

Изобретение относится к области выращивания монокристаллов и может быть использовано при промышленном производстве сцинтилляционных монокристаллов для детектора в ионизирующих излучений в ядерном, приборостроении.

Наиболее близким по технической сущности и выбранным в качестве прототипа является способ выращивания монокристаллов вольфрамата кадмия методом Чохральского, включающий затравление на ориентированный затравочный кристалл, разращивание верхнего конуса, рост при постоянном диаметре, отрыв кристалла от расплава, выращивание ведут вдоль направления  $[001]$ .

Недостатком этого способа является то, что он не обеспечивает высокий удельный выход сцинтилляторов с наиболее оптимальной ориентацией  $[101]$ . Из кристаллов, выращенных по этому способу

вдоль  $[101]$ , сцинтилляторы, ориентированные вдоль  $[101]$ , должны вырезаться под углом  $45^\circ$  к оси кристалла. Это приводит к существенным потерям материала и, следовательно, к снижению удельного выхода годных томографических сцинтилляторов  $5 \times 10 \times 20$  мм (на  $\sim 15\%$ ). А объемные сцинтилляторы с диаметром  $\sim 45$ -50 мм из кристаллов вольфрамата кадмия (CWO) с диаметром  $\sim 50$  - 53 мм (соответствующих достигнутому мировому технологическому уровню) вообще практически получить невозможно.

В основу изобретения поставлена задача разработать способ выращивания монокристаллов вольфрамата кадмия, который обеспечивал бы увеличение удельного выхода годных сцинтилляторов с максимальным световым выходом.

Решение поставленной задачи обеспечивается тем, что в способе выращивания монокристаллов вольфрамата кадмия, включающем затравливание на ориентированный затравочный кристалл, разращивание верхнего конуса, выращивание при постоянном диаметре, отрыв кристалла от расплава,

согласно изобретению, выращивание ведут вдоль кристаллографического направления  $[101]$  с отклонением на более  $5^\circ$ , перед разращиванием кристалл уменьшают в диаметре на 10 - 30%, угол разращивания устанавливают в диапазоне 85 -  $100^\circ$ С.

Обычно точность ориентирования затравочного кристалла составляет  $30'$ , что практически является оптимальным. Полезный эффект (максимальный световой выход) пропадает при разориентации  $5^\circ$ , поэтому допускать отклонение ориентации затравочного кристалла (направления выращивания) свыше этой величины нецелесообразно.

После затравливания растущий монокристалл уменьшают в диаметре на 10-30% и угол разращивания (угол при вершине конуса) устанавливают в пределах 85 -  $100^\circ$  (эти операции выполняются при помощи включенной АСУ технологическим процессом). В совокупности это позволяет избежать двойникования и блочности растущих монокристаллов и дает возможность в максимальной мере использовать весь объем монокристалла для изготовления сцинтилляторов с максимальным световым выходом.

Уменьшение в диаметре менее чем на 10% неэффективно из-за проявлений блочности и двойникования, а более чем на 30% - нецелесообразно из-за перегрева расплава и улетучивания оксида кадмия.

Угол при вершине конуса менее  $85^\circ$  устанавливать нецелесообразно, так как это неоправданно увеличивает продолжительность технологического процесса до выхода на постоянный диаметр кристалла и снижает эффективность использования его объема. При угле более  $100^\circ$  (при относительно большем переохлаждении расплава) избежать двойникования и блочности не удастся.

Заявляемый способ включает в себя следующие операции:

1. Затравление на ориентированный вдоль кристаллографического направления  $[101]$  затравочный монокристалл (вращающийся вдоль оси).
2. Уменьшение диаметра растущего монокристалла на 10 - 30% (путем повышения температуры расплава с помощью АСУТП).
3. Разращивание верхнего конуса (вытягивание вращающейся затравки из расплава с понижением его температуры) с углом при вершине конуса 85 -  $100^\circ$ .
4. Рост при постоянном диаметре (вытягивание из расплава вращающейся затравки с верхним конусом при изменении температуры расплава с помощью АСУТП по заданному алгоритму),
5. Отрыв монокристаллов от расплава (увеличение скорости: вытягивания кристалла до его отрыва от расплава).

Пример осуществления способа

В кристаллизационный узел ростовой установки "Кристалл-3М" помещают платиновый тигель  $\varnothing 100 \times 100$  мм с наплавом шихты CWO. Включают установку и получают расплав в тигле. Затравочный кристалл (затравку)  $\varnothing 14$  мм, ориентированный в кристаллографическом направлении  $[101]$ , вводят в контакт с расплавом. Устанавливают скорость вращения затравки  $\sim 25$  - 30 об/мин и скорость вытягивания 2 мм/час.

Изменением мощности нагрева подбирают тепловой режим, соответствующий началу роста (затравление) кристалла. Включают АСУ технологическим процессом. Далее с помощью АСУТП повышают температуру расплава так, что диаметр растущего кристалла уменьшается до 11 - 9 мм. Затем с помощью АСУТП ведут разращивание верхнего конуса с углом  $90^\circ$ . Далее выращивают монокристалл CWO диаметром 50 мм и длиной цилиндрической части 150 мм. По окончании роста цилиндрической части кристалла его отделяют от расплава увеличением скорости вытягивания до 2000 мм/час и, не выключая вращения, охлаждают по заданной программе в течение 15...18 часов. Далее кристалл извлекают из ростовой установки и передают на термо- и оптико-механическую обработку для изготовления сцинтилляторов.

Практические результаты по удельному выходу сцинтилляторов с оптимальной ориентацией  $[101]$  из кристаллов  $\varnothing 50 \times 150$  мм показывают, что томографических сцинтилляторов из кристаллов, выращенных по заявляемому способу, можно изготовить на  $\sim 15\%$  больше. Возможно также изготовление сцинтилляторов  $\varnothing 45 \times 45$  мм, чего нельзя изготовить из кристаллов, выращенных по прототипу.