



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **105530** (13) **C2**
(51) МПК (2014.01)
C30B 15/20 (2006.01)
G05D 27/00
C30B 35/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(21) Номер заявки: а 2012 00017	(72) Винахідник(и): Суздаль Віктор Семенович (UA), Єпіфанов Юрій Михайлович (UA), Соболев Олександр Вікторович (UA), Стрельников Микола Іванович (UA), Козьмін Юрій Семенович (UA), Демченко Вячеслав Васильович (UA), Тонкошкур Володимир Миколайович (UA)
(22) Дата подання заявки: 03.01.2012	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ СЦИНТИЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ НАН УКРАЇНИ, пр. Леніна, 60, м. Харків, 61001 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід: 26.05.2014	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 93940 C2, 25.03.2011 SU 1061533 A1, 20.01.1997 SU 1122012 A1, 20.10.1997 RU 2203351 C2, 27.04.2003 RU 2357023 C1, 27.05.2009 US 6176924 B1, 23.01.2001 US 2007/0151510 A1, 05.07.2007 JP 2008105873 A, 08.05.2008 D. Stockbarger. The production of large single crystals // Rev. Sci. Instr.-1936.-7, 3. - P. 133-136
(41) Публікація відомостей про заявку: 25.05.2012, Бюл.№ 10	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 26.05.2014, Бюл.№ 10	

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ З РОЗПЛАВУ В АМПУЛІ**(57) Реферат:**

Винахід належить до області вирощування монокристалів з розплаву в ампулі, зокрема виробництва органічних монокристалів. Заявлено пристрій для вирощування монокристалів з розплаву в ампулі, який містить двохзонну вертикальну піч, що має дві камери з нагрівачами, кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку із двигуном і приводом її переміщення, відліковий пристрій величини переміщення ампули, термопари встановлені на нагрівачах зазначених камер, регулятори зворотного зв'язку по температурі верхнього й нижнього нагрівачів, підключені до відповідних термопар і самих нагрівачів, енкодер, з'єднаний з валом двигуна, блок програмно-логічного керування й, підключені до нього, пристрій відображення інформації й блок керування двигуном, зв'язаний у свою чергу з останнім, при цьому енкодер з'єднаний з першим входом блока програмно-логічного керування, перший і другий входи/виходи цього блока з'єднані з регуляторами температури верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно, при цьому у пристрій уведено дві додаткові термопари, розташовані над і під діафрагмою, регулятор градієнта фронту кристалізації й модулі Пельтьє, розташовані симетрично на виступаючій з печі поверхні діафрагми, при цьому виходи верхньої й нижньої

UA 105530 C2

термопар підключені до першого й другого входів регулятора градієнта фронту кристалізації, а його виходи з'єднані із входами модулів Пельтьє, а також з третім входом/виходом блока програмно-логічного керування, відповідно.

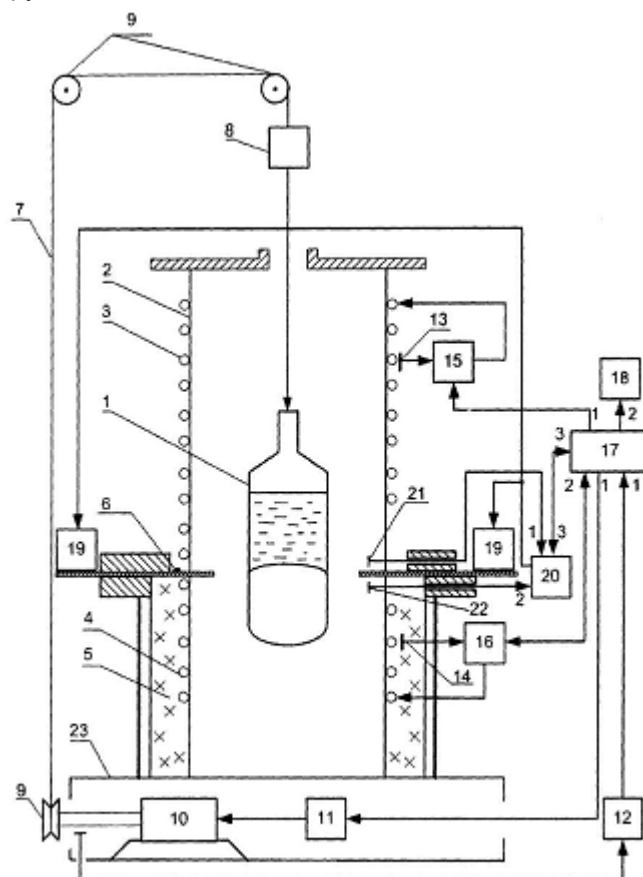


Fig.

Винахід належить до області вирощування монокристалів з розплаву в ампулі й може знайти застосування у виробництві органічних монокристалів (МК).

Пристрій для вирощування МК спрямованою кристалізацією розплаву в ампулі [D. Stockbarger. The production of large single crystals // Rev. Sci. Instr. - 1936. - 7, 3. - P. 133-136] містить вертикальну шахтну піч, що складається із двох камер з нагрівальними елементами, між якими встановлена кільцева розділова діафрагма, ампулу, виконану у формі циліндра з конусним дном, і механізм переміщення ампули.

Вирощування МК здійснюють шляхом переміщення ампули з розплавом речовини, що кристалізується, перегрітої щодо температури плавлення на 10-20 °С, з верхньої "гарячої" камери в нижню "холодну", через кільцеву розділову діафрагму.

Теплове поле при градуванні печі підбирають джерелами з вихідними напругами живлення нагрівальних елементів таким чином, що положення фронту кристалізації (температура T_k кристалізації), установлене над діафрагмою, повинне зберігатися протягом усього росту. Однак, на початковій стадії вирощування МК, особливо великого розміру (діаметр 80-120 мм для органічних МК), коли ампула опускається з верхньої камери в нижню, при перекритті конусним дном ампули отвору діафрагми виникають нестационарні конвекційні потоки в результаті того, що безупинно збільшується площа екранування простору, що з'єднує обидві частини ростової печі. Це приводить до того, що положення фронту кристалізації (ФК) з температурою T_k в міру проходження конічного дна ампули через діафрагму спочатку повільно опускається під неї, а, потім вертається в початкове положення, у результаті чого міняється форма ФК і швидкість вирощування. Фронт кристалізації здобуває ввігнуту форму (МК підплавляється), а швидкість кристалізації спочатку зменшується, а потім зростає, причому більш ніж у два рази. Причиною цього є порушення умов торцевого теплопроводу від ампули й, як наслідок, однорідності теплофізичних умов кристалізації на границі розподілу фаз кристал-розплав, що приводить до погіршення якості монокристала.

Відомий пристрій для вирощування МК із розплаву в ампулі [а. с. СРСР № 1122012, С30В 11/00], що містить двозонну вертикальну піч із нагрівачами, охолоджувану кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, розміщену в герметичному кожусі, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку й відліковий пристрій. При цьому дно ампули розміщене на відстані 0,4-0,8 її діаметра від дна кожуха, а відношення її діаметра до діаметра кожуха дорівнює 0,8-0,95. Кожух вакуумовано.

Відомий пристрій для вирощування МК із розплаву в ампулі [а. с. СРСР № 1061533, С30В 35/00], що містить двозонну вертикальну піч із нагрівачами, охолоджувану кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку й приводи переміщення ампули в горизонтальній площині у двох взаємно перпендикулярних напрямках, диференціальні термопари, установлені діаметрально протилежно на внутрішній поверхні охолоджуваної кільцевої діафрагми перпендикулярно напрямку переміщення ампули, відліковий пристрій і підсилювачі, виходи яких підключені до приводів переміщення ампули в горизонтальній площині, а входи підсилювачів з'єднані з виходами відповідних диференціальних термопар.

Загальним недоліком відомих пристроїв є низька ефективність водяного охолодження розділової діафрагми (наприклад, централізована мережа подачі води з температурою $T_w=18-20$ °С і незначними сезонними коливаннями цієї температури). У результаті теплових умов, що різко змінюються, у фронту кристалізації при переміщенні ампули з конічним дном, таке охолодження для рішення завдання усунення мінливості теплопроводу, є неефективним. Крім того, в умовах промислового виробництва, реалізація такого примусового охолодження, крім низької ефективності приводить також до ускладнення конструкції ростової печі.

Відомий пристрій для вирощування МК із розплаву в ампулі [UA 93 940, С30В 15/20, G05D 27/00], що містить двохзонну вертикальну піч, що має дві камери з нагрівачами, кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку із двигуном і приводом її переміщення, термопари й відліковий пристрій величини переміщення ампули. Термопари встановлені на нагрівачах зазначених камер, регулятори зворотного зв'язку по температурі верхнього й нижнього нагрівачів, підключені до відповідних термопар і самих нагрівачів, енкодер, з'єднаний з валом двигуна. Пристрій також містить блок програмно-логічного керування й, підключені до нього, пристрій відображення інформації й блок керування двигуном, зв'язаний у свою чергу з останнім, при цьому енкодер з'єднаний з першим входом блока програмно-логічного керування, другий і третій входи й перший і другий виходи якого підключені до других виходів і других входів регуляторів зворотного зв'язку верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно.

У результаті реалізації такого рішення, було відзначено підвищення точності відпрацьовування технологічних параметрів, виключення суб'єктивного фактора (втручання оператора), спрощення конструкції ростової печі (за рахунок виключення примусового водяного охолодження діафрагми) і експлуатації установок, у цілому. У підсумку, відзначено збільшення виходу придатних скінтиляторів.

Однак, у реальних умовах росту теплові режими, пов'язані з неконтрольованою динамікою температури ампули й діафрагми, піддані значним змінам. Недостатня об'єктивність контролю (низька інформативність) зміни конвекційних потоків у процесі опускання ампули в "холодну" камеру, неможливість оцінки впливу цих потоків на кристал, в останньому аналогу, пояснюються наявністю тільки характеристики зміни теплового режиму верхнього нагрівача, залежно від величини переміщення ампули, знятої попередньо, і тільки на стадії градуювання печі. Ця характеристика, у результаті неконтрольованої зміни теплових умов, має значні погрішності в процесі керування ростом. В інших розглянутих аналогах (при відсутності навіть такої характеристики) реалізація теплових режимів можлива тільки при наявності охолоджуваної діафрагми, процес охолодження якої, є малоефективним, у результаті використання водяного охолодження.

Низька точність реалізації теплових режимів, у результаті впливу факторів, що змінюються нестационарно, особливо в області розташування ампули й діафрагми, ускладнює завдання стабілізації градієнта температури у ФК. Тому, ці недоліки приводять до низької стійкості положення ФК над діафрагмою, аж до розриву суцільності злитка (після перекриття отвору), а, виходить, до низької якості монокристалів і виходу придатних.

Як прототип вибраний останній з аналогів.

У даному пристрої для простоти й зручності викладу деякі зв'язки із блоком програмно-логічного керування, які не мають істотного значення для рішення, що заявляється, представлені в спрощеному виді. Разом з тим, ці зв'язки повністю відповідають відомому, а, саме, опис частини формули відомого пристрою:

"... другий і третій входи й перший і другий виходи, якого (блока програмно-логічного керування) підключені до других виходів і других входів регуляторів зворотного зв'язку верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно" представлено в обмежувальній частині формули пропозиції, що заявляється, у такий спосіб:

"... перший і другий входи/виходи цього блока з'єднані з регуляторами температури верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно..."

В основу винаходу, що заявляється поставлена задача створення пристрою для вирощування МК із розплаву в ампулі, що забезпечило б поліпшення їхньої якості шляхом реалізації керованого градієнта температури у фронту кристалізації.

Рішення задачі забезпечується тим, що пристрій для вирощування МК із розплаву в ампулі, що містить двохзонну вертикальну піч, що має дві камери з нагрівачами, кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку із двигуном і приводом її переміщення, відліковий пристрій величини переміщення ампули, термопари встановлені на нагрівачах зазначених камер, регулятори зворотного зв'язку по температурі верхнього й нижнього нагрівачів, підключені до відповідних термопар і самих нагрівачів, енкодер, з'єднаний з валом двигуна, блок програмно-логічного керування й, підключені до нього, пристрій відображення інформації й блок керування двигуном, зв'язаний у свою чергу з останнім, при цьому енкодер з'єднаний з першим входом блока програмно-логічного керування, перший і другий входи/виходи цього блока з'єднані з регуляторами температури верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно, відповідно до винаходу, введені дві додаткові термопари, розташовані над і під діафрагмою, регулятор градієнта фронту кристалізації й модулі Пельтьє, розташовані симетрично на виступаючій з печі поверхні діафрагми, при цьому виходи верхньої й нижньої термопар підключені до першого й другого входів регулятора градієнта фронту кристалізації, а його виходи з'єднані із входами модулів Пельтьє, а також з третім входом/виходом блока програмно-логічного керування, відповідно.

Введення термопар над і під нижньою поверхнею діафрагми, що розділяє камери двохзонної ростової печі, забезпечує точність контролю градієнта температури на ФК. При цьому підвищується об'єктивність оцінки величини градієнта температури в місці положення ФК.

Введення регулятора градієнта ФК, на який надходить величина, пропорційна різниці між показаннями термопар, установлених над і під діафрагмою, з'єднаних із зазначеним регулятором, дозволяє підвищити точність стабілізації цього градієнта шляхом зміни величини струму, що проходить через модулі Пельтьє (МП), установлених на діафрагмі (за рахунок

з'єднання регулятора з модулями). Отже, регулюючи величину струму через МП, цей блок, тим самим, забезпечує необхідну температуру діафрагми, а, виходить, і градієнт на ФК.

При цьому з'єднання регулятора градієнта із програмно-логічним блоком забезпечує завдання необхідної величини градієнта температури у ФК (при охолодженні або нагріванні 5 діафрагми) і дозволяє здійснити керування загальною ростовою системою. Результат - підвищення точності, у загальному циклі керування ростовою установкою, і відтворюваності реалізації оптимальних технологічних режимів, а, виходить, і підвищення якості готової продукції.

Введення МП [Термоелектричний модуль Пельтьє - www.kryotherm.ru], які є своєрідним 10 "тепловим насосом", забезпечує ефективний відвід тепла з поверхні діафрагми, завдяки чому забезпечується керований градієнт температури у ФК зростаючого кристала. Симетрія температурного поля в області розташування діафрагми у ФК, підвищується за рахунок симетричної установки цих модулів. Введення МП дозволяє за рахунок плавності регулювання температури охолоджуваної діафрагми задавати й стабілізувати градієнт ФК.

15 На кресленні наведена структурна схема пристрою для вирощування МК із розплаву в ампулі за пропозицією, що заявляється.

Пристрій для вирощування МК із розплаву (креслення) містить ампулу 1, скляну трубу 2, верхній 3 і нижній 4 нагрівачі, систему 5 теплоізоляції нижнього нагрівача 4, кільцеву діафрагму 6, трос 7, вантаж 8, систему 9 шківів, двигун 10, блок 11 керування, енкадер 12, термопари 13, 20 14, регулятори 15, 16 температури, блок 17 програмно-логічного керування, пристрій 18 відображення інформації, МП 19 на діафрагмі 6, регулятор 20 градієнта ФК, термопари 21, 22. Ростова піч укріплена на підставці 23.

Енкадер 12 з'єднаний з валом двигуна 10 переміщення ампули 1, уведеної у верхню камеру ростової печі за допомогою гнучкого троса 7 з вантажем 8 через систему шківів 9.

25 Вихід енкадера 12 з'єднаний з першим входом блока 17 програмно-логічного керування, перший і другий виходи якого підключені до блока 11 управління двигуна 10 і пристрою 18 відображення інформації.

Перший і другий входи/виходи блока 17 програмно-логічного керування з'єднані з регуляторами 15, 16 температури верхнього 3 і нижнього 4 нагрівачів, відповідно.

30 Виходи регуляторів 15, 16 температури підключені до верхнього 3 і нижнього 4 нагрівачів, відповідно.

Термопари 13, 14 нагрівачів 3, 4, укріплених на скляній трубі 2, з'єднані з регуляторами 15, 16 температури.

35 Перший і другий входи регулятора 20 градієнта ФК з'єднані з термопарою 21 (установлена над діафрагмою 6) і 22 (установлена під діафрагмою 6), відповідно.

Вихід регулятора 20 градієнта ФК з'єднаний із входами МП 19.

Третій вхід/вихід блока 17 програмно-логічного керування з'єднує цей блок з регулятором 20 градієнта ФК.

40 МП 19 (другий модуль, розташований симетрично першому) є стандартними однокаскадними модулями потужністю 172 Вт (24 В, 7,2 А) з розмірами 40×40 мм холодної сторони (поверхня кераміки холодної сторони кожного модуля загерметизована й зашліфована до 25 мікронів) і загальними розмірами 40×100×80 мм. Відвід тепла з гарячої сторони, тобто с радіатора кожного модуля, виконаний за допомогою вентиляторів (не показані). Модулі 19 холодною стороною через теплопровідну пасту встановлені на діафрагмі 6.

45 Діафрагма 6 виконана з міді, товщиною 10-12 мм, діаметр якої визначається розмірами застосовуваних МП 19.

Термопари 21 (установлена над діафрагмою 6), 22 (установлена під діафрагмою 6) уведені в камери печі через теплоізолятори (не показані), що фіксують діафрагму 6 із двох сторін, на відстані 30-40 мм (з урахуванням товщини матеріалу діафрагми 6), між цими термопарами 21, 50 22.

Блок 17 побудований на основі матриці програмувальних внутрішніх з'єднань типу ALTERA MAX EPM3 128 із процесорною частиною на основі ПЛІС ATMEGA 128 L.

Блок 17 програмно-логічного керування, блок 11 керування двигуном, регулятори 15, 16 температури, пристрій 18 відображення інформації, а також регулятор 20 градієнта ФК, зв'язані 55 двонаправленою напівдуплексною лінією передачі даних, обумовленою стандартом RS-485 (EIA/TIA).

Пристрій, що заявляється, працює в такий спосіб. Для керування (цикл керування $t_{\text{ц}}=4\text{хв}$ задають у блоці 17) ростом органічних МК із розплаву в ампулі, зокрема п-терфеніла, діаметром 100 мм і довжиною циліндричної частини 350 мм, кварцову ампулу 1 із завантаженням 60 сировини, за допомогою гнучкого металевго троса 7 з вантажем 8 і системи шківів 9, з'єднану із

двигуном 10, поміщають у верхню камеру, розділену діафрагмою 6 ростової печі з розмірами: $0,35 \times 0,35 \text{ м}^2$, висотою 1,5 м. Величину перегріву камери плавлення в зоні кристалізації на висоту $h_x = 50 \text{ мм}$ (вихідне положення дна конусної частини ампули) від верхньої поверхні діафрагми 6 (обрана на стадії градування печі), рівну 20°C (стабілізація температури з точністю $\pm 0,4^\circ\text{C}$) устанавлюють регуляторами 15, 16 температури. Речовину, що кристалізується в ампулі 1 нагрівають тепловим вузлом, що складається з верхнього 3 і нижнього 4 нагрівачів, укріплених на скляній трубі 2 двохзонної печі (термопари 13, 14). Вимірювальні термопари 21, 22, типу ТХА, устанавлюють над і під діафрагмою 6 на відстані $l = 30 \text{ мм}$, а регулятором 20 градієнта ФК, визначають різницю їхніх показань, рівну $E_{21} - E_{22} = 240 - 400 \text{ мкВ}$ і задають у блоці 17 градієнт температури у ФК, рівний $\Delta T_{\text{ФК3}} = (E_{21} - E_{22}) / l = 2,0 - 2,5^\circ\text{C}/\text{см}$, стабільність якого забезпечують при керованому охолодженні (нагріванні) діафрагми 6 МП 19. Необхідні режими визначають при струмах живлення МП 19, у діапазоні $I_{\text{МП}} = 0,5 - 7,0 \text{ А}$ (напряга живлення модуля становить 24 В). Коефіцієнти настроювання: коефіцієнт k_n пропорційності, час T_i інтегрування, час T_d диференціювання, час $T_{\text{ц}}$ і циклу виміру, устанавлюють безпосередньо в регуляторах 15, 16 температури верхнього 3 і нижнього 4 нагрівачів, а також у регуляторі 20 градієнта ФК (стабілізація градієнта по температурі з точністю $\pm 0,4^\circ\text{C}$). Завдання частоти обертання вала двигуна 10 у блоці 11 управління для переміщення ампули 1 проводять із

використанням панелі програмування сервоінвертора (швидкість переміщення ампули $v_n = 0,15 \text{ мм год}^{-1}$). Характеристику зміни температури верхнього нагрівача 3 від величини переміщення ампули 1, а також залежність величини градієнта температури у ФК від струму, споживаного МП 19 при охолодженні діафрагми 6, за обмірюваними показниками термопар 21, 22, фіксують у пам'яті блока 17. Алгоритм роботи пристрою, розташований у матриці програмувальних внутрішніх з'єднань і в мікросхемі пам'яті блока 17 програмно-логічного керування, устанавлюють на основі попереднього градування цього встаткування, аналізу характеристик раніше отриманих кристалів і зв'язку їхньої якості з дефектами, що утворюються в цих кристалах.

Проведення росту МК забезпечують включенням всіх елементів устаткування, при якому в блоці 17 починають відлік послідовності виконання заданих режимів плавлення, росту й охолодження кристала, з обліком попередньо встановленого градієнта температури у ФК, рівного $\Delta T_{\text{ФК3}} = 2,0^\circ\text{C}/\text{см}$, струмі $I_{\text{МП3}} = 1 \text{ А}$ (з характеристики $\Delta T_{\text{ФК}} = f(I_{\text{МП}})$), а також різниці показань термопар 21, 22 ($E_{21} - E_{22}$) = 240 мкВ ($6,0^\circ\text{C}$), устанавлених на відстані $l = 30 \text{ мм}$ над і під діафрагмою 6, від струму МП 19. У процесі росту забезпечують плавне, з автоматичним відліком величини, переміщення ампули 1 вниз строго по вертикальній осі.

Опускання ампули спочатку супроводжується збільшенням сигналу E_{21} верхньої термопари 21 за рахунок перекриття конвекційних потоків дном ампули 1 (сигнал E_{22} нижньої термопари 22 у цей період процесу росту змінюється незначно). Різниця ($E_{22} - E_{21}$) сигналів термопар, що визначається в регуляторі 20 (один цикл $T_{\text{ц}}$ і виміру становить: $T_{\text{ц}} = 120 \text{ мкс}$), збільшується й стає більше, заданої, тобто $E_{21} - E_{22} > 240 \text{ мкВ}$. Величина градієнта ФК, що зрівнюється в блоці 17 (по третьому входу/виходу з регулятором ФК 20), перевищує задане значення $\Delta T_{\text{ФК}} > \Delta T_{\text{ФК3}}$. При цьому в блоці 17 формується керуючий вплив ($t_c = 4 \text{ хв}$) для регулятора 20 (містить регульоване джерело струму), з метою збільшення струму $I_{\text{МП}} > I_{\text{МП3}}$ через МП 19. При збільшенні струму, що проходить через МП 19 з виходу регулятора 20 градієнта ФК, відбувається більше інтенсивне охолодження поверхні діафрагми 6 цими модулями, а, виходить, зменшення величини градієнта до заданого значення.

У міру подальшого опускання ампули 1 в "холодну" камеру й керованому (згідно попередньо заданої в блоці 17 характеристики) зменшенні температури $T_{\text{вн}}$ верхнього нагрівача 3, у тім же циклі керування визначається різниця ($E_{21} - E_{22}$) сигналів термопар 21, 22. Зміна різниці ($E_{21} - E_{22}$) спочатку визначається збільшенням сигналу E_{21} термопари 21, до повного перекриття циліндричною поверхнею ампули 1 отвору (ззор визначається різницею між їхніми діаметрами), утвореного діафрагмою 6, а потім, його зменшенням (за рахунок зменшення температури $T_{\text{вн}}$ верхнього нагрівача 3). Сигнал E_{22} термопари 22 як і раніше змінюється незначно. Стабілізація величини градієнта $\Delta T_{\text{ФК}} = \Delta T_{\text{ФК3}}$, досягається спочатку шляхом збільшення, а, потім, зменшення струму, що проходить через модулі 19 з виходу регулятора 20.

Зміна різниці ($E_{21} - E_{22}$) у процесі подальшого росту, визначається збільшенням сигналу E_{22} термопари 22 і незначною зміною сигналу E_{21} термопари 21. Тому, стабільність різниці ($E_{21} - E_{22}$), а, виходить, стабілізація величини градієнта $\Delta T_{\text{ФК}} = \Delta T_{\text{ФК3}}$, досягається, або зменшенням сигналу E_{22} термопари 22 (шляхом зменшення температури нижнього нагрівача 4), або збільшенням сигналу E_{21} термопари 21 (шляхом перемикання режиму охолодження діафрагми 6 на режим її нагрівання). Виконання, а також комбінування цих операцій здійснюється в блоці 17, у якому формуються керуючі впливи для регулятора 20 ФК.

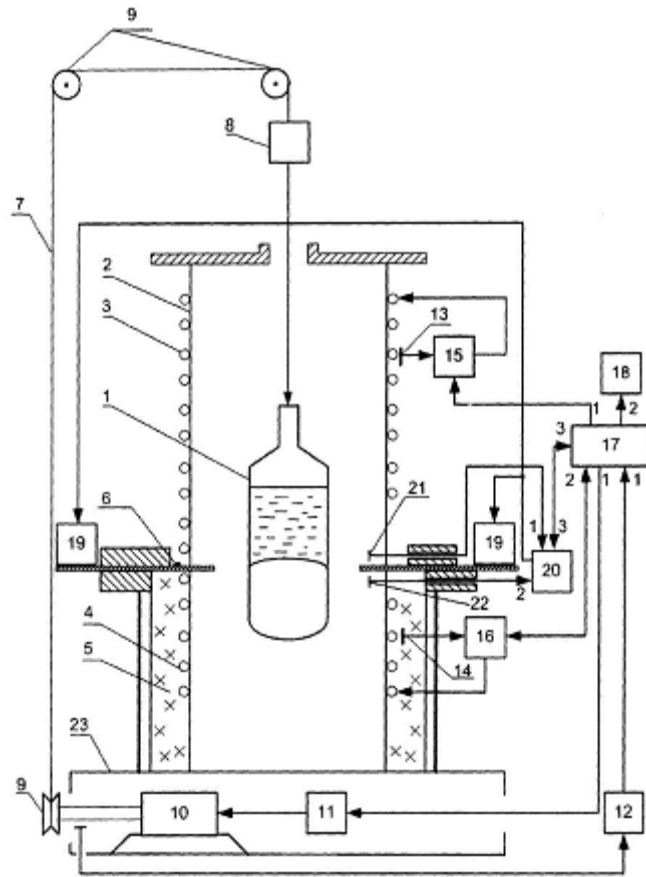
Результати процесу росту у вигляді графічної зміни, наприклад, напруги U_1 верхнього нагрівача, його температури $T_{вн}$ і будь-яких інших параметрів (у тому числі параметрів E_{21} , E_{22} , $I_{МП}$ регулятора 20 градієнта на ФК), у реальному масштабі часу виводяться на пристрій 18 відображення інформації. Форма теплового поля при керованих у процесі росту технологічних режимах, зокрема, керованій зміні температури $T_{вн}$ верхнього нагрівача 3 залежно від величини переміщення ампули 1, а також контроль різниці ($E_{21}-E_{22}$) сигналів термодатчиків 21 і 22, забезпечує стабільний, у ході цього процесу, градієнт температури, рівний 2,0-2,5 °С/см на фронті кристалізації при охолодженні (нагріванні) діафрагми 6 МП 19, і стабільність положення цього фронту, однорідну, з низьким градієнтом по температурі, зону охолодження вирощеного кристала. Після вирощування включають прискорене переміщення ампули 1 для вивантаження МК, повторного завантаження сировини, і переходять до наступного досвіду.

У результаті реалізації технологічного процесу вирощування, винахід, що заявляється, у порівнянні із прототипом, завдяки керованому градієнту температури у фронті кристалізації за рахунок контролю цієї температури над і під діафрагмою, а також підвищенню ефективності режиму охолодження (нагрівання) діафрагми, дозволяє стабілізувати положення фронту кристалізації, а, виходить, і швидкість росту МК. Стабілізація градієнта температури на ФК підвищує універсальність пристрою шляхом спрощення реалізації як низькоградієнтного - для органічних МК, так і з максимальним градієнтом - для неорганічних МК, вирощування.

Таким чином, пристрій для вирощування МК із розплаву в ампулі, що заявляється, дозволяє істотно поліпшити основні параметри кристалів, застосовуваних для виготовлення сцинтиляційних детекторів для завдань спектроскопії короткопробіжних заряджених часток, у тому числі швидких нейтронів.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Пристрій для вирощування монокристалів з розплаву в ампулі, що містить двозонну вертикальну піч, що має дві камери з нагрівачами, кільцеву діафрагму, ампулу із речовиною, що кристалізується у вигляді циліндра з конічним дном, механізм переміщення ампули у вертикальному напрямку із двигуном і приводом її переміщення, відліковий пристрій величини переміщення ампули, термодатчики встановлені на нагрівачах зазначених камер, регулятори зворотного зв'язку по температурі верхнього й нижнього нагрівачів, підключені до відповідних термодатчиків і самих нагрівачів, енкадер, з'єднаний з валом двигуна, блок програмно-логічного керування й, підключені до нього, пристрій відображення інформації й блок керування двигуном, зв'язаний у свою чергу з останнім, при цьому енкадер з'єднаний з першим входом блока програмно-логічного керування, перший і другий входи/виходи цього блока з'єднані з регуляторами температури верхнього й нижнього нагрівачів, відповідно, який **відрізняється** тим, що в нього уведено дві додаткові термодатчики, розташовані над і під діафрагмою, регулятор градієнта фронту кристалізації й модуль Пельтьє, розташовані симетрично на виступаючій з печі верхній діафрагмі, при цьому виходи верхньої й нижньої термодатчиків підключені до першого й другого входів регулятора градієнта фронту кристалізації, а його виходи з'єднані із входами модулів Пельтьє, а також з третім входом/виходом блока програмно-логічного керування, відповідно.



Комп'ютерна верстка О. Рябко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601