lẫn nhau theo quy định khác.

Trừ khi có quy định khác, tất cả các thuật ngữ kỹ thuật và khoa học được sử dụng trong bản mô tả có cùng nghĩa như thường được hiểu bởi người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực của sáng chế này. Mặc dù các phương pháp và vật liệu tương tự hoặc tương đương với các phương pháp và vật liệu được mô tả trong bản mô tả có thể được dùng để thực hiện hoặc thử nghiệm sáng chế, nhưng các phương pháp và vật liệu được ưu tiên sẽ được mô tả ở đây.

Các khoảng giới hạn số học, các phép đo và các thông số được sử dụng để tạo đặc trưng cho sáng chế này - ví dụ, các độ lớn góc, các số lượng của các thành phần, các trọng lượng phân tử, các điều kiện phản ứng (pH, các nhiệt độ, các mức điện tích, v.v), các kích thước vật lý và các dạng như vậy – là các xấp xỉ cần thiết; và, trong khi được báo cáo chính xác nhất có thể, chúng vẫn chứa các sai lệch được tạo ra từ các phép đo tương ứng của chúng. Do đó, tất cả các số biểu diễn các khoảng giới hạn của các độ lớn như được sử dụng trong bản mô tả này và các yêu cầu bảo hộ sẽ được điều chỉnh như được điều chỉnh bởi thuật ngữ “khoảng” trong tất cả các trường hợp. Tất cả các khoảng giới hạn số học cần được hiểu là chứa tất cả các khoảng giới hạn nhỏ tăng, có thể có, nằm trong các biên ngoài của khoảng giới hạn. Do đó, khoảng giới hạn từ 30 đến 90 đơn vị bọc lộ, ví dụ, 35 tới 50 đơn vị, 45 tới 85 đơn vị, và 40 tới 80 đơn vị, v.v.. Trừ khi được định nghĩa theo cách khác, phần trăm là % khối lượng/khối lượng.

Thuật ngữ “trong suốt” như được sử dụng ở đây trong văn cảnh của lớp bán dẫn đề cập tới vật liệu cho phép truyền qua trung bình ít nhất khoảng 70% bức xạ điện từ đi tới có bước sóng trong khoảng giới hạn từ 300nm tới khoảng 1000nm. Thuật ngữ “trong suốt” như được sử dụng ở đây trong văn cảnh của cửa sổ lò phản ứng đề cập tới vật liệu cho phép việc truyền trung bình của ít nhất 80% bức xạ điện từ tới của bước sóng vào có năng lượng được chọn. Ví dụ, cửa sổ có thể là “trong suốt” với năng lượng hồng ngoại tại bước sóng 1070 nm nếu 80% bức xạ từ laser hồng ngoại truyền qua cửa sổ. Trong suốt trong văn cảnh của cửa sổ lò phản ứng do đó là phụ thuộc vào bước sóng của nguồn đầu vào năng lượng được chọn.

Theo sáng chế này, khi lớp được mô tả như là được bố trí hoặc được định vị "trên" lớp khác hoặc trên đế, nó cần được hiểu là việc tiếp xúc trực tiếp với lớp khác hoặc có một (hoặc nhiều) lớp hoặc đặc điểm khác giữa các lớp. Tiếp theo, thuật ngữ “trên” mô tả vị trí tương đối của các lớp so với nhau và không nhất thiết phải là “trên đỉnh của” do vị trí tương đối trên hoặc dưới phụ thuộc vào định hướng của thiết bị so với người nhìn. Ngoài ra, việc sử dụng của các thuật ngữ “đỉnh”, “đáy”, “ở trên”, “bên dưới”, và các biến thể của các thuật ngữ này được tạo ra để tạo thuận tiện và không yêu cầu hướng cụ thể bất kỳ nào của các thành phần, trừ khi được chỉ ra theo cách khác. Cũng vậy, lớp “được bố trí trên” lớp khác không nhất thiết phải ám chỉ rằng hai lớp là ở trong tiếp xúc trực tiếp với nhau và có thể cho phép các lớp cài xen khác có mặt. Trái lại, thuật ngữ “liền kề” được sử dụng để ám chỉ rằng hai lớp là ở trong tiếp xúc vật lý trực tiếp.

Tất cả các tham khảo được trích dẫn ở đây, bao gồm sách, bài tạp chí, công bố đơn Mỹ hoặc các công bố đơn của các nước khác, bằng sáng chế Mỹ hoặc bằng sáng chế của các nước khác, và các tham khảo khác, đều được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn, bao gồm tất cả các dữ liệu, các bảng, các hình vẽ và văn bản được thể hiện trong các tài liệu trích dẫn.

Các thiết bị quang điện tổng quát

Thiết bị quang điện nói chung là bao gồm lớp dẫn trong suốt được bố trí trên đế, lớp bán dẫn thứ nhất được định vị qua lớp dẫn trong suốt, và lớp bán dẫn thứ hai được định vị

giữa lớp bán dẫn thứ nhất và tiếp xúc kim loại ở phía sau. Hai lớp bán dẫn nói chung là tạo thành chuyển tiếp dị thể hoặc được pha tạp để tạo thành chuyển tiếp dị thể tạo ra dòng hoặc điện thế khi phơi ra trước ánh sáng. TCO và tiếp xúc sau là các bộ phận dẫn kết nối điện thế hoặc dòng tới tải. Thông thường một trong các lớp bán dẫn được xem là lớp “hấp thụ”, và lớp khác được coi là trong suốt như “cửa sổ” để cho phép ánh sáng đi tới lớp hấp thụ. Phụ thuộc vào cấu hình, nhiều lớp bổ sung khác có thể có mặt, bao gồm các lớp đệm, các lớp giao diện, các lớp điện trở cao, các lớp phản xạ, các lớp biến đổi lên hoặc xuống, v.v.. Các bằng sáng chế Mỹ sau cung cấp một số ví dụ về các biến thể cấu hình này, và phần bổ cục của từng tài liệu được kết hợp ở đây bằng cách viện dẫn: US 8,603,253; US 8,785,232; US 8,748,214; US 8,497,151; US 8,431,427; US 8,741,687; và US 8,525,021.

Nhiều lớp của thiết bị quang điện có thể được áp dụng bởi các phương pháp giống nhau hoặc các phương pháp khác nhau. Các phương pháp được sử dụng có thể bao gồm lắng đọng hơi hóa học (chemical vapor deposition - CVD), nhiệt phân phun (spray pyrolysis), lắng đọng điện (electro-deposition), phún xạ (sputtering), thăng hoa không gian đóng (close-space sublimation - CSS), và các quy trình đã biết khác hữu dụng để tạo thành các bán dẫn màng mỏng.

Các thành phần hợp kim

Các hợp kim có thể được sản xuất theo sáng chế chứa ít nhất các hợp kim nhị nguyên, tam nguyên, và các hợp kim tứ nguyên. Các hợp kim là các hợp phần của hai, ba, bốn hoặc nhiều hơn các nguyên tố mà về cơ bản chỉ chứa các nguyên tố này chỉ với các lượng tạp chất nhỏ.

Các ví dụ không hạn chế của các hợp kim nhị nguyên hữu dụng trong các thiết bị quang điện bao gồm các thành phần được tạo thành cơ bản là từ: catmi và selen (catmi selenit - CdSe); catmi và lưu huỳnh (catmi sulfua - CdS); catmi và telua (catmi telurit - CdTe); kẽm và selen (kẽm selenit - ZnSe); kẽm và lưu huỳnh (kẽm sulfua - ZnS); và kẽm và telua (kẽm telurit - ZnTe).

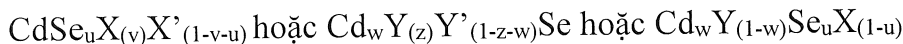
Các chất pha tạp, mặc dù thường được cho vào có chủ đích, được hiểu theo nghĩa là tạp chất trong hợp kim. Do đó, hợp kim “được tạo thành về cơ bản là từ” các nguyên tố A và B chứa hợp kim A-B được pha tạp với một hoặc nhiều chất pha tạp. Các chất pha tạp thường không vượt quá nồng độ mol hoặc nồng độ nguyên tử là khoảng 10.000 ppm (hoặc 1 % nguyên tử), thường chỉ khoảng 1.000 ppm (hoặc 0,1 % nguyên tử). Do đó, “được tạo thành về cơ bản là từ” được xác định ở đây để loại trừ nguyên tố tạo thành hợp kim bổ sung quá 1 % nguyên tử của hợp phần, nhưng không ngoại trừ các chất pha tạp chứa khoảng hoặc nhỏ hơn 1 % nguyên tử. Thông thường, các chất pha tạp được viết theo hợp phần kinh nghiệm trong ngoặc đơn và không được tính trong phần trăm nguyên tử của hợp phần hợp kim tổng thể. Các bảng A, B, và C dưới đây minh họa.

Ví dụ của hợp kim tam nguyên là hợp phần chứa về cơ bản là catmi, selen và telua. Các nguyên tố khác có thể được chọn để tạo thành các hợp kim tam nguyên. Trong một số hợp kim, catmi và selen có thể được kết hợp với nguyên tố khác biệt thứ ba X hoặc Y để tạo thành hợp kim có hợp phần $\text{CdSe}_u\text{X}_{(1-u)}$, hoặc $\text{Cd}_w\text{Y}_{(1-w)}\text{Se}$, trong đó, X là nguyên tố được chọn từ nhóm VIA; Y là nguyên tố được chọn từ nhóm IIB; u và w là các số từ 0,05 đến 0,99. Theo các phương án thực hiện cụ thể, u hoặc w là số từ khoảng 0,1 đến khoảng 0,8. Theo các phương án thực hiện cụ thể, Y được chọn từ Zn, và Hg; và theo các phương án thực hiện cụ thể X được chọn từ S và Te. Một số hợp kim tam nguyên làm ví dụ được thể hiện trong bảng A.

Bảng A: Các hợp kim tam nguyên làm ví dụ

	$\text{CdSe}_u\text{X}_{(1-u)}$ hoặc $\text{Cd}_w\text{Y}_{(1-w)}\text{Se}$	chú ý
CdSeTe	X=Te; u=0,05 tới 0,95	chất pha tạp đồng
CdSeTe(Cu)	X=Te; u=0,05 tới 0,95	
CdSSe	X=S; u=0,05 tới 0,95	chất pha tạp antimon
CdSeTe(Sb)	X=Te; u=0,05 tới 0,95	
CdHgSe	Y=Hg; w=0,05 tới 0,95	
CdZnSe	Y=Zn; w=0,05 tới 0,95	

Hợp kim tứ nguyên chứa về cơ bản là bốn nguyên tố, ví dụ: catmi, selen và các nguyên tố thứ ba và thứ tư khác X, X', Y hoặc Y' để tạo thành hợp kim tứ nguyên theo hợp phần:



trong đó X và X' là khác nhau và được chọn một cách độc lập từ các nguyên tố trong nhóm VIA; Y và Y' là khác nhau và được chọn một cách độc lập từ các nguyên tố trong nhóm IIB; u và w là số độc lập từ 0,05 đến 0,98; và v và z là số độc lập từ 0,001 tới 0,75. Theo các phương án thực hiện cụ thể, u và w là các số từ khoảng 0,1 đến 0,9; và theo các phương án thực hiện cụ thể, v và z là các số từ khoảng 0,01 tới 0,5. Theo các phương án thực hiện cụ thể, Y và Y' được chọn từ Cd, Zn, và Hg; và theo các phương án thực hiện cụ thể, X và X' được chọn từ S và Te. Một số hợp kim tứ nguyên làm ví dụ được thể hiện trong bảng B.

Bảng B: Các hợp kim tứ nguyên làm ví dụ

	$\text{CdSe}_u\text{X}_{(v)}\text{X}'_{(1-v-u)}$ hoặc $\text{Cd}_w\text{Y}_{(z)}\text{Y}'_{(1-z-w)}\text{Se}$ hoặc $\text{Cd}_w\text{Y}_{(1-w)}\text{Se}_u\text{X}_{(1-u)}$	chú ý
CdSSeTe	X=S, X'=Te; u=0,05 tới 0,95, v=0,01 tới 0,5	chất pha tạp đồng chất pha tạp antimon
CdSSeTe (Cu)	X=S, X'=Te; u=0,05 tới 0,95, v=0,01 tới 0,5	
CdSSeTe (Sb)	X=S, X'=Te; u=0,05 tới 0,95, v=0,01 tới 0,5	
CdZnHgSe	Y=Zn, Y'=Hg; w=0,05 tới 0,95, z=0,01 tới 0,5	chất pha tạp đồng chất pha tạp antimon
CdZnSeTe	X=Te; Y=Zn; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	
CdZnSSe	X=S; Y=Zn; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	
CdHgSeTe	X=Te; Y=Hg; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	
CdHgSSe	X=S; Y=Hg; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	
CdZnSSe(Cu)	X=S; Y=Zn; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	
CdHgSeTe(Sb)	X=Te; Y=Hg; w=0,05 tới 0,95, u=0,05 tới 0,95	

Các thành phần hợp kim có thể được pha tạp hoặc không được pha tạp. Nếu được pha tạp, các chất pha tạp có thể được tạo ra như là các nguyên tố trong các nhóm IA, IIIA, IVA, VA, VIA, VIIA, IB, và IIB, hoặc như là các hợp chất được hình thành từ các nguyên tố này và các nguyên tố khác được chọn từ các nhóm VIA hoặc IIB. Các chất pha tạp làm ví dụ có thể bao gồm Na, Li, K, B, Al, Ga, In, Tl, Ge, Sn, Pb, P, As, Sb, F, Cl, Br, I, Cu, Ag, và Au và các hợp chất của chúng với các nguyên tố từ các nhóm VIA hoặc IIB. Ví dụ, các hạt chất pha tạp có thể được tạo thành từ Cu riêng rẽ, Cu₂Te, Sb riêng rẽ, Sb₂Te₃, Pb riêng rẽ, PbTe, As riêng rẽ, As₂Te₃, Cl riêng rẽ, CdCl₂, Ag riêng rẽ, Ag₂Te,

v.v.. Cần hiểu rằng các nguyên tố và hợp chất trong các nhóm VIA và IIB có thể hoặc là thành phần tạo hợp kim (ví dụ, nếu được sử dụng nhiều hơn 1 % nguyên tử) hoặc chất pha tạp (ví dụ nếu được sử dụng ở mức 1 % nguyên tử hoặc thấp hơn.).

Các bình phản ứng

Việc tổng hợp nhiệt trực tiếp được sử dụng để tạo thành các hợp kim được sử dụng trong việc sản xuất các tấm năng lượng mặt trời. Một dạng của kỹ thuật tổng hợp này là đã biết trong tài liệu hàn lâm “tổng hợp nhiệt độ cao tự lan truyền” (“Self-Propagating High-Temperature Synthesis”) hoặc SHS. Kỹ thuật này làm việc tốt với các hệ thống mà trong đó lượng đủ của nhiệt được giải phóng trong suốt phản ứng sao cho nhiệt làm cho phản ứng tự lan truyền qua khối chất phản ứng cho tới khi việc chuyển đổi của các chất phản ứng thành sản phẩm mong muốn được hoàn thành.

Dù có bản chất tỏa nhiệt cao của các phản ứng, nhưng các phản ứng SHS thường được đặc trưng bởi yêu cầu năng lượng đầu vào tương đối cao trước khi phản ứng khởi tạo. Do đó, việc xử lý vào thao tác với các bột vật liệu thô được phối trộn là an toàn ở các điều kiện môi trường. Tuy nhiên, năng lượng đủ cần phải được cung cấp để bắt đầu phản ứng, thậm chí trong vùng nhỏ (dưới milimet), phản ứng sẽ tự lan truyền với tốc độ cao.

Nhiệt cao được sinh ra trong suốt phản ứng có thể làm bay hơi một số sản phẩm và chất phản ứng. Tính bất lợi này tác động tới năng suất sản phẩm và tính đồng nhất. Không bị bó buộc vào lý thuyết, các tác giả sáng chế đã tìm thấy rằng để tạo ra các thỏi đa tinh thể có mật độ cao, hơn vật liệu bột có mật độ thấp, sẽ có lợi cho việc sản xuất để đạt tới điểm nóng chảy của nó trong khi vẫn ở bên dưới điểm sôi của nó. Nếu sản phẩm có điểm nóng chảy cao hơn điểm sôi của nó dưới các điều kiện phản ứng, như CdS tại áp suất khí quyển, năng suất được làm giảm và các thỏi được tạo thành từ vật liệu bụi mịn sẽ được tạo ra.

Để cải thiện năng suất và độ đồng nhất của các sản phẩm hữu dụng trong việc sản xuất quang điện, các tác giả sáng chế đã thiết kế lò phản ứng/phản ứng tỏa nhiệt được tạo áp suất được khởi tạo điểm (Point-Initiated Pressurized Exothermic Reactor/Reaction -

PIPER). Hệ thống PIPER được thiết kế với nguồn năng lượng có khả năng khởi tạo phản ứng chỉ trong phần được định xứ (hoặc nhiều phần được định xứ này) của hỗn hợp phản ứng, mà không phải trong suốt toàn bộ hỗn hợp phản ứng, như với lò. Các phương án thực hiện của hệ thống PIPER đã được thử nghiệm và bao gồm các phương án thực hiện sử dụng laze làm nguồn năng lượng điểm để khởi tạo phản ứng tự lan truyền tỏa nhiệt. Hệ thống này được đề cập tới ở đây như là hệ thống được tạo áp suất được trợ giúp laze (laser assisted pressurized system - LAPS).

Như được thể hiện trên các hình vẽ từ Fig. 3 đến Fig.5, phương án thực hiện LAPS làm ví dụ có bình 301 với buồng bên trong 302 được định cấu hình để tạo áp suất. Nguồn đánh lửa điểm laze 303 được định cấu hình để hướng bức xạ để gia nhiệt một hoặc nhiều vị trí trong buồng. Bình 301 có vỏ làm mát bao quanh hoặc áo truyền nhiệt 304 tuần hoàn chất lưu dẫn nhiệt quanh bình 301, ở bên ngoài của buồng 302.

Bể khí 305 được gắn vào để tạo ra khí quyển được tạo áp suất về cơ bản là trơ cho buồng áp suất 302. Khí quyển trơ có thể ngăn cản hoặc làm tối thiểu hóa việc oxy hóa, nhờ do tăng năng suất và độ tinh khiết.

Theo phương án thực hiện làm ví dụ, bình 301 là thép không gỉ với tỉ lệ áp suất ở hoặc trên 1500psi. Theo một phương án thực hiện, bình lò phản ứng 301 có hình trụ với cửa tiếp cận được tạo bản lề 311 tại một đầu cuối theo hướng trục. Lò phản ứng có thể được tạo ra với đĩa rách an toàn. Theo một phương án thực hiện, lò phản ứng áp suất có các cổng đầu vào khí và đầu ra xả có thể là mở hoặc được đóng. Theo một phương án thực hiện, lò phản ứng áp suất được kết nối tới bơm chân không để khử khí buồng.

Bộ biến đổi áp suất 306 được kết nối tới bộ phận điều khiển 307. Bộ phận điều khiển 307 điều chỉnh dòng khí vào trong buồng 302 qua ít nhất một đầu vào khí 308 và điều chỉnh khí ra khỏi buồng qua ít nhất một đầu ra khí 309. Cửa sổ nhìn 310, như cửa sổ thạch anh trong suốt, được tạo ra trong thành bên của buồng 302 và laze 303 được gắn liền kề với cửa sổ và được định cấu hình để dẫn năng lượng qua cửa sổ tới vị trí đặt bình chịu lửa. Theo phương án thực hiện khác, cửa sổ nhìn là tùy chọn và sợi đốt hoặc bộ phận

gia nhiệt dạng hộp trong buồng tạo ra năng lượng đánh lửa được kết nối với bộ phận điều khiển 307 trên bình 301 ở bên ngoài bởi phần nạp điện xuyên qua.

Các phương án thực hiện của hệ thống bao gồm việc kết nối lò phản ứng vào bơm chân không 312 để khử khí buồng và để loại bỏ hơi ẩm. Theo một số phương án thực hiện, buồng 302 được bao quanh bởi áo gia nhiệt để thúc đẩy việc loại bỏ hơi ẩm. Theo một số phương án thực hiện, hệ thống còn bao gồm cặp nhiệt 313 được kết nối tới bộ điều khiển 307.

Trong khi các phương án thực hiện được thể hiện trên Fig.3 mô tả laze cho nguồn đánh lửa điểm, các phương pháp khác có thể được sử dụng để tạo ra việc gia nhiệt cục bộ được yêu cầu cho phản ứng được khởi tạo điểm. Ví dụ, các nguồn đánh lửa điểm khác bao gồm việc sử dụng một hoặc nhiều nguồn trong số: maze; cuộn đánh lửa; bộ phận phát tia lửa; lửa nhiệt độ cao; súng plasma; và việc nhúng của thanh được gia nhiệt vào trong các bột.

Bộ phận tản nhiệt, hoặc vỏ làm mát, làm giảm nhiệt độ của buồng. Theo một phương án thực hiện, bộ phận tản nhiệt bao gồm các chuỗi của các bộ phận trao đổi nhiệt dạng ống được bố trí nằm trong hoặc quanh các thành của buồng phản ứng, và chất lưu làm mát được định cấu hình để chảy qua các bộ phận trao đổi nhiệt dạng ống nêu trên. Vỏ làm mát có thể sử dụng nước hoặc chất lưu làm mát 314 khác, như etylen glycol, để chạy quanh vỏ 304. Theo một số phương án thực hiện, chức năng của vỏ làm mát và áo làm ẩm được bao hàm trong áo truyền nhiệt đơn 304 mà với nó nhiệt độ của chất lưu tuần hoàn 314 được chọn. Theo một phương án thực hiện, buồng áp suất 302 về cơ bản là được bao quanh bởi áp truyền nhiệt 304 có các đường dẫn dạng ống mà chất lưu 314 chảy qua đó. Theo một số phương án thực hiện chất lưu truyền nhiệt tuần hoàn. Trong hệ thống tuần hoàn, chất lưu mát đi vào áo 304 của bình 301, loại bỏ nhiệt từ phần bên ngoài của bình 302 bằng cách dẫn nhiệt, và chất lưu đi ra khỏi áo tới cấu trúc trao đổi nhiệt, như các cánh hoặc các cuộn, mà ở đó chất lưu được làm nguội trước khi quay trở lại áo. Theo một số phương án thực hiện, việc tạo áp suất hoặc giảm áp của buồng 302 được sử dụng để thay đổi nhiệt độ buồng.

Theo một phương án thực hiện, lò phản ứng áp suất còn bao gồm một hoặc nhiều thành phần được chọn từ: bộ điều khiển, bộ biến đổi áp suất; laze thứ nhất; laze thứ hai; cửa sổ nhìn thứ nhất; cửa sổ nhìn thứ hai, đầu vào khí vào buồng; đầu ra khí từ buồng; cặp nhiệt, bộ gia nhiệt dạng hộp; maze; cuộn đánh lửa, bộ phận tạo tia lửa; nguồn lửa nhiệt độ cao; súng plasma; bơm chân không được định cấu hình để khử khí buồng; áo truyền nhiệt; vỏ làm mát; áo gia nhiệt; bộ phận tản nhiệt; và bộ phận trao đổi nhiệt.

Theo một phương án thực hiện, buồng phản ứng được tạo áp suất tới áp suất được chọn từ: 1-200 bar (100-20.000 KPa); 5-100 bar (500-10.000 KPa); 10-100 bar (1.000-10.000 KPa); 40-90 bar (4.000-9.000 KPa); 10-50 bar (1.000-5.000 KPa); 30-80 bar (3.000-8.000 KPa); 20-30 bar (2.000-3.000 KPa); và 25-30 bar (2.500-3.000 KPa).

Được đề xuất là lò phản ứng áp suất để tạo thành hợp kim kim loại bao gồm: các thành lò phản ứng xác định buồng phản ứng có thể bít kín được; nguồn khí tạo áp suất trong kết nối chất lưu chọn lọc với buồng phản ứng để tạo áp suất một cách chọn lọc buồng phản ứng tới áp suất mong muốn; nguồn đánh lửa điểm được định cấu hình để dẫn nhiệt tới ít nhất một vị trí trong buồng phản ứng để khởi tạo phản ứng tự lan truyền; và bộ phận tản nhiệt được định cấu hình để làm mát buồng phản ứng.

Theo một phương án thực hiện lò phản ứng áp suất có cửa sổ trong suốt trong thành lò phản ứng và nguồn đánh lửa điểm là ít nhất một laze được định cấu hình để dẫn ít nhất một chùm laze qua cửa sổ trong suốt và vào trong buồng phản ứng.

Các hỗn hợp phản ứng

Độ rộng vùng cấm của lớp quang điện hoặc thành phần được tạo ra từ hợp kim được duy trì sơ cấp là nhờ việc chọn thành phần hợp kim, bao gồm các chất pha tạp, và được điều khiển thứ cấp nhờ các điều kiện của việc tạo hợp kim và ủ.

Các hạt mịn của các chất phản ứng được chọn và được phối trộn thành hỗn hợp phản ứng về cơ bản là đồng nhất được tạo áp suất và được đánh lửa để thực hiện quy trình SHS. Các hạt mịn của catmi, selen, telua, sulfua, kẽm, đồng, hoặc các nguyên tố khác, được đề cập chung tới như là “các hạt phản ứng.” Các hạt phản ứng thường được

tạo ra như là các hạt nguyên tố tương đối tinh khiết, không phải là hợp chất của hai hoặc hơn hai nguyên tố. Nếu muốn các chất pha tạp, các chất pha tạp được tạo ra như là “các hạt chất pha tạp” ở dạng nguyên tố hoặc hợp chất như được đề cập tới ở trên.

Các hạt phản ứng và các hạt chất pha tạp nên có khoảng hích cỡ có diện tích bề mặt tốt cho phản ứng. Những người nộp đơn đã thấy rằng khoảng giới hạn kích cỡ hạt từ 1 tới khoảng 1000 microns (micromet, μm) là thích hợp. Theo một số phương án thực hiện, các hạt phản ứng là nhỏ hơn khoảng 200 μm , ví dụ từ khoảng 1 tới khoảng 50 μm . Các phân bố kích cỡ hạt được quản lý một cách dễ dàng nhờ việc nghiền hoặc nghiền vỡ và sàng qua các sàng lưới tiêu chuẩn cho tới khi thu được phân bố tương đối đồng đều. Ví dụ, sàng lưới tiêu chuẩn #400 cho qua các hạt là khoảng 37 μm hoặc nhỏ hơn, trong khi sàng lưới tiêu chuẩn #325 cho qua các hạt là khoảng 45 μm hoặc nhỏ hơn. Các kích cỡ lưới lớn hơn, nếu muốn là cũng được biết tới rộng rãi. Kích cỡ lý tưởng thay đổi phụ thuộc vào thành phần của bột phối trộn chứa các chất phản ứng, các chất pha tạp được chọn và các hạt chất dập tắt bất kỳ.

Cùng với việc làm mát bình và điều chỉnh áp suất trong suốt phản ứng, các hạt chất dập tắt tùy chọn cũng có thể được sử dụng trong việc điều khiển phản ứng SHS. Các hạt chất dập tắt là các hợp chất thiết yếu mà các sản phẩm cần được tạo ra trong phản ứng SHS. Như vậy, sự hiện diện của chúng điều khiển phản ứng và chúng có thể được sử dụng để làm giảm nhiệt độ đoạn nhiệt tới điểm là nhỏ hơn hoặc bằng với điểm nóng chảy của hợp kim. Các hạt chất dập tắt, khi được sử dụng, có thể có kích cỡ tương tự hoặc lớn hơn các hạt phản ứng và các hạt chất pha tạp, ví dụ nhỏ hơn khoảng 500 μm , hoặc từ khoảng 10 tới khoảng 300 μm . Các hạt chất dập tắt, khi được sử dụng, được thêm vào hỗn hợp phản ứng tại các phần trăm khối lượng từ khoảng 1% tới khoảng 70%, hoặc từ khoảng 5% tới khoảng 60%. Việc làm cân bằng các lượng tương đối của các hạt chất dập tắt với các hạt phản ứng trong hỗn hợp phản ứng có thể trợ giúp trong việc điều khiển và “dập tắt” phản ứng SHS.

Bảng C, dưới đây cung cấp các biểu diễn minh họa các hỗn hợp phản ứng chứa các chất phản ứng, các chất dập tắt (trong ngoặc đơn) và, trong một số trường hợp bị đánh dấu bởi dấu sao, chất pha tạp.

Bảng C: Các hỗn hợp phản ứng làm ví dụ và các sản phẩm hợp kim tạo thành

Hỗn hợp phản ứng với (chất dập tắt) và chất pha tạp*	Sản phẩm hợp kim
$0,45\text{Cd} + 0,45\text{Se} + (0,55 \text{CdSe})$	CdSe
$0,45\text{Cd} + 0,45\text{Se} + (0,5 \text{CdSe} + 0,05\text{CdS})$	$\text{CdS}_{0,05}\text{Se}_{0,95}$
$0,6\text{Cd} + 0,6\text{Te} + (0,15\text{CdSe} + 0,25\text{CdTe})$	$\text{CdSe}_{0,15}\text{Te}_{0,85}$
$0,45\text{Cd} + 0,45\text{Se} + (0,55 \text{CdSe}) + 0,01\text{Cu}^*$	$\text{CdSe}(0,01\text{Cu})$
$0,65\text{Cd} + 0,5\text{Te} + (0,1\text{CdSe} + 0,25\text{CdTe}) + 0,05\text{Sb}^*\text{Te}_2$	$\text{CdSe}_{0,1}\text{Te}_{0,85}(0,05 \text{Sb})$
$0,65\text{Cd} + 0,55\text{Te} + (0,1\text{CdSe} + 0,25\text{CdTe}) + 0,05\text{Cu}^*\text{Te}_2$	$\text{CdSe}_{0,1}\text{Te}_{0,85}(0,1\text{Cu})$
$0,65\text{Cd} + 0,6\text{Te} + (0,1\text{CdSe} + 0,25\text{CdTe}) + 0,05\text{S}$	$\text{CdSe}_{0,1}\text{Te}_{0,85}\text{S}_{0,05}$

Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt bao gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ: catmi; selen; telua; sulfua; kẽm; thủy ngân; đồng, chất pha tạp; và chất dập tắt. Theo một phương án thực hiện, nguyên tố kim loại thứ nhất được chọn từ nhóm bao gồm: catmi và kẽm; và nguyên tố thứ hai được chọn từ nhóm bao gồm: selen; telua; sulfua; kẽm; và thủy ngân. Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn còn bao gồm ít nhất một chất được chọn từ nhóm bao gồm: Cd; Se; Te; S; Bi; Cl; Cu; Sb; Hg; In; Ga; Ag; Au; Br; I; As; Pb; Na; Li; K; B; Al; Tl; Ge; Sn; P; F; Zn; CdS; CdTe; CdSe; Cu_2Te ; ZnTe; chất dập tắt; và chất pha tạp.

Theo một phương án thực hiện, kích cỡ của các hạt của nguyên tố thứ nhất và các hạt của nguyên tố thứ hai trải dài từ khoảng: 1-300 μm ; 1-250 μm ; 1-200 μm ; 1-150 μm ; 1-100 μm ; 1-50 μm ; nhỏ hơn 1000 μm ; nhỏ hơn 800 μm ; nhỏ hơn 500 μm ; nhỏ hơn 300 μm ; nhỏ hơn 200 μm ; nhỏ hơn 150 μm ; nhỏ hơn 100 μm ; hoặc nhỏ hơn 50 μm .

Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt được tạo thành từ các hạt rắn được tạo dạng bột. Theo một phương án thực hiện, các hạt được tạo thành từ các vật liệu thô có độ tinh khiết cao ($\sim 99,999\%$). Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt về cơ bản là đồng nhất.

Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt còn bao gồm các thành phần rắn dạng hạt cơ kính hiển vi.

Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt còn bao gồm chất thúc đẩy đánh lửa. Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt bao gồm hỗn hợp không đồng nhất, trong đó, hỗn hợp có ít nhất hai phần, trong đó, một phần là lớp thúc đẩy đánh lửa trên lớp bề mặt của hỗn hợp của các hạt. Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt bao gồm hỗn hợp không đồng nhất, trong đó, hỗn hợp có một hoặc nhiều lớp “kẹp” được tạo thành từ lớp thúc đẩy đánh lửa giữa hai lớp chất phản ứng (hoặc ngược lại), với thành phần tổng cộng được điều chỉnh, nếu cần. Theo một phương án thực hiện, chất thúc đẩy đánh lửa bao gồm nguyên tố kim loại có nhiệt phản ứng cao. Theo một phương án thực hiện, hỗn hợp được phối trộn của các hạt còn bao gồm lớp đánh lửa chứa các hạt có các tính chất vật lý để tạo thuận tiện cho việc đánh lửa và lan truyền của phản ứng tỏa nhiệt.

Tổng hợp nhiệt độ cao tự duy trì

Tổng hợp nhiệt độ cao tự lan truyền hay tự duy trì (Self-Propagating hoặc Self-Sustaining High-temperature Synthesis - SHS) là quy trình dùng để tổng hợp các vật liệu có phản ứng tạo thành tỏa nhiệt, và được sử dụng cho gốm và các hợp kim kim loại. Nghiên cứu ban đầu trong lĩnh vực SHS, cũng còn được biết tới như là tổng hợp đốt cháy, được bắt đầu bằng cách sử dụng các hỗn hợp của kim loại với bo, cacbon, và silic. Từ 1976, một số lớn các trường đại học và phòng thí nghiệm trên toàn cầu đã tham gia vào trong việc nghiên cứu và phát triển SHS.

Trong SHS, năng lượng nhập vào được áp dụng cho mẫu chất phản ứng để tăng nhiệt độ cục bộ tới nhiệt độ khởi tạo của hỗn hợp. Sau đó, phản ứng không còn cần thêm năng lượng đưa vào do bản chất tự duy trì của nó. Nhiệt được sinh ra được chuyển tới phần tiếp theo của hợp phần chưa được phản ứng và nâng nhiệt độ của nó lên cho tới khi đạt được việc đốt cháy của nó. Nhiệt và phản ứng lan truyền như sóng qua hỗn hợp chưa phản ứng để lại đằng sau các sản phẩm cháy.

Các vật liệu có nhiệt phản ứng thấp và nhiệt độ đoạn nhiệt thấp là không thích hợp để sản xuất bởi SHS do phản ứng không tự lan truyền. Nhiệt độ đoạn nhiệt đề cập tới nhiệt độ lý thuyết đạt được bởi phản ứng mà không có trao đổi nhiệt với môi trường. Thậm chí các vật liệu có nhiệt phản ứng rất cao có thể là các ứng viên kém cho SHS được gia nhiệt bởi lò truyền thống, nếu hoặc là: (a) chúng cho nhiệt độ đoạn nhiệt vượt quá điểm sôi của sản phẩm; hoặc (b) sản phẩm có điểm nóng chảy cao hơn điểm sôi của nó dưới các điều kiện xung quanh. Tuy nhiên, các hợp chất này, bao gồm cả CdS, là thích hợp tốt cho các phản ứng tự duy trì được khởi tạo điểm, như quy trình LAPS. Thậm chí các hợp chất là có khả năng được tạo ra bởi SHS được gia nhiệt bởi lò truyền thống có thể có lợi từ sáng chế theo nghĩa năng suất cao hơn hoặc độ tinh khiết cao hơn. Ví dụ, tất cả các hợp kim trong bảng D (bên dưới) ngoại trừ CdS có thể được tạo ra một cách hiệu quả tại áp suất 1 atm nhưng có thể có lợi từ các năng suất cao hơn một chút dưới các áp suất trung bình.

Các lựa chọn của việc điều khiển áp suất và nhiệt độ là phụ thuộc cao vào các tính chất vật lý của các chất phản ứng cụ thể và các sản phẩm hợp kim, như điểm nóng chảy và điểm sôi, và cũng phụ thuộc vào nhiệt độ đoạn nhiệt của quy trình. Ví dụ, nếu điểm nóng chảy hợp kim là bên dưới nhiệt độ đoạn nhiệt, thì một thành phần có thể thêm các hạt chất dập tắt để làm giảm nhiệt độ đoạn nhiệt tới tại hoặc bên dưới điểm nóng chảy. Nếu điểm sôi tại áp suất khí quyển là thấp so với điểm nóng chảy hợp kim, thì có thể tăng áp suất lò phản ứng tới trị số vượt quá áp suất hơi tại nhiệt độ đoạn nhiệt được mong đợi, tối ưu khoảng 10x áp suất hơi. Việc thêm áp suất vượt quá là cần thiết để làm nóng chảy hợp kim giúp tăng năng suất sản phẩm nhưng làm giảm các việc quay trở lại khi áp suất lò phản ứng vượt quá 10x áp suất hơi. Theo một số phương án thực hiện, áp suất lò phản ứng từ 300 đến 600 psi đã được tìm thấy là thích hợp cho CdTe, CdSe, và CdSeTe.

Các điều kiện xử lý sẽ thay đổi phụ thuộc một cách chính xác vào thông số nào cần được tối ưu hóa. Ví dụ, các thỏi CdTe sẽ sử dụng tốt nhất 0% các hạt chất dập tắt và áp suất 300 psi nếu mật độ cao nhất cần phải được tối ưu hóa, trong khi CdTe được tối thiểu hóa giá thành có thể sử dụng 25% các hạt chất dập tắt và áp suất môi trường.

Bảng D: Các tính chất vật lý của các nguyên tố và hợp chất được chọn

	Điểm nóng chảy: (1 atm)	Điểm sôi: (1 atm)	Nhiệt phản ứng (Heat of Reaction - STP):	Nhiệt độ đoạn nhiệt ($T_0=25^\circ\text{C}$):
CdTe: Catmi telurit	1092°C	1130°C	-100,8 kJ/mol	1092°C
CdSe: Catmi selenit	1268°C	1559°C	-144,8 kJ/mol	1931,8
CdS: Catmi sulfua	1475°C	1260°C	-162 kJ/mol	2200°C
ZnTe: Kẽm telurit	1238°C	1295°C	-117 kJ/mol	1295°C
Cd: Catmi	321°C	765°C		
Te: Telua	450°C	990°C		
Se: Selen	221°C	685°C		
S: Lưu huỳnh	115°C	445°C		
Zn: Kẽm	420°C	907°C		

Tổng hợp được tạo áp suất được trợ giúp bởi laze (laser-Assisted Pressurized Synthesis - LAPS)

Ví dụ của hệ thống lò phản ứng tỏa nhiệt được tạo áp suất được khởi tạo điểm bao gồm các phương án thực hiện sử dụng laze làm nguồn năng lượng điểm để khởi tạo phản ứng tự lan truyền tỏa nhiệt. Hệ thống này, hệ thống được tạo áp suất được trợ giúp bởi laze cho các phản ứng tự lan truyền (LAPS) được minh họa chung trên Fig.1. Mặc dù quy trình làm ví dụ được thảo luận và được mô tả theo trình tự, nhưng cần hiểu rằng các bước cụ thể là tùy chọn và có thể được thực hiện theo trình tự khác.

Thành phần của hỗn hợp được chọn 101. Thành phần chứa ít nhất hai nguyên tố làm các hạt phản ứng và có thể chứa các hạt phản ứng bổ sung, các vật liệu pha tạp, và các hạt chất dập tắt tùy chọn. Các hạt thành phần được chọn được tạo ra ở dạng hạt mịn, như được thảo luận ở trên. Các hạt được phối trộn để tạo thành hỗn hợp về cơ bản là đồng nhất.

Bước nạp được thực hiện 102. Như thường gặp trong các phản ứng SHS, các chất phản ứng hạt mịn được phối trộn được thêm vào các bình chịu lửa. Các bình có thể được tạo thành từ graphit hoặc thạch anh và đôi khi còn được đề cập tới như là “thuyền”. Theo một phương án thực hiện, thuyền có thể xấp xỉ 10x10x25 cm và giữ 1-5 kg các chất phản

ứng. Hơn là việc đặt các thuyền vào trong lò, như thường gặp trong SHS, các thuyền được nạp vào trong buồng áp suất LAPS. Buồng được đóng và được bít kín.

Bước xử lý trước tùy chọn có thể được thực hiện 103. Việc xử lý trước có thể bao gồm việc khử oxy hóa, khử khí, và loại bỏ hơi ẩm. Nó có thể được thực hiện bằng cách áp dụng chân không, khí trơ hoặc các khí khử, sử dụng nhiệt, hoặc tổ hợp của chúng.

Bước khử áp suất được thực hiện 104. Khí được bơm vào trong buồng để tăng áp suất buồng. Theo một số phương án thực hiện, buồng được rửa với khí trơ và khí được chọn để tạo áp suất là không phản ứng hoặc trơ. Việc chọn của khí cho phản ứng được xác định dựa trên các chất phản ứng được chọn và xem xét khả năng dẫn nhiệt của khí. Các khí làm ví dụ bao gồm, nhưng không hạn chế ở: nitơ, acgon, và heli.

Việc điều chỉnh nhiệt độ được kích hoạt 105. Nhiệt truyền giữa buồng và áo truyền nhiệt hoặc áo chuyển nhiệt tạo ra việc điều chỉnh nhiệt độ. Các quy trình làm mát có thể được bắt đầu trước, trong suốt, hoặc sau bước tạo áp suất hoặc bước đánh lửa. Theo một phương án thực hiện, việc tạo áp suất của bể có tác dụng làm ấm vốn được làm giảm do chất lưu lạnh tuần hoàn qua áo truyền nhiệt. Theo một phương án thực hiện, việc tạo áp suất của bể có tác dụng làm ấm vốn được duy trì hoặc tăng trước khi đánh lửa bởi chất lưu nóng tuần hoàn qua áo truyền nhiệt.

Bước đánh lửa được khởi tạo điểm được thực hiện 106. Năng lượng đủ để khởi tạo phản ứng tự lan truyền được hướng tới chỉ là điểm hoặc phần được định xử của hỗn hợp nhỏ hơn tổng thể. Năng lượng có thể được hướng tới nguồn điểm đơn hoặc các nguồn đa điểm. Theo một phương án thực hiện, chùm laze khởi tạo phản ứng. Phương pháp còn bao gồm bước chọn laze có bước sóng và mức công suất thích hợp cho các chất phản ứng: tức là laze có bước sóng có thể được hấp thụ bởi độ rộng vùng cấm của vật liệu cần được gia nhiệt. Theo một phương án thực hiện, laze là laze xanh lục 12W 532nm. Theo phương án thực hiện khác, laze là laze hồng ngoại 10W 1064nm. Theo phương án thực hiện khác, laze có bước sóng giữa 300-1500nm.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo thành hợp kim kim loại bao gồm các bước: tạo áp suất hỗn hợp được phối trộn của các hạt nguyên tố kim loại thứ nhất và các hạt của ít nhất một nguyên tố thứ hai, tới áp suất khoảng 1 đến 200 bar (100 đến 20.000 KPa) trong lò phản ứng áp suất; và khởi tạo phản ứng tự lan truyền bằng cách hướng chùm laze lên trên hỗn hợp bột bên trong lò phản ứng áp suất, và trong suốt quá trình tự lan truyền của phản ứng, làm mát lò phản ứng để loại bỏ nhiệt được sinh ra từ phản ứng, nhờ đó tạo thành hợp kim hợp chất.

Theo một phương án thực hiện, nguồn năng lượng điểm là laze. Theo một phương án thực hiện, laze có bước sóng được chọn từ: 300-1500nm; 400-1100nm; 532nm; 1070nm; và 1064nm. Theo một phương án thực hiện, laze có công suất được chọn từ: 1-100W; 10-50W; 5-20W; 5-15W; 5-10W; và 10-15W. Theo một phương án thực hiện, laze là laze xanh lục. Theo một phương án thực hiện, laze là laze hồng ngoại.

Theo một phương án thực hiện, nguồn năng lượng điểm được chọn từ nhóm bao gồm: bộ gia nhiệt hộp; maze; cuộn đánh lửa; bộ phận phát tia lửa, nguồn lửa nhiệt độ cao; và súng plasma.

Nhiệt độ của bình được điều chỉnh và được làm mát chủ động 107 bởi vỏ làm mát. Việc sử dụng của vỏ làm mát, cùng với việc sử dụng các áp suất cao, làm giảm hoặc loại bỏ sự cần thiết của các hạt chất dập tắt trong các hỗn hợp phản ứng. Việc làm mát của lò phản ứng có thể được khởi tạo, trước khi đánh lửa, sau khi hỗn hợp phản ứng đánh lửa, sau khi phản ứng tiếp diễn tới lúc hoàn thành, hoặc sau một khoảng thời gian định trước. Trong quy trình SHS tiêu chuẩn, việc gia nhiệt buồng chủ động nói chung thường là cần thiết để khởi tạo phản ứng, tuy nhiên, việc sử dụng LAPS, xung laze năng lượng cao là đủ để đánh lửa hỗn hợp bột, thậm chí với các nhiệt độ buồng bao quanh, tại lúc bắt đầu, tại hoặc bên dưới 30°C. Phản ứng nhanh chóng tiến tới hoàn thành trong khoảng vài giây hoặc vài phút phụ thuộc vào hỗn hợp phản ứng và thể tích.

Khi các chất phản ứng đã phản ứng, sản phẩm phản ứng, hoặc thỏi, được làm mát và buồng được khử áp suất. Việc khử áp suất có thể được sử dụng để tăng tốc quá trình làm mát. Việc làm mát cũng diễn ra trong môi trường trơ, hoặc môi trường trơ và khử

theo một số phương án thực hiện. Tốc độ làm mát có thể được hoàn thành bởi nhiều phương pháp bất kỳ, bao gồm nhưng không giới hạn ở, việc làm mát thụ động, làm mát bằng không khí xung quanh, làm mát khử áp suất, làm mát bằng không khí cưỡng bức, và làm mát bằng không khí cưỡng bức được tăng cường hoặc được làm lạnh. Sau khi buồng được khử áp suất tới hoặc gần nhiệt độ môi trường, thổi sẽ được loại bỏ.

Theo một phương án thực hiện, tại khi hoàn thành phản ứng, buồng được làm mát phù hợp 107 để dập tắt phản ứng và để tạo ra pha (các pha) tinh thể trong thổi. Phụ thuộc vào các chất phản ứng, bản chất của pha tinh thể có thể là lập phương đơn thuần, lục giác đơn thuần, hoặc là hỗn hợp của cả hai, như được thảo luận bên dưới. Theo một phương án thực hiện, buồng áp suất về cơ bản là được bao quanh bởi áo truyền nhiệt có các ống dẫn dạng hình ống mà chất lưu chảy qua đó. Theo một số phương án thực hiện, chất lưu truyền nhiệt có thể tuần hoàn. Trong hệ thống tuần hoàn, chất lưu lạnh đi vào áo, loại bỏ nhiệt từ buồng, và chất lưu ra khỏi áo tới cấu trúc trao đổi nhiệt, như các cánh hoặc các cuộn, mà ở đó chất lưu được làm nguội trước khi quay trở lại áo.

Theo một phương án thực hiện, tốc độ làm mát trung bình của nhiệt độ buồng là là 10-50 °C/phút. Theo một phương án thực hiện của phương án, chất lưu truyền nhiệt đi vào áo ở nhiệt độ 20-35 °C và đi ra ở nhiệt độ lớn hơn 90 °C, ở tốc độ chảy lớn hơn 10 L/phút. Theo một số phương án thực hiện, chất lưu truyền nhiệt đi vào áo ở nhiệt độ 20-35 °C và đi ra ở nhiệt độ lớn hơn 90 °C, ở tốc độ chảy trong khoảng giới hạn từ 10-100 L/phút.

Một ưu điểm lớn của PIPER hoặc quy trình LAPS cho việc tạo thành các hợp kim là thu được năng suất cao và sản phẩm với độ tinh khiết cao. Theo một phương án thực hiện, năng suất sao khi tạo hợp phần của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ là khoảng 99%. Theo một phương án thực hiện, năng suất sao khi tạo hợp phần của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ là 95%-100%. Theo một phương án thực hiện, năng suất sao khi tạo hợp phần của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ được tạo ra bởi quy trình LAPS là khoảng 99%, và năng suất sau khi ủ tiếp theo bởi việc xử lý nhiệt làm cân bằng của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ là khoảng 99%.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, hợp kim không được pha tạp và các tạp chất là có mặt, nếu vậy, tất cả chúng có nồng độ nhỏ hơn 0,001 % khối lượng. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, hợp kim còn bao gồm chất pha tạp như được thảo luận ở dưới.

Theo một phương án thực hiện, phương pháp tạo thành hợp kim kim loại còn bao gồm bước làm mát lò phản ứng trong suốt phản ứng và làm lạnh lò phản ứng áp suất tại khi hoàn thành của phản ứng tự lan truyền. Theo một phương án thực hiện, vỏ làm mát được sử dụng để làm giảm nhiệt độ buồng. Theo một phương án thực hiện, việc khử áp suất được sử dụng để làm giảm nhiệt độ buồng. Theo một phương án thực hiện, nhiệt độ buồng được làm nguội nhỏ hơn 30 °C trong 1 giờ khi hoàn thành phản ứng theo một phương án thực hiện, áp suất buồng là tại áp suất môi trường trong 1 giờ khi hoàn thành phản ứng.

Theo một số phương án thực hiện, môi trường trơ được duy trì. Môi trường trơ có thể chứa acgon, nitơ hoặc các khí trơ khác. Môi trường có thể được duy trì như là môi trường trơ và khử theo một số phương án thực hiện. Môi trường khử có thể chứa khí hydro hoặc các khí khử khác như các hydrocacbon, cacbon monoxit, các hỗn hợp cacbon đioxit-cacbon monoxit, hoặc các hỗn hợp với các khí trơ khác.

Fig.6A thể hiện thỏi $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ trong thuyền graphit. Fig.6B thể hiện thỏi được loại bỏ khỏi thuyền. Fig.6C thể hiện hình ảnh cạnh bị vỡ, nhìn gần của cấu trúc đa tinh thể trên phần bên trong của thỏi.

Bước ủ hoặc khử oxy hóa có thể được thực hiện. Việc ủ có thể được hoàn thành bằng cách chuyển các sản phẩm phản ứng tới lò và gia nhiệt các sản phẩm phản ứng tới nhiệt độ cao trong chu kỳ thích hợp. Theo một số phương án thực hiện thỏi, trong bình chịu lửa thứ nhất của nó, sẽ được ủ. Theo một số phương án thực hiện, thỏi được nghiền vỡ hoặc được nghiền thành các hạt được đặt trong bình chịu lửa thứ hai để ủ. Nhiệt độ và khoảng thời gian của việc ủ thay đổi phụ thuộc vào thành phần của thỏi và cấu trúc tinh thể mong muốn của sản phẩm được ủ cuối cùng. Các điều kiện ủ cụ thể được cung cấp chi tiết hơn bên dưới và trong các ví dụ sau.

Quy trình điều chỉnh tinh thể

Một số hợp kim là quan trọng trong các thiết bị quang điện có nhiều hơn một cấu trúc tinh thể. Hằng số mạng của cấu trúc tinh thể tác động tới độ rộng vùng cấm và các tính chất chức năng khác của thiết bị. Ví dụ, CdSeTe, CdSe, CdZnTe, CdHgTe, CdSTe, ZnCdSe và GaAsAl tất cả đều là các hợp kim bán dẫn hữu dụng trong các thiết bị quang điện có các cấu trúc tinh thể “có thể điều chỉnh được”.

Ví dụ, các hợp kim CdSe và CdSeTe tồn tại trong cả pha lập phương và pha lục giác, cấu trúc tinh thể khác biệt tạo thành các tính chất điện khác biệt liên quan tới độ rộng vùng cấm, pha lục giác có độ rộng vùng cấm cao hơn. Cấu trúc tinh thể và độ rộng vùng cấm cho các hợp kim CdSeTe có thể được điều chỉnh hoặc thay đổi theo nhiều cách, bao gồm nhưng không hạn chế ở nồng độ Se, sự có mặt của các chất pha tạp, việc hình thành hoặc tốc độ mọc, nhiệt độ hình thành, hoặc nhiệt độ ủ. Fig.9 minh họa cách hai trong số các phương pháp điều chỉnh này tạo thành các tính chất điện được thay đổi, như việc điều chỉnh độ rộng vùng cấm. Trên Fig.9, các điểm dữ liệu đỏ và đường cong thể hiện độ rộng vùng cấm “như được mọc”, và các điểm dữ liệu xanh thể hiện độ rộng vùng cấm “được ủ”. Bằng cách thay đổi thành phần Se của hợp kim tam nguyên $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ làm ví dụ, độ rộng vùng cấm có thể được điều chỉnh từ điểm thấp tại khoảng $x=0,4$ tới điểm cao tại khoảng $x=0,99$; và điều này là đúng cho cả các hợp kim “như được mọc” và “được ủ”. Do đó, thành phần của hợp kim – tức là các lượng tương đối của các thành phần khác nhau - có thể tạo thành việc điều chỉnh “thô” của các tính chất điện.

Quy trình ủ cũng có thể được sử dụng để “điều chỉnh” cấu trúc tinh thể của các sản phẩm hợp kim và để khử oxy hóa và tinh chế các sản phẩm. Quy trình làm ví dụ được mô tả trên Fig.2. Quy trình ủ bao gồm việc đặt các bình chịu lửa chứa sản phẩm phản ứng từ quy trình LAPS vào trong lò 201 trong môi trường khí trơ 202 và sử dụng nhiệt 203. Nhiệt độ nâng lên được duy trì trong khoảng thời gian được chọn 204. Ứng dụng của các việc dừng nhiệt. Thổi nguội xuống tới gần nhiệt độ môi trường và được loại bỏ khỏi lò 205.

Các thông số xử lý ủ cũng có tác động lên các tính chất cấu trúc, độ đồng nhất, các tính chất quang học và điện. Vấn đề cấp tới hợp kim tam nguyên làm ví dụ theo Fig.9, có thể thấy rằng độ rộng vùng cấm “được ủ” là thấp hơn ‘như được mọc’ cho x trong khoảng từ khoảng 0,1 tới khoảng 0,6; ví dụ tỉ lệ từ khoảng 10% tới khoảng 60% Se/(Se+Te). Các điều kiện ủ có thể tạo ra phương pháp khác cho việc “tinh chỉnh” các tính chất điện. Theo một số phương án thực hiện, cấu trúc tinh thể được ủ trước là kết hợp của các tinh thể lập phương và lục giác và cấu trúc tinh thể ủ sau có tỉ lệ các tinh thể lập phương được tăng. Theo một số phương án thực hiện, cấu trúc tinh thể được ủ trước là kết hợp của các tinh thể lập phương và lục giác và cấu trúc tinh thể ủ sau có tỉ lệ các tinh thể lục giác được tăng. Độ rộng vùng cấm có thể được “điều chỉnh” bởi thành phần Se và các điều kiện ủ tới khoảng giới hạn từ khoảng 1,35 tới khoảng 1,65 eV.

Bằng cách sử dụng việc xử lý ủ trên sản phẩm chất lượng cao của quy trình LAPS, các số lượng lớn của các hợp kim chất lượng cao với cấu trúc tinh thể có thể dự đoán được có thể được tạo ra một cách hiệu quả với năng suất cao. Cụ thể, thời được tạo ra bởi LAPS, với các pha tinh thể được trộn lẫn tại nhiệt độ phòng, được đưa vào ủ tại nhiệt độ được chọn để điều chỉnh phân bố pha. Theo một số phương án thực hiện, hợp kim được ủ tại nhiệt độ khoảng 700 °C hoặc nhiệt độ trong khoảng giới hạn từ 500-800 °C để tạo ra việc tăng trong trong pha lập phương và nhờ đó làm giảm độ rộng vùng cấm. Ví dụ, hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ có thể được tạo ra bằng cách ủ hợp kim trong khi duy trì nhiệt độ từ 500-750 °C trong khoảng thời gian 2-24 giờ, nhờ đó điều chỉnh cấu trúc pha tinh thể của hợp kim để tạo thành thời có chủ yếu là pha lập phương của catmi selenit telurit.

Theo các phương án thực hiện khác, hợp kim được ủ tại nhiệt độ khoảng 860 °C hoặc nhiệt độ trong khoảng giới hạn từ 800-1100 °C để tạo ra việc tăng trong trong pha lục giác và nhờ đó tăng độ rộng vùng cấm. Theo một số phương án thực hiện, hợp kim bao gồm catmi và selen. Theo một số phương án thực hiện, hợp kim chứa về cơ bản là catmi, selen, và telua.

Theo một số phương án thực hiện, nhiệt độ trong suốt quy trình có thể trải dài từ khoảng 200 °C tới khoảng 1100 °C, hoặc từ khoảng 300 °C tới khoảng 950 °C. Theo một

số phương án thực hiện, sản phẩm phản ứng còn lại trong lò trong khoảng thời gian đủ để loại bỏ oxy, các chất phản ứng không phản ứng, và các tạp chất, thay đổi cấu trúc tinh thể, và/hoặc cân bằng lại tính hóa học lượng pháp. Theo một số phương án thực hiện, quy trình này diễn ra từ khoảng 0,5 giờ tới khoảng 15 giờ. Theo một số phương án thực hiện, quy trình này diễn ra từ khoảng 1 giờ tới khoảng 10 giờ.

Theo một phương án thực hiện, phương pháp tạo thành hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ còn bao gồm bước làm nguội chủ động buồng phản ứng được tạo áp suất trong suốt và/hoặc tại khi hoàn thành của phản ứng tự lan truyền. Tuy nhiên, việc làm nguội chậm hơn trong khi ở trong lò ủ có thể tạo thuận lợi cho pha tinh thể lục giác CdSeTe .

Theo một số phương án thực hiện, môi trường được kiểm soát trong lò là môi trường trơ. Theo một số phương án thực hiện, môi trường được kiểm soát là môi trường trơ và môi trường khử. Theo một số phương án thực hiện, môi trường trơ là nitơ và môi trường khử chứa hydro.

Cách thứ ba để “điều chỉnh” cấu trúc tinh thể là nhờ các chất pha tạp. Nhiều chất pha tạp được đưa vào trong hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ để đánh giá tác động trên thay đổi cấu trúc pha và độ rộng vùng cấm trong $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ đa tinh thể. Cấu trúc pha có thể được điều chỉnh bởi các chất pha tạp do việc căng của mạng. Các tính chất điện, ví dụ độ rộng vùng cấm, cũng có thể được điều chỉnh sử dụng các chất pha tạp. Các chất pha tạp có thể được sử dụng với nồng độ lên tới khoảng 1 % khối lượng.

Một ví dụ là clo tại mức 1% được pha tạp vào bột $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$. Việc đưa vào của Cl làm giảm thông số mạng trong trong lập phương $\text{CdSe}_{0,2}\text{Te}_{0,8}$. Ví dụ khác là các bột $\text{CdSe}_{0,4}\text{Te}_{0,6}$ được pha tạp Cl, giúp tăng cường các thông số mạng như hằng số mạng. Ví dụ có hợp phần $\text{CdSe}_{0,3}\text{Te}_{0,69}\text{Cl}_{0,01}$.

Một ví dụ pha tạp khác là bitmut. Lập phương $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi có thể được tổng hợp. Fig.10 thể hiện các tính chất được so sánh của $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ (đường xanh lục - đáy) với $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi (đường xanh lam - đỉnh). Như được minh họa trên Fig.10, việc phát sáng quang học phân giải theo thời gian chỉ thị rằng việc pha tạp Bi

có thể cải thiện thời gian sống của phần tử mang (“fast tau1” từ 0,8 đến 1,4 ns, “slow tau2” từ 2,6 đến 4,8 ns). Fig.11 thể hiện các tính chất so sánh của hợp kim LAPS-SHS được pha tạp và không được pha tạp với việc ủ; $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ (đường xanh lam - đáy) và $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi (đường đỏ - đỉnh). Như được thể hiện trên Fig.11, $\text{CdSe}_{0,5}\text{Te}_{0,5}$ được pha tạp Bi thể hiện phổ PL rộng hơn, chỉ thị việc hấp thụ ánh sáng cao hơn. Việc chọn lựa của chất pha tạp có thể đẩy các biên của độ rộng vùng cấm điều chỉnh thậm chí xa hơn thành phần Se và thời gian ủ có thể làm được một cách riêng rẽ. Ví dụ, một số chất pha tạp (ví dụ kẽm hoặc magiê) sẽ nâng độ rộng vùng cấm – từ 1,65 lên tới khoảng 1,8; trong khi các chất pha tạp khác (ví dụ, bạc hoặc silic) sẽ làm giảm độ rộng vùng cấm – từ 1,35 xuống tới khoảng 1,1.

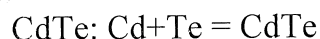
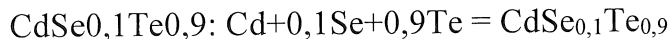
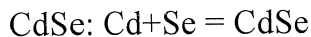
Việc xử lý tùy chọn sau

Tùy chọn là, sản phẩm phản ứng hoặc sản phẩm được ủ có thể được nghiền vỡ, nghiền, nghiền nhỏ hoặc được xử lý theo cách khác tới kích cỡ mong muốn để sử dụng trong việc sản xuất các thiết bị quang điện. Theo một số phương án thực hiện, các sản phẩm được nghiền bằng hàm và có thể được sàng để thu được các kích cỡ đồng đều. Trong quá trình nghiền thứ hai này, các sàng có thể được sử dụng để hạn chế các kích cỡ hạt tới phân bố kích cỡ đồng đều và được mong muốn hơn. Đáng chú ý là, các hạt quá nhỏ (được biết tới như là “các hạt mịn”) và các hạt quá lớn cho phân bố mong muốn có thể có khả năng được tái sử dụng trong xử lý SHS làm các hạt chất dập tắt, nhờ đó làm giảm phế thải.

Ví dụ, vật liệu đã được khử oxy hóa, có thể ở dạng thỏi (các thỏi) sau đó được làm giảm kích cỡ từ các cụm có kích cỡ khoảng milimet tới dưới $250\mu\text{m}$ bằng cách đưa qua tổ hợp thích hợp thiết bị nghiền nhỏ (ví dụ thiết bị nghiền vỡ dạng hàm, lò xoay, lò cầu, v.v.). Phụ thuộc vào kích cỡ sản phẩm được yêu cầu, vật liệu có thể được đưa qua các sàng (ví dụ 60 và 200 mesh (tương ứng với 250 và $74\mu\text{m}$)) để tạo ra phân bố kích cỡ hạt mong muốn.

Ví dụ 1: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - CdSeTe

Sáng chế đề xuất các phương pháp và thiết bị làm ví dụ để tạo ra hợp kim catmi selen telua ($\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, $x = 0 \sim 1$). Thành phần hợp kim có thể được điều khiển để tạo ra các hợp kim với các tỉ lệ các nguyên tố tạo thành thay đổi, ví dụ:



Theo một phương án thực hiện, khoảng 2kg các hạt phản ứng mịn của catmi, selen, và telua được trộn đều và được đặt trong bình khúc xạ. Các hạt có kích cỡ xấp xỉ 50 μm . Các hạt phản ứng được tạo ra theo tỉ lệ 10:4:6 tương ứng cho Cd, Se, và Te.

Bình được điền được đặt trong buồng LAPS. Buồng được tạo áp suất với khí nitơ tới áp suất khoảng 50 bar (5.000 KPa) hoặc khoảng 700 psi (4825 KPa). Chùm laze được hướng tại các hạt phản ứng trên bề mặt và gần tâm theo chiều dài của bình chịu lửa sử dụng laze xanh lục 12W 532nm.

Laze khởi tạo phản ứng tự lan truyền và được tắt sau khi phản ứng được khởi tạo. Phản ứng hoàn thành sau khoảng thời gian nhỏ hơn 20 giây. Nước được tuần hoàn qua vỏ làm mát của bình quanh buồng áp suất. Nước đi vào vỏ có nhiệt độ xấp xỉ 20 °C. Bình được làm mát và được làm giảm áp suất.

Từ quy trình này, thỏi hợp kim $\text{CdSe}_{0,4}\text{Te}_{0,6}$ sẽ được tạo ra. Cấu trúc tinh thể, đặc trưng bằng cách sử dụng nhiễu xạ tia X, của thỏi như đã mọc sẽ được thể hiện trên Fig.7. Thỏi được tạo ra bởi phương pháp này có cấu trúc tinh thể được trộn lẫn có cả pha lục giác và pha lập phương. Pha lập phương là 71,8% và pha lục giác là 28,2% của cấu trúc.

Dữ liệu thực nghiệm sử dụng quy trình LAPS cho các hợp kim CdSeTe thể hiện cấu trúc tinh thể thống nhất dựa trên lượng Se so với Te (xem Fig.9). Với hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ ($0 \leq x \leq 1$) được tạo ra bởi LAPS, cấu trúc tinh thể chiếm đa số là lập phương trong

thành phần selen thấp trong đó $x < 0,3$, cấu trúc tinh thể chiếm đa số là lục giác trong các thành phần selen cao trong đó $x > 0,5$, và cấu trúc tinh thể pha trộn lẫn được tạo ra khi thành phần có mức selen ở giữa trong đó $0,3 < x < 0,5$. Tính hóa học lượng pháp là tin cậy được và pha tinh thể được tạo ra có thể được điều chỉnh bằng cách điều khiển các tỉ lệ của các chất phản ứng.

Cũng được tạo ra là phương pháp tạo thành hợp kim catmi có thành phần nguyên tử là $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, trong đó, x nằm trong khoảng giữa 0,2 và 0,99, và có cấu trúc tinh thể được điều chỉnh giữa lập phương và cấu trúc lục giác, bao gồm các bước: phối trộn các bột catmi, telua, và selen với khoảng giới hạn kích cỡ hạt từ 1 đến 200 μm để tạo thành hỗn hợp được phối trộn; gia nhiệt phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn trong buồng phản ứng được tạo áp suất để khởi tạo phản ứng tự lan truyền trong hỗn hợp, nhờ đó tạo thành thỏi; ủ thỏi tại nhiệt độ làm ổn định để tạo thành hợp kim; và điều chỉnh độ rộng vùng cấm tới trị số định trước nằm trong khoảng giới hạn từ 1,35 và 1,65 eV, trong đó, việc điều chỉnh bao gồm chọn trị số x và nhiệt độ ủ, trong đó, độ rộng vùng cấm được hạ thấp bằng cách ủ tại nhiệt độ nhỏ hơn 750 °C, trong đó, độ rộng vùng cấm được tăng bằng cách ủ tại nhiệt độ lớn hơn 860 °C, trong đó, độ rộng vùng cấm được làm giảm bằng cách chọn trị số cho x nhỏ hơn 0,5, và trong đó, độ rộng vùng cấm được tăng bằng cách chọn trị số cho x lớn hơn 0,5, nhờ đó tạo thành hợp kim với trị số độ rộng vùng cấm được chọn.

Ví dụ 2: Việc điều khiển sau khi tổng hợp của cấu trúc đa tinh thể

Thỏi $\text{CdSe}_{0,4}\text{Te}_{0,6}$ được tạo ra bởi quy trình LAPS, như được mô tả ở trên, được đặt vào trong lò. Khí quyển khí trơ của khí nitơ được đưa vào trong lò tại áp suất môi trường. Thỏi được gia nhiệt tại nhiệt độ 700 °C trong khoảng 10 giờ.

Cấu trúc tinh thể, đặc trưng bằng cách sử dụng nhiễu xạ tia X, của thỏi được ủ được thể hiện trên Fig.8. Thỏi được tạo ra bởi phương pháp này có hỗn hợp của pha lục giác và pha lập phương với pha lập phương trội hơn. Pha lập phương là 98,6% và pha lục giác là 1,4% của cấu trúc. Việc sử dụng quy trình lò áp suất môi trường để tổng hợp, hơn là

LAPS, làm cho nó không thể tạo ra mức pha lập phương này, thậm chí là nhiều hơn 30 giờ ủ.

Việc sử dụng ủ sau khi tổng hợp, pha tinh thể được tạo ra có thể được điều chỉnh bằng cách điều khiển nhiệt độ ủ. Việc sử dụng LAPS, năng suất có thể là lớn hơn 99,5%, với các năng suất được đo là khoảng 99%. Việc tạo hợp phần LAPS là rất nhanh (~20 giây) trợ giúp việc sản xuất thông suốt. Khối lượng riêng của thỏi là rất cao, gần với khối lượng riêng lý thuyết (>95%). Việc sử dụng LAPS cùng với việc ủ sau khi tổng hợp tạo ra các phương pháp để điều chỉnh cấu trúc tinh thể và tạo ra hợp chất chất lượng cao theo cách hiệu quả.

Theo một phương án thực hiện, phương pháp còn bao gồm bước: nạp thỏi được tạo hợp kim vào trong lò và ủ thỏi được tạo hợp kim bằng cách duy trì nhiệt độ được chọn cho khoảng thời gian được chọn. Theo một phương án thực hiện, nhiệt độ ủ được chọn từ nhóm bao gồm: khoảng 700 °C; khoảng 900 °C; 650-750 °C; 500-750 °C; 860-1100 °C; 600-750 °C; 650-950 °C; và 400-1500 °C. Theo một phương án thực hiện, khoảng thời gian ủ được chọn từ nhóm bao gồm: khoảng 5 giờ; khoảng 8 giờ; khoảng 10 giờ; 2-10 giờ; 6-12 giờ; 2-24 giờ; và 1-36 giờ.

Pha lập phương có thể được duy trì và được làm ổn định tại phần trăm cao của selen, lên tới ~100% bằng cách ủ trong thời gian tương đối ngắn tại nhiệt độ thấp. Sự đáng kể cụ thể là việc tổng hợp của lập phương CdSe và CdSeTe mà trong đó Se>Te, các hợp kim này thường được tạo ra như là bột với cấu trúc tinh thể pha lục giác chiếm ưu thế.

Việc kết hợp điều khiển nồng độ của Se trong các hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ và xử lý làm ổn định, làm cho độ rộng vùng cấm có thể được điều chỉnh trong khoảng giới hạn rộng (1,4 đến 1,7 eV tại nhiệt độ phòng). Với việc đưa vào các chất pha tạp thứ cấp, có thể thu được thay đổi tiếp nữa trong cấu trúc pha và việc thiết kế độ rộng vùng cấm trong khoảng giới hạn rộng hơn. Các phương pháp này có thể được áp dụng cho việc sản xuất quy mô lớn các bột có chất lượng cao với độ rộng vùng cấm có thể điều chỉnh được. Đặc tính uốn cong độ rộng vùng cấm trong các hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ đã được xác định trên

nồng độ Se và cấu trúc pha sử dụng các thiết bị đo phổ quang học huỳnh quang (Photoluminescence - PL) và UV-Vis nhiệt độ phòng.

Được tạo ra là thỏi hợp kim catmi có thành phần nguyên tử là $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, trong đó, x nằm trong khoảng giữa 0 và 1, và có cấu trúc tinh thể được điều chỉnh giữa cấu trúc lập phương và cấu trúc lục giác.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, hợp kim có cấu trúc tinh thể mà ít nhất là 95% lập phương, như được đo bởi phân tích tán xạ ngược điện tử (electron backscatter diffraction - EBSD) của mặt cắt trung bình của thỏi.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x nằm trong khoảng giữa 0,20 và 0,99 và pha tinh thể được điều chỉnh về pha được chọn từ nhóm bao gồm: 80-100% lập phương; 80-90% lập phương; lớn hơn 80% lập phương; lớn hơn 85% lập phương; lớn hơn 90% lập phương; lớn hơn 95% lập phương; lớn hơn 98% lập phương; và lớn hơn 99% lập phương.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x là lớn hơn khoảng 0,30 và cấu trúc tinh thể ít nhất là 90% lập phương. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x là lớn hơn khoảng 0,40 và cấu trúc tinh thể ít nhất là 90% lập phương. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x là lớn hơn khoảng 0,50 và cấu trúc tinh thể ít nhất là 90% lập phương.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x nằm trong khoảng giữa 0,25 và 0,75 và độ rộng vùng cấm của hợp kim là nhỏ hơn khoảng 1,45 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x nằm trong khoảng giữa 0,25 và 0,75 và độ rộng vùng cấm của hợp kim là nhỏ hơn khoảng 1,40 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x nằm trong khoảng giữa 0,4 và 0,6 và độ rộng vùng cấm của hợp kim là nhỏ hơn khoảng 1,45 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, x nằm trong khoảng giữa 0,4 và 0,6 và độ rộng vùng cấm của hợp kim là nhỏ hơn khoảng 1,40 eV.

Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, độ rộng vùng cấm là nhỏ hơn khoảng 1,45 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, độ rộng vùng cấm là trị số nằm trong khoảng giới hạn từ 1,35 và 1,65 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, độ rộng vùng cấm của hợp kim là nhỏ hơn khoảng 1,45 eV nhưng lớn hơn 1,4 eV. Theo một phương án thực hiện của hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, độ rộng vùng cấm của hợp kim là lớn hơn khoảng 1,45 eV, trong $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, khi x nằm trong khoảng giữa 0,6 và 1,0, và pha lục giác là chiếm ưu thế.

Cũng được đề xuất là phương pháp tạo thành hợp kim catmi, bao gồm các bước: gia nhiệt phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn của các hạt rắn của catmi và các hạt của ít nhất một nguyên tố thứ hai trong buồng phản ứng được tạo áp suất để khởi tạo phản ứng tự lan truyền trong hỗn hợp, nhờ đó tạo thành hợp kim.

Phương án thực hiện khác là phương pháp tạo thành thỏi hợp kim catmi có thành phần nguyên tử $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, trong đó, x nằm trong khoảng giữa 0 và 1, và có cấu trúc tinh thể được điều chỉnh giữa lập phương và cấu trúc lục giác, phương pháp bao gồm các bước: nhận diện trị số độ rộng vùng cấm mong muốn trong khoảng giới hạn từ 1,1 đến 1,8 eV; điều chỉnh độ rộng vùng cấm bằng cách chọn trị số cho x , trong đó, trị số cho x nhỏ hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa khoảng 1,35 và 1,50, và trong đó, trị số cho x lớn hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa 1,40 và 1,65; phối trộn các bột catmi, telua, và selen theo hợp phần $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ với kích cỡ các hạt từ 1 đến 200 μm để tạo thành hỗn hợp được phối trộn; gia nhiệt phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn trong buồng phản ứng được tạo áp suất để khởi tạo phản ứng tự lan truyền trong hỗn hợp, nhờ đó tạo thành thỏi; tinh chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi được tạo thành, trong đó, bước tinh chỉnh bao gồm ủ thỏi tại nhiệt độ làm ổn định được chọn; và trong đó, bước tinh chỉnh bao gồm: chọn nhiệt độ ủ để điều chỉnh cấu trúc tinh thể, nhờ đó độ rộng vùng cấm có thể được làm giảm khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 500 - 750°C, hoặc độ rộng vùng cấm có thể được tăng bởi khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 860-1100°C; nhờ đó tạo thành hợp kim với trị số độ rộng vùng cấm được chọn.

Theo phương án thực hiện khác, độ rộng vùng cấm có thể được thiết kế lên cao hoặc xuống thấp nữa nhờ việc chứa các chất pha tạp cụ thể, X vào trong hợp kim $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ tam nguyên để tạo thành hợp kim được pha tạp X $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$. Việc chọn của chất pha tạp, X, từ hoặc là Zn hoặc Mg có thể đẩy độ rộng vùng cấm tới khoảng giới hạn trên 1,65, lên tới khoảng 1,8. Ngược lại, việc chọn chất pha tạp, X, từ hoặc là Si hoặc là Ag có thể đẩy độ rộng vùng cấm tới các khoảng dưới hạn bên dưới 1,35 xuống tới khoảng 1,1.

Ví dụ 3: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - CdS

Catmi sulfua là ứng viên kém cho việc xử lý phản ứng SHS truyền thống. Nó có nhiệt rất cao cho phản ứng tạo thành nhiệt độ đoạn nhiệt vượt quá nhiều so với điểm sôi của sản phẩm. Hơn nữa, điểm nóng chảy của nó là cao hơn điểm sôi của nó tại áp suất môi trường (tức là Các việc thăng hoa CdS tại áp suất khí quyển). Do trạng thái nóng chảy không thể được đạt tới tại áp suất môi trường, nên bột mịn, không phải là sản phẩm hạt, được tạo ra trong phản ứng SHS không được điều chỉnh. Ví dụ của thỏi CdS được tạo thành chủ yếu từ sản phẩm bột được thể hiện trên Fig.12. Phản ứng áp suất khí quyển được tạo thành trong sản phẩm được tạo thành từ hầu hết, toàn bộ là các hạt bụi mịn với năng suất vật liệu thô là 77%.

Quy trình LAPS khắc phục được các thách thức để tạo ra các thỏi CdS đa tinh thể. Quy trình được thực hiện tại áp suất đủ cao để thu được trạng thái CdS nóng chảy (xấp xỉ 10 bar, 1000 KPa). Do nhiệt độ đoạn nhiệt cao và điểm sôi tương đối thấp, nên các áp suất cao là hữu dụng cho quy trình LAPS để đạt được các năng suất tốt trong việc tạo thành thỏi CdS. Theo cách phương án thực hiện cụ thể, áp suất buồng lò phản ứng có trị số áp suất được chọn từ: lớn hơn 20 bar (2.000 KPa) , lớn hơn 30 bar (3.000 KPa) , 20-100 bar (2.000 – 10.000 KPa), và khoảng 50 bar (5.000 KPa).

Thách thức chủ yếu cuối cùng cho hệ thống CdS là các điểm sôi của các vật liệu thô là nhỏ hơn nhiều so với điểm nóng chảy của sản phẩm cuối cùng, làm cho nó khó ngăn được các thành phần chưa được phản ứng, cụ thể là lưu huỳnh, khỏi việc bay hơi trong

suốt quá trình phản ứng. Do đó, để tối đa hóa năng suất phản ứng, sẽ có lợi nếu sử dụng các hạt phản ứng rất mịn, dạng bột với diện tích bề mặt cao và được phối trộn kỹ.

Theo một phương án thực hiện, quy trình LAPS, sử dụng laze 532nm để khởi tạo phản ứng CdS bên trong bình áp suất, tạo ra thỏi CdS đa tinh thể lớn có các tinh thể kích cỡ micron và với năng suất vật liệu thô lớn hơn 90%. Ví dụ của CdS thỏi được tạo thành bởi LAPS được mô tả trên Fig.13. Phản ứng tạo áp suất được tạo ra với thỏi đa tinh thể với bụi hạt nhỏ chỉ trên bề mặt thỏi và năng suất vật liệu thô là 98%. Thỏi này là thích hợp cho việc xử lý sau đó thành bột chảy tự do sử dụng các phương pháp nghiền và sàng truyền thống.

Ví dụ 4: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - CdSe

Phản ứng của Cd với Se là tỏa nhiệt rất nhiều. Thông thường, việc phản ứng hai bột tạo thành năng suất là 30% hoặc nhỏ hơn, cùng với các quan tâm tới sự an toàn được kết hợp với các phản ứng tỏa nhiệt.

Như được thảo luận với hợp kim CdSeTe ($\text{CdSe} = \text{CdSe}_1\text{Te}_0$), quy trình LAPS đã tạo ra các thỏi CdSe với năng suất, mật độ và độ tinh khiết được tăng. Việc sử dụng quy trình LAPS với việc ủ, làm cho pha lục giác hoặc pha lập phương có thể được tạo tác thủ công và được làm ổn định tại các nhiệt độ khác nhau.

Ví dụ 5: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - CdS

Catmi telurit là hợp phần gần như lý tưởng cho việc sản xuất SHS. Nó kết hợp điểm sôi cao một cách hợp lý của sản phẩm với nhiệt phản ứng thấp hơn tạo thành trong nhiệt độ đoạn nhiệt đủ để làm nóng chảy hoàn toàn sản phẩm. Nhược điểm chính là điểm sôi thấp của sản phẩm so sánh với điểm nóng chảy. Nó tạo ra nhu cầu phải thêm bột CdTe mịn (20-25 % khối lượng) vào hỗn hợp phản ứng để làm giảm tổn thất sản phẩm trong suốt phản ứng khi được thực hiện tại hoặc gần áp suất khí quyển, tuy nhiên, việc sử dụng dụng LAPS, các năng suất cao được tạo ra mà không có hoặc sử dụng tối thiểu các hạt mịn.

Sử dụng LAPS, thỏi CdTe được làm nóng chảy hoàn toàn gần tới năng suất 100% Te được tạo ra sử dụng 2 % nguyên tử vượt quá Cd và không có hạt mịn CdTe. Theo một phương án thực hiện, các hạt được đánh lửa tại khoảng 300psig trong khí quyển N₂ với laze 10W 1064 nm (IPG Photonics, Oxford, MA). Theo phương án thực hiện khác, các hạt được đánh lửa tại khoảng 300psig trong khí quyển N₂ với laze 12W 532 nm (TYKMA, Chillicothe, OH).

Ví dụ 6: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - ZnTe

Kẽm telurit được tạo ra. Kẽm telurit là hợp phần tốt cho việc sản xuất SHS vì các lý do tương tự như đối với CdTe. Nó cũng chia sẻ cùng một nhược điểm của điểm sôi thấp so sánh với điểm nóng chảy. Do nhiệt phản ứng cao nên thành phần các hạt chất dập tắt cao hơn là hữu ích cho để chứa cùng với các chất phản ứng để điều khiển phản ứng và duy trì các năng suất cao.

Theo một phương án thực hiện, laze 532nm được sử dụng để khởi tạo phản ứng ZnTe bên trong bình áp suất. Vật liệu thô hỗn hợp sử dụng tỉ lệ nguyên tử 1:1 của Zn và Te và 10-25 % khối lượng bột ZnTe để điều khiển phản ứng. Phương pháp LAPS cho việc sản xuất ZnTe sử dụng lượng được làm giảm của các hạt mịn hoặc các hạt chất dập tắt khi được so sánh với phản ứng SHS không được điều chỉnh. Tuy nhiên, do nhiệt phản ứng cao nên sẽ là hữu ích để tích hợp một số hạt chất dập tắt với các hạt phản ứng để cải thiện năng suất, hoặc áp suất lớn hơn 300psig có thể được sử dụng để đạt được thỏi có mật độ cao hơn.

Ví dụ 7: Phản ứng áp suất cao, được khởi tạo bằng laze - CdSTe

Hợp kim catmi-lưu huỳnh telurit được tạo ra. Trong các thành phần mà trong đó lưu huỳnh là nhỏ hơn 5%, các tính chất vật liệu và kỹ thuật sản xuất là tương tự như đối với CdTe. Mặc dù có thể sử dụng nguyên tố lưu huỳnh làm vật liệu thô để sản xuất các hợp kim CdSTe, nhưng sẽ có lợi nếu thêm bột CdS vào phối trộn vật liệu thô, hơn là lưu huỳnh nguyên tố, trước khi phản ứng để tối thiểu hóa tổn thất lưu huỳnh.

Trong quy trình áp suất môi trường được tạo ra bởi lò, vật liệu thô hỗn hợp sử dụng tỉ lệ nguyên tử 1:1 của Cd và Te và lượng thấp hơn của các hạt mịn CdTe (10-15 % khối lượng) để bù cho việc thêm vào của CdS, mà, giống như các hạt mịn CdTe, tác dụng như là chất dập tắt trong suốt phản ứng. Tỉ lệ của Cd và Te cũng là 1:1 trong quy trình LAPS. Khi sử dụng quy trình LAPS, việc thêm vào của các hạt mịn CdTe là tùy chọn khi phản ứng được tiến hành tại áp suất đủ. Theo một phương án thực hiện, phản ứng được thực hiện tại 300psig với 5-25 % khối lượng CdS và không có hạt mịn CdTe.

Phần mô tả nêu trên của các khía cạnh và các phương án thực hiện khác nhau của sáng chế đã được thể hiện cho các mục đích minh họa và mô tả. Nó không nhằm làm hạn chế tất cả các phương án thực hiện thực hiện hoặc làm hạn chế sáng chế vào các khía cạnh cụ thể được bộc lộ ở đây. Các biến đổi hoặc biến thể rõ ràng là khả thi nhờ phần chỉ dẫn nêu trên và các biến đổi hoặc biến thể này cũng sẽ nằm trong phạm vi của sáng chế được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ kèm theo khi được hiểu theo nghĩa công bằng, hợp pháp và không thiên vị, mà nó thuộc vào đó.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tạo thành hợp kim kim loại bao gồm các bước:

phối trộn hỗn hợp của các hạt của chất kim loại thứ nhất bao gồm Cd, có kích cỡ hạt nhỏ hơn 100 μm và các hạt của ít nhất một chất thứ hai bao gồm ít nhất một thành phần trong số Se, Te, S, Hg, hoặc Zn, có kích cỡ hạt nhỏ hơn 100 μm , nhờ đó tạo thành hỗn hợp được phối trộn, trong đó hỗn hợp được phối trộn còn bao gồm chất dập tắt, và trong đó chất dập tắt bao gồm ít nhất một thành phần trong số CdTe, CdSe, CdS, hoặc ZnTe;

tạo áp suất hỗn hợp được phối trộn tới áp suất từ khoảng 100 tới 20.000 KPa trong lò phản ứng áp suất;

khởi tạo phản ứng tự lan truyền bằng cách hướng nguồn năng lượng điểm tới phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn bên trong lò phản ứng áp suất, và

làm mát lò phản ứng áp suất trong suốt quá trình lan truyền của phản ứng tỏa nhiệt, để loại bỏ nhiệt được sinh ra từ phản ứng, nhờ đó tạo thành thỏi được tạo hợp kim bao gồm hợp kim kim loại.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nguồn năng lượng điểm là laze.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước:

duy trì áp suất trong suốt phản ứng tự lan truyền, trong đó áp suất được chọn từ nhóm bao gồm: 2.000-3.000 KPa; 1.000-5.000 KPa; 500-10.000 KPa; và 1.000-10.000 KPa.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp được phối trộn về cơ bản bao gồm các hạt có kích cỡ được chọn từ nhóm bao gồm: 1-50 μm ; 1-100 μm ; và nhỏ hơn 50 μm .

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước:

nạp thỏi được tạo hợp kim vào trong lò; và

ủ thổi được tạo hợp kim bằng cách duy trì nhiệt độ làm ổn định được chọn cho khoảng thời gian được chọn,

trong đó nhiệt độ làm ổn định được chọn từ: (a) 500 tới 800 °C; hoặc (b) 800 tới 1100 °C; và

trong đó khoảng thời gian là 2-24 giờ.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hỗn hợp được phối trộn còn bao gồm ít nhất một chất pha tạp được chọn từ nhóm bao gồm: Bi; Cl; Cu; Sb; Hg; In; Ga; Ag; Au; Br; I; As; Pb; Na; Li; K; B; Al; Tl; Ge; Sn; P; Si; và F.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó thổi được tạo hợp kim bao gồm hợp kim kim loại bao gồm hợp phần $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, trong đó x nằm trong khoảng giữa 0 và 1, và có cấu trúc tinh thể được điều chỉnh giữa cấu trúc lập phương và lục giác.

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó x nằm trong khoảng giữa 0,20 và 1 và trong đó cấu trúc tinh thể của hợp phần $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ là lớn hơn 90% lập phương.

9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lò phản ứng áp suất được làm mát trong suốt phản ứng tỏa nhiệt tự lan truyền nhờ chất lưu làm mát tuần hoàn quanh lò phản ứng áp suất trong vỏ làm mát.

10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp kim kim loại là hợp kim tam nguyên chứa catmi.

11. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp kim kim loại là hợp kim nhị nguyên chứa catmi.

12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp kim kim loại là hợp kim tứ nguyên chứa catmi.

13. Phương pháp theo điểm 1, trong đó hợp kim kim loại là hợp kim tam nguyên có hợp phần nguyên tử là $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, trong đó x nằm trong khoảng giữa 0,20 và 0,99.

14. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất dập tắt bao gồm CdTe.

15. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất dập tắt bao gồm các hạt chất dập tắt có kích cỡ trong khoảng giới hạn từ khoảng 10 μm tới khoảng 300 μm , và trong đó hợp phần của hỗn hợp được phối trộn bao gồm từ khoảng 5% tới khoảng 60% chất dập tắt theo khối lượng.

16. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nguồn năng lượng điểm bao gồm ít nhất một thành phần trong số maze hoặc súng plasma.

17. Phương pháp theo điểm 1, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước:

 nạp thỏi được tạo hợp kim vào trong lò; và

 ủ thỏi được tạo hợp kim bằng cách duy trì nhiệt độ được chọn cho khoảng thời gian được chọn,

 trong đó nhiệt độ được chọn là trong khoảng giới hạn từ 300°C tới 950°C; và

 trong đó khoảng thời gian được chọn là trong khoảng giới hạn từ 0,5 giờ đến 15 giờ.

18. Phương pháp theo điểm 1, trong đó chất dập tắt bao gồm các hạt chất dập tắt có kích cỡ trong khoảng giới hạn từ khoảng 10 μm tới khoảng 300 μm .

19. Phương pháp điều chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi được tạo hợp kim bao gồm hợp phần $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$, phương pháp bao gồm các bước:

 nhận diện trị số độ rộng vùng cấm mong muốn trong khoảng giới hạn từ 1,1 đến 1,8 eV;

 điều chỉnh độ rộng vùng cấm bằng cách chọn trị số cho x, trong đó trị số cho x nhỏ hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa 1,1 và 1,50, và trong đó trị số cho x lớn hơn 0,5 tương ứng với độ rộng vùng cấm giữa 1,40 và 1,8;

 phối trộn các bột catmi, telua, và selen theo hợp phần $\text{CdSe}_x\text{Te}_{(1-x)}$ với kích cỡ các hạt từ 1 tới 100 μm để tạo thành hỗn hợp được phối trộn, trong đó hỗn hợp được phối trộn này còn bao gồm chất dập tắt, và trong đó chất dập tắt bao gồm ít nhất một thành phần trong số CdTe, CdSe, CdS, hoặc ZnTe;

gia nhiệt phần được định xứ của hỗn hợp được phối trộn trong buồng phản ứng được tạo áp suất để khởi tạo phản ứng tự lan truyền trong hỗn hợp, nhờ đó tạo ra thỏi được tạo thành;

làm mát lò phản ứng áp suất trong suốt quá trình lan truyền của phản ứng tỏa nhiệt, để loại bỏ nhiệt được sinh ra từ phản ứng;

tinh chỉnh độ rộng vùng cấm của thỏi được tạo thành, trong đó bước tinh chỉnh bao gồm việc ủ thỏi được tạo thành tại nhiệt độ làm ổn định được chọn; và

trong đó bước tinh chỉnh bao gồm việc: chọn nhiệt độ ủ để điều chỉnh cấu trúc tinh thể, nhờ đó độ rộng vùng cấm có thể được làm giảm với lượng khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 500 - 750°C, hoặc độ rộng vùng cấm có thể được tăng với lượng khoảng 0,02 eV bằng cách ủ tại nhiệt độ khoảng 860-1100°C;

nhờ đó tạo thành thỏi được tạo hợp kim với trị số độ rộng vùng cấm được chọn.

20. Phương pháp theo điểm 19, trong đó buồng phản ứng được tạo áp suất được tạo áp suất tới áp suất trong khoảng giới hạn từ 100 tới 20.000 KPa trong suốt phản ứng tự lan truyền.

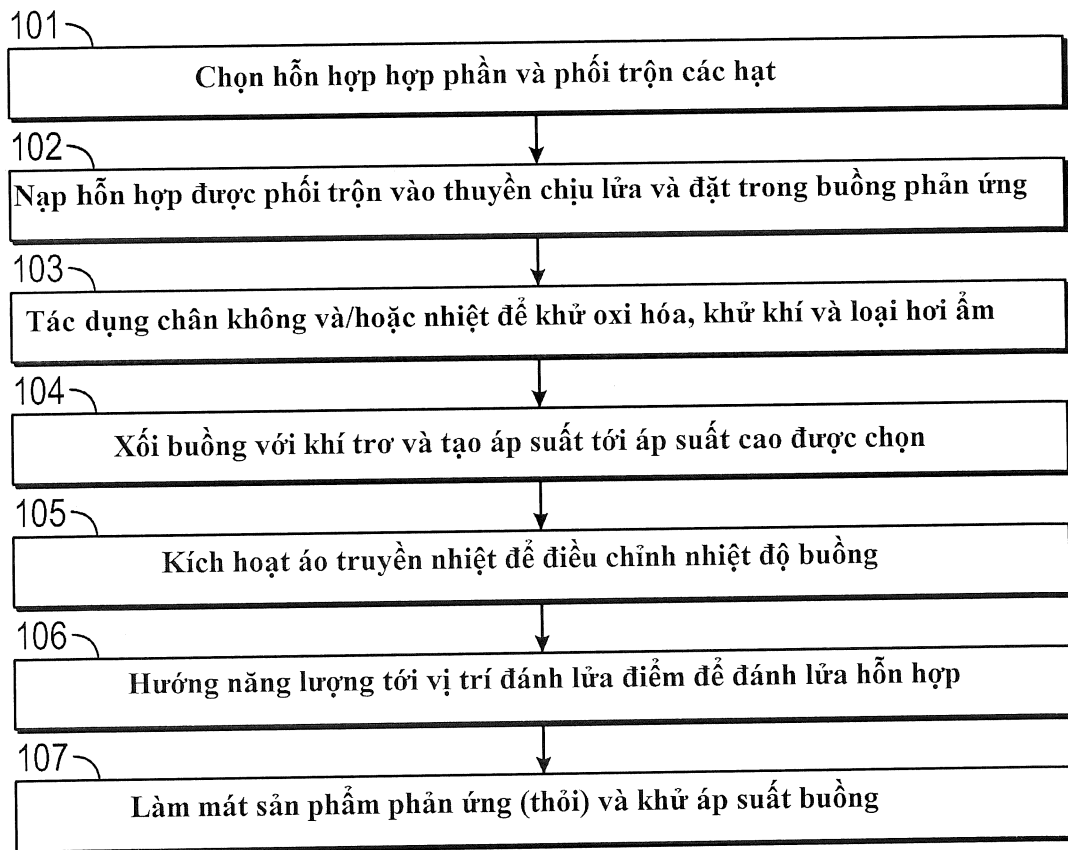


FIG. 1

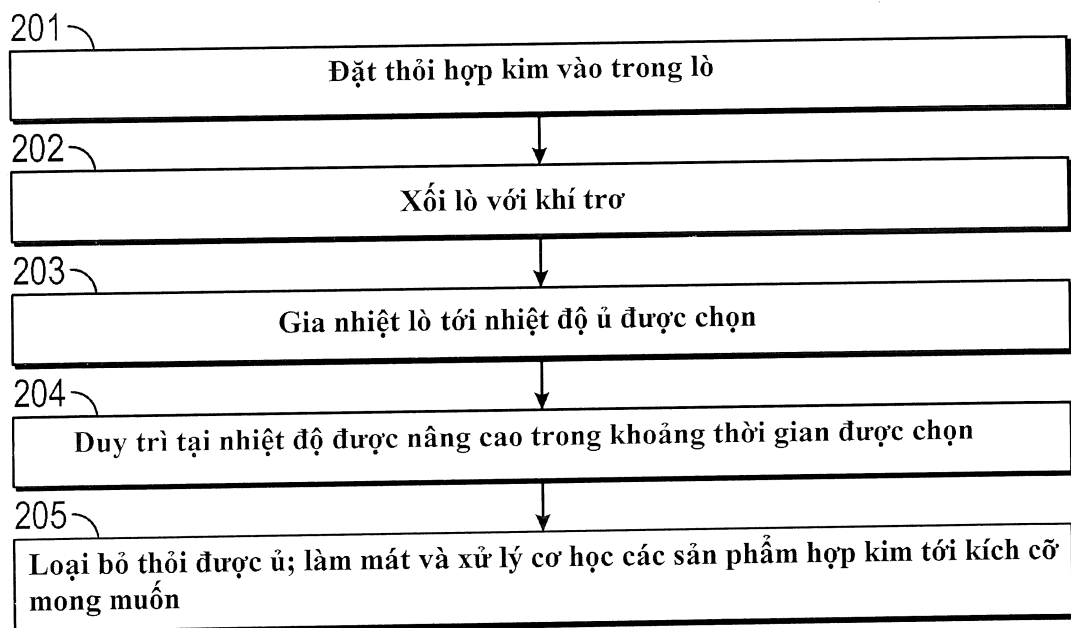


FIG. 2

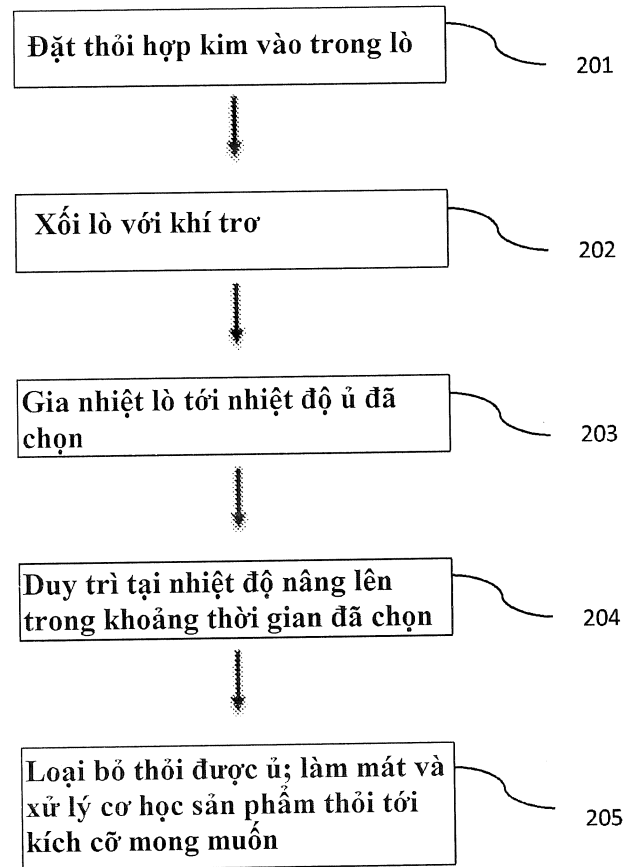


Fig. 2

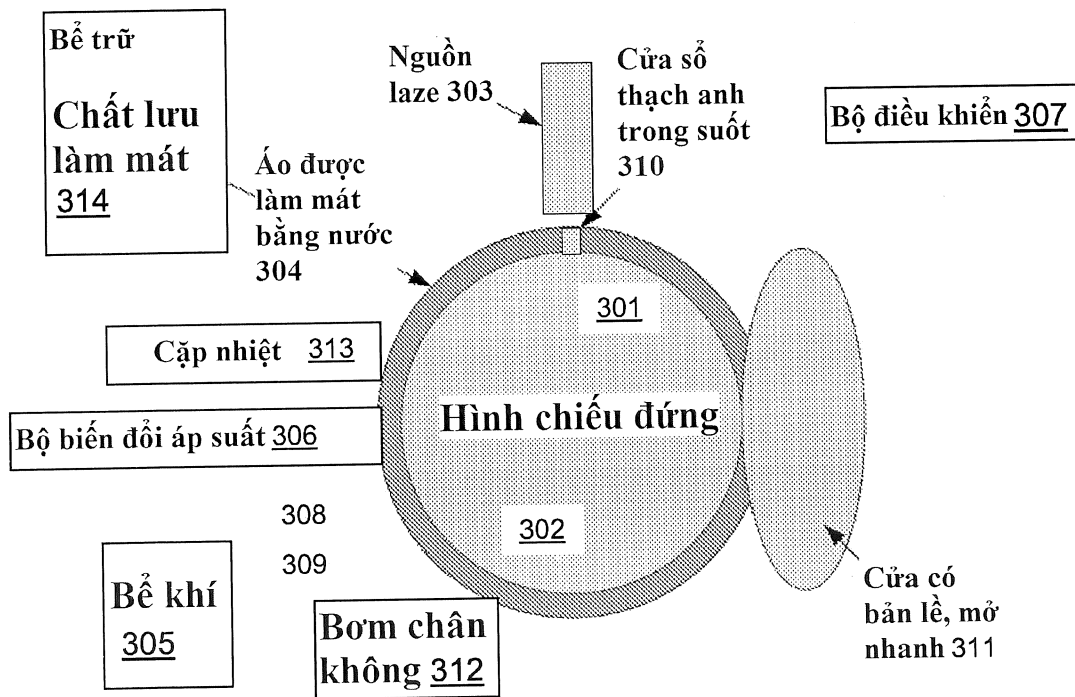


FIG. 3

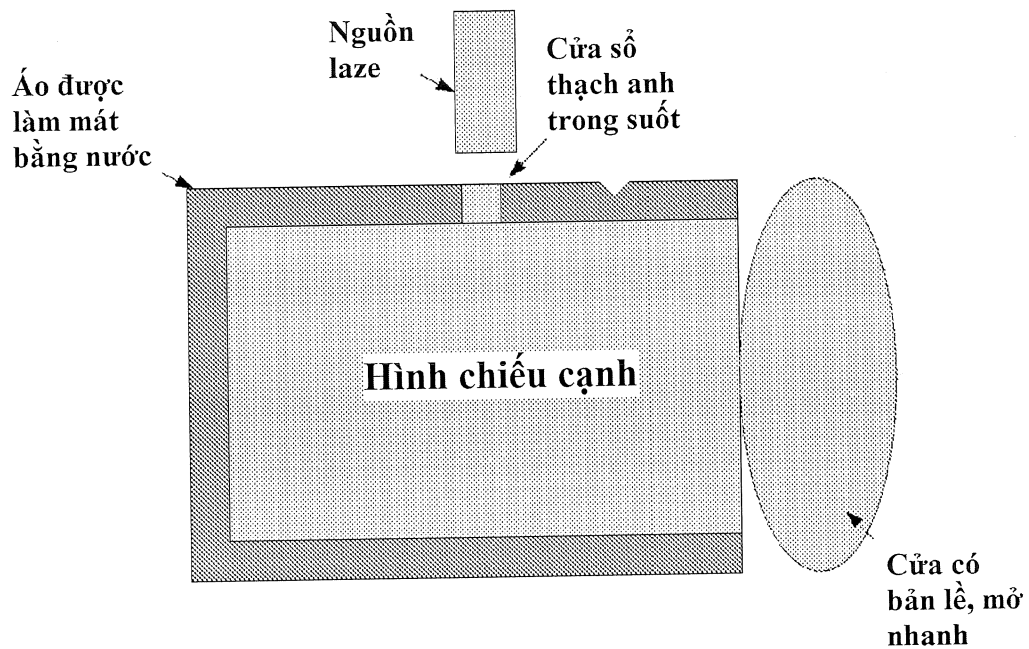
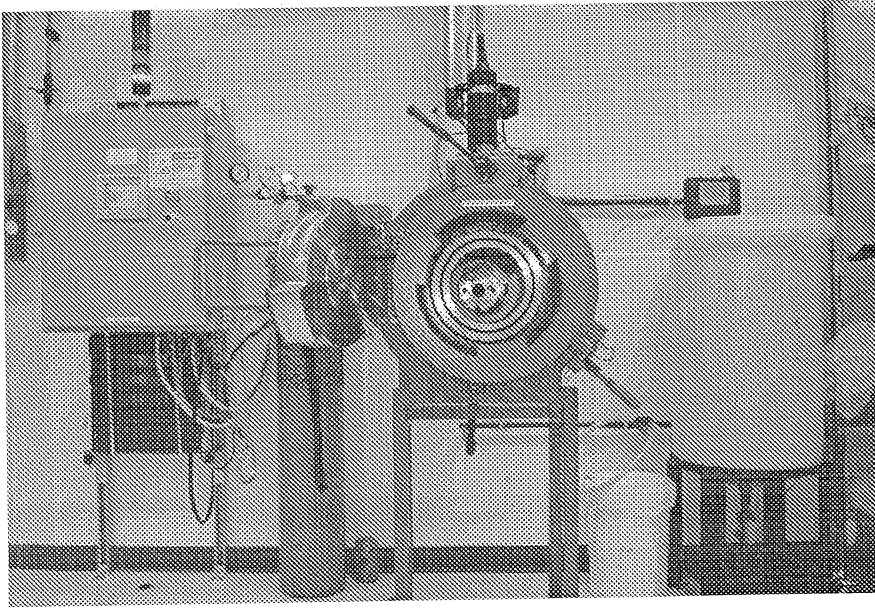
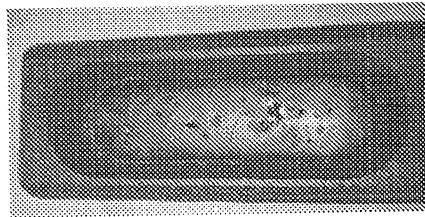
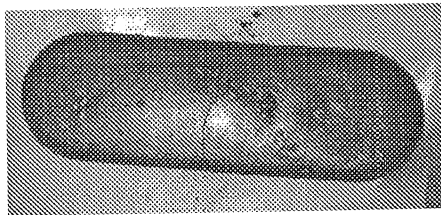
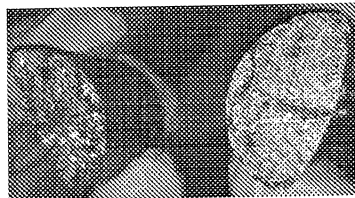


FIG. 4

**FIG. 5****FIG. 6A****FIG. 6B****FIG. 6C**

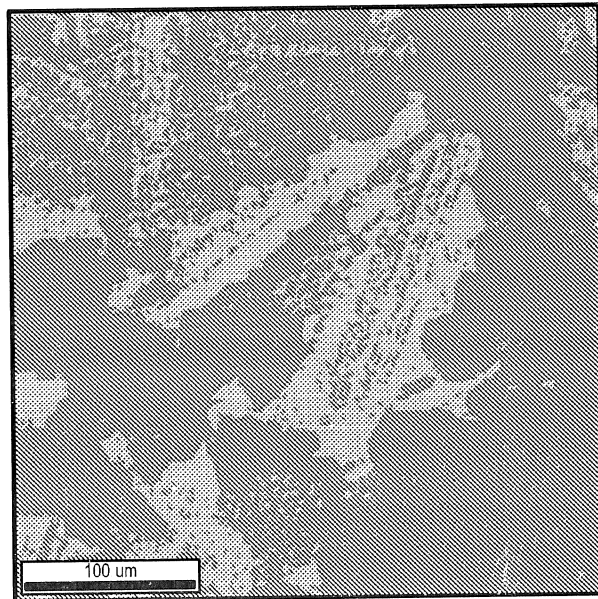
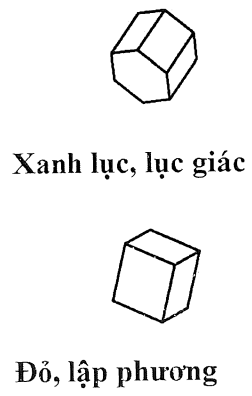


FIG. 7

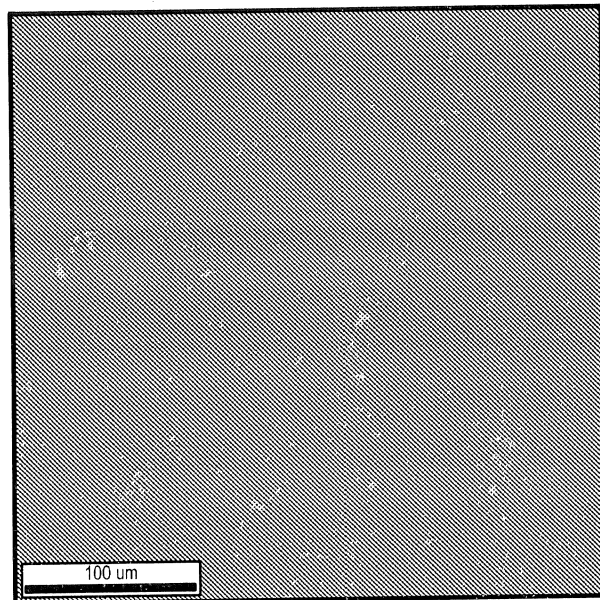
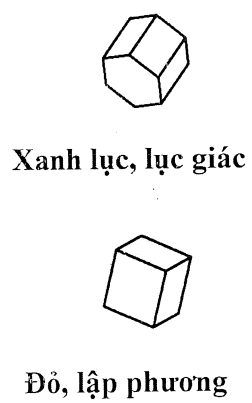


FIG. 8

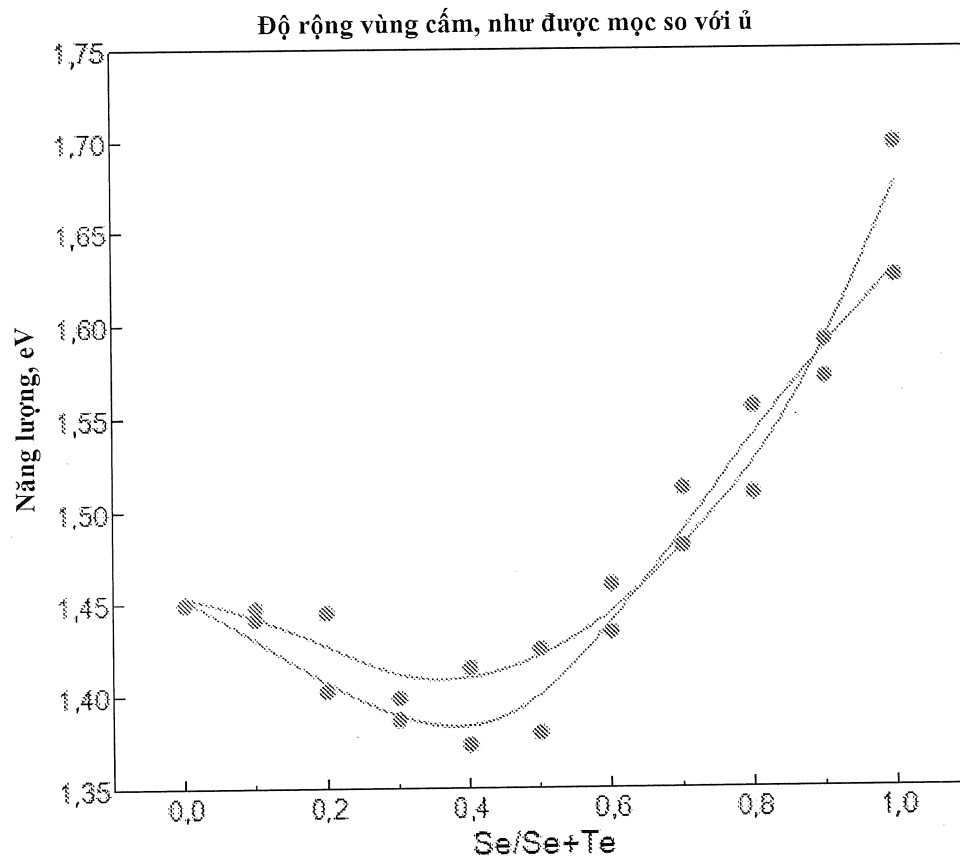


FIG. 9

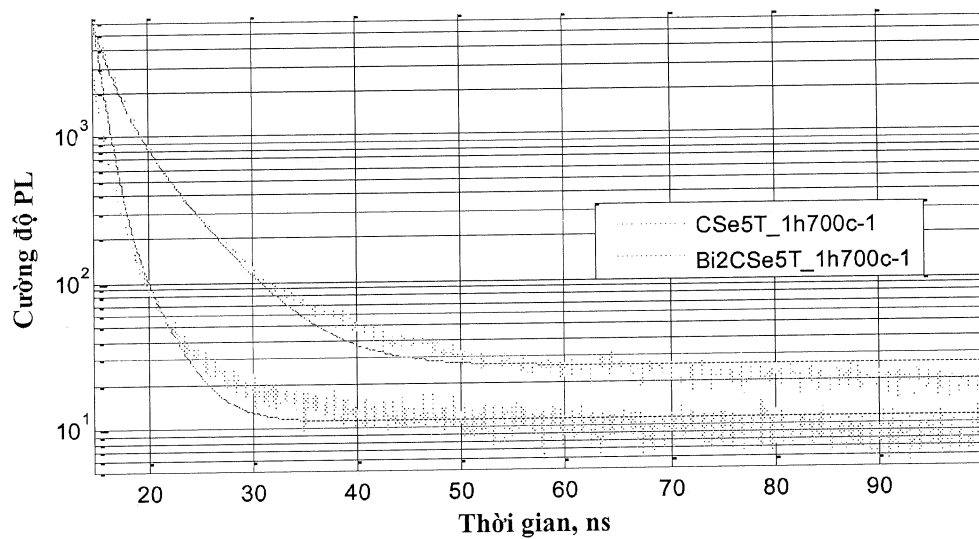


FIG. 10A

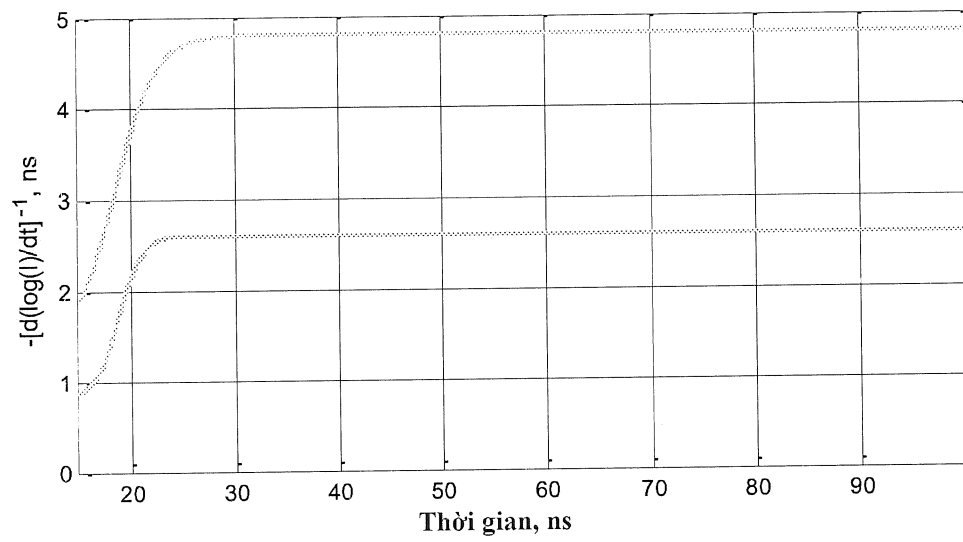


FIG. 10B

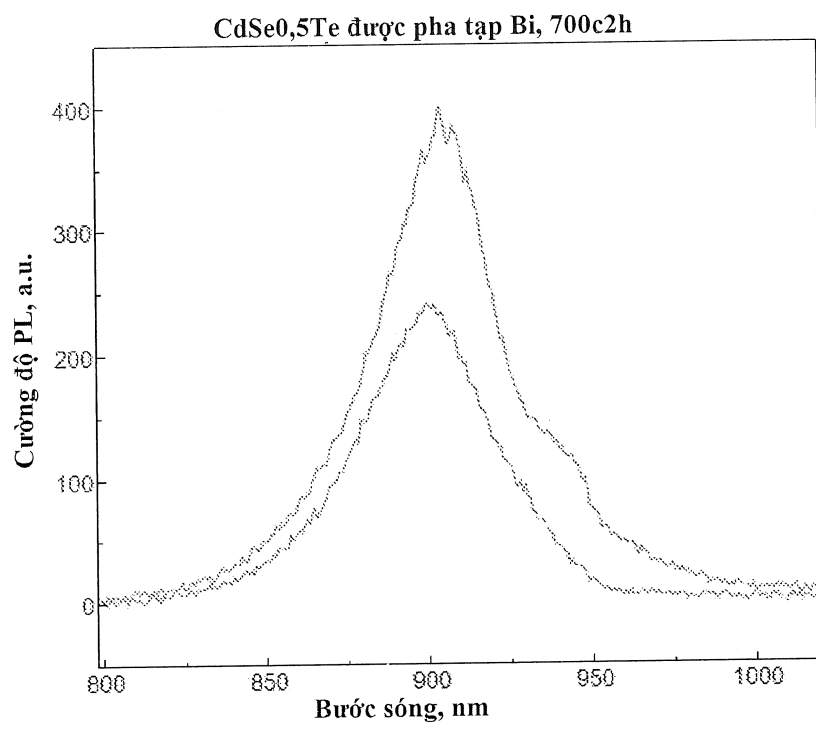


FIG. 11

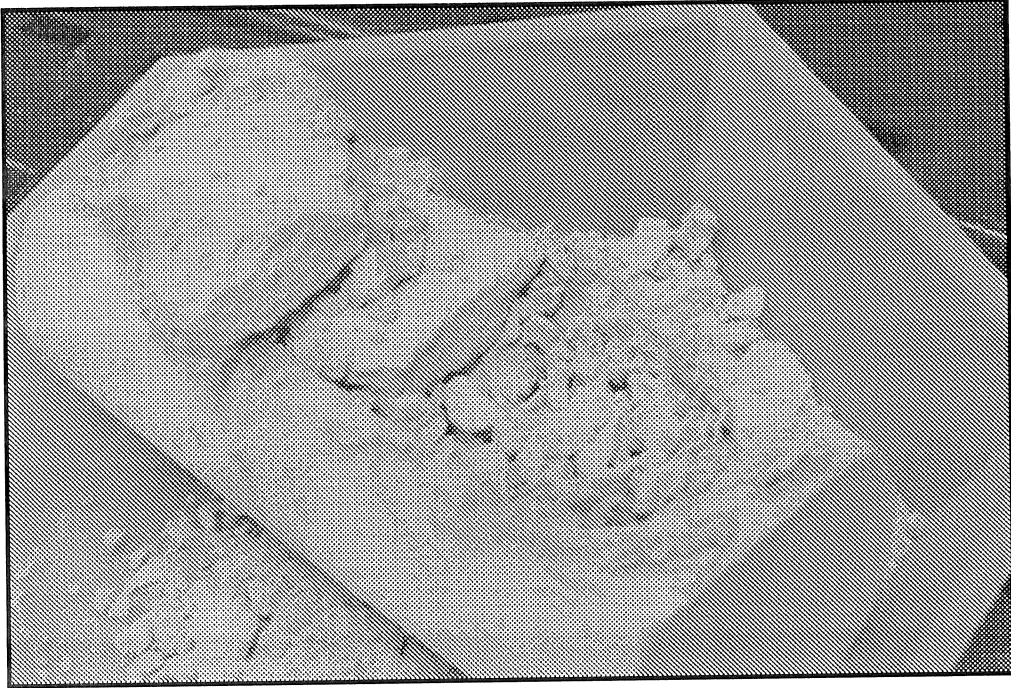


FIG. 12

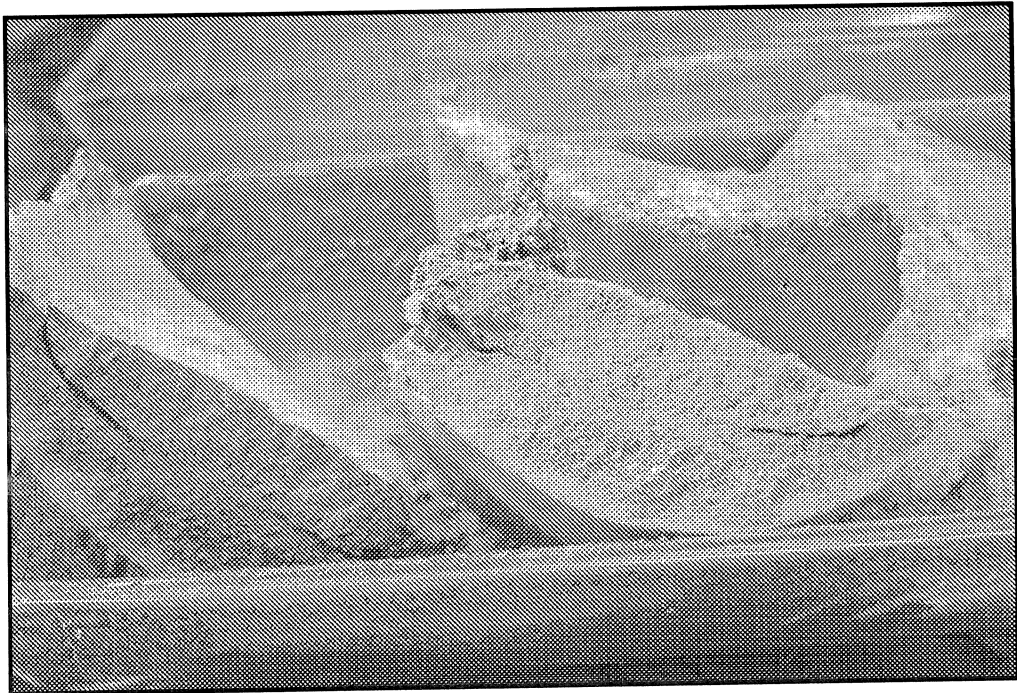


FIG. 13