



УКРАЇНА

(19) UA (11) 70250 (13) C2
(51) МПК (2006)
C30B 35/00
C30B 29/20 (2006.01)

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОЧИСТКИ ФОРМОУТВОРЮВАЧІВ

1

(21) 20031213348
(22) 31.12.2003
(24) 15.08.2006
(46) 01.08.2006, Бюл. №8, 2006р.
(72) Вишневський Сергій Дмитрович, Кривонос Євгеній Володимирович, Андреев Євгеній Петрович
(73) ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ
(56) UA 35341 C2, 15.03.2001

2

SU 1678921 A1, 23.09.1991
SU 1752023 A1, 28.02.1994
US 4938837 A 03.07.1990
JP 2001226190 A, 21.08.2001
JP 2001163697 A, 19.06.2001
(57) Спосіб очистки формуютьвачів, який відрізняється тим, що очистку здійснюють випалом у вуглецевому газовому середовищі при температурі 2070 - 2100°C протягом 10-15 хвилин.

Винахід відноситься до області вирощування монокристалів корунду методом Степанова.

Для вирощування монокристалів корунду методом Степанова використовується технологічне оснащення з молібдену і вольфраму. Формуютьвачі і затравкотримачі мають складну складову конструкцію і форму. При зростанні монокристалів корунду можливе попадання розплаву в формуютьваючі порожнини, що приводить до зміни профілю зростаючого кристала і виходу формуютьвача з ладу. При зносі окремих частин складового формуютьвача їх заміна неможлива через наявність розплаву корунду між елементами конструкції, через те, що при завершенні процесу кристалізації розплав твердіє і "склеює" деталі формуютьвача. Механічно очистити формуютьвач без зміни його розмірів або полумки елементів конструкції неможливо.

У зв'язку з високою хімічною стійкістю корунду очистка формуютьвачів методом хімічного травлення приводить до їх руйнування.

Відомий спосіб обробки корундових виробів методом вуглетермічного травлення [В.Н.Батыгин, В.И.Куликов, С.В.Куликова "Сложное формообразование корундовых изделий методами газового травления" // "Электронная техника" 1978, серия 1, №10]. Заготовки з корунду, на поверхню яких нанесені захисні металеві покриття необхідної конфігурації, розташовують в спеціальному молібденовому або графітовому контейнері і піддають термічній обробці у вакуумі 1,5-0,01Па при температурі 1350-1500°C.

Відомий спосіб обробки заготовок з корунду [А.с. СССР №182705, C01F7/02] для надання їм певної форми, згідно з яким частину заготовки, що не обробляється, екранують, заготовку встановлюють в робочу зону графітової печі, в якій піддають термообробці при температурі ~1900°C, вакуумі ~66Па та безперервному відкачуванні газів.

Вказані способи не дозволяють видалити корунд з глибоких і вузьких каналів формуютьвачів (діаметром менше за один міліметр) через низький парціальний тиск парів термічної дисоціації Al_2O_3 , малу швидкість випаровування і поганий доступ оновлюючих реагентів до каналів, що пояснюється недостатньо високою температурою відпалу, тому можуть бути застосовані тільки для видалення корунду з поверхні молібденових (вольфрамових) формуютьвачів.

За результатами пошуку аналогів очистки формуютьвачів від корунду виявлено не було.

В основу даного винаходу поставлена задача розробки способу очистки молібденових (вольфрамових) формуютьвачів, що дозволяє видалити корунд з отворів формуютьвачів діаметром менше за 1мм.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що в способі очистки формуютьвачів, згідно з винаходом, очистку здійснюють відпалом у вуглецевому газовому середовищі при температурі 2070-2100°C протягом 10-15 хвилин.

Фізико-хімічна суть методу, що заявляється, полягає в термохімічному травленні і випаровуванні корунду у вуглецевому газовому середовищі.

(13) C2

(11) 70250

(19) UA

Як показали проведені експерименти, повністю очистити від корунду молібденові (вольфрамові) формоутворювачі, що мають отвори діаметром менше за 1 мм методом термохімічного травлення у вуглецевому газовому середовищі при температурі відпалу 1400-2000°C, неможливо. Внаслідок цих експериментів встановлено, що корунд ефективно видаляється лише з поверхні формоутворювачів, залишаючись у вузьких каналах, що пояснюється надто малою швидкістю травлення корунду через утруднений доступ оновлюючих реагентів. Крім того, існують формоутворювачі з каналами складної форми, з отворами каналів менше за 1 мм, в яких відвід продуктів термічної дисоціації корунду і доступ оновлюючих реагентів надто утруднений, що робить видалення корунду з таких формоутворювачів практично неможливим.

Молібденові (вольфрамові) формоутворювачі при термообробці за способом, що заявляється, відпалюють при температурі 2070-2100°C. Сумарний парціальний тиск пар термічної дисоціації корунду при 2070°C на порядок вище, ніж при 1900°C, що приводить до збільшення інтенсивності процесу термохімічного травлення і випаровування корунду під час відпалу в вуглецевому газовому середовищі.

При зменшенні температури відпалу нижче за 2070°C помітно знижується ефективність процесу випаровування, що не дає повної очистки формоутворювачів. Верхня межа температури відпалу зумовлена тим, що при подальшому її збільшенні

істотного підвищення ефективності процесу термохімічної очистки не відбувається, до того ж верхня межа температури відпалу обмежується технічними характеристиками відпалювальних печей і становить ~2200°C.

Емпірично встановлено, що вироби досить відпалювати протягом 10-15 хвилин при температурі 2070-2100°C. Така тривалість ізотермічної витримки гарантує повну очистку від корунду формоутворювачів, що використовуються при вирощуванні монокристалів методом Степанова.

Спосіб, що пропонується, реалізують таким чином. Молібденові (вольфрамові) формоутворювачі в молібденовому піддоні завантажують у відкритий графітовий контейнер, який вміщують в піч з графітовим нагрівником. Робочий простір завантаженої печі відкачують до залишкового тиску 66 Па, формоутворювачі нагрівають до температури 2100°C зі швидкістю 500°C/годину і відпалюють протягом 15 хвилин, після чого нагрів вимикають. Після охолодження печі до кімнатної температури очищені вироби витягують.

Режими, обмежені межами параметрів, що заявляються, забезпечують повне очищення від корунду молібденових (вольфрамових) формоутворювачів, що використовуються при вирощуванні монокристалів методом Степанова, а спосіб, що пропонується, поєднує мінімальну тривалість термообробки з мінімальною витратою електроенергії.