



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 53106

(13) C2

(51) МПК (2006)  
C30B 15/34МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИРОЩУВАННЯ ГРУПИ САПФІРОВИХ МОНОКРИСТАЛІЧНИХ ВИРОБІВ ІЗ ВНУТРІШНІМ ПОРОЖНИСТИМ ОБ'ЄМОМ

1

(21) 2002031972

(22) 12.03.2002

(24) 17.04.2006

(46) 17.04.2006, Бюл. № 4, 2006 р.

(72) Андреев Евгений Петрович, Литвинов Леонид  
Аркадийович, Ткаченко Сергей Анатольевич(73) ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ НАЦІОНАЛЬНОЇ  
АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(56) SU 1691433 A1, 15.11.1991

RU 2031984 C1, 27.03.1995

RU 2077616 C1, 20.04.1997

US 4711695 A, 08.12.1987

2

US 4647437, 03.03.1987

(57) Спосіб вирощування групи сапфірових монокристалічних виробів із внутрішнім порожнистим об'ємом, який включає почергове вирощування трубчастої і донної частин виробу, який **відрізняється** тим, що вирощування здійснюють шляхом почергового відривання і перезатравлення на поруч розташованих формоутворювачах із кільцевою і центральною подачею розплаву, при цьому донну частину виробу вирощують при затравленні поперемінно правою і лівою сторонами трубчастої частини виробу.

Винахід відноситься до області одержання сапфірових монокристалічних виробів із внутрішнім об'ємом зокрема тиглів, лодочок, чохлів термопар і т.д.

Завдяки своїм унікальним властивостям: прозорості в широкому діапазоні спектра, високій міцності, хімічній інертності і стабільності параметрів до 1900°C сапфірові вироби з внутрішнім об'ємом знаходять широке застосування в науці і техніці. З сапфіра виготовляють резонатори, хімічний посуд, чохли термопар і т.д.

Механічно виконати внутрішню порожнину в кристалі сапфіра можна за допомогою дорогого алмазного інструменту, але при цьому до 90% матеріалу кристала іде у відходи.

Відомий спосіб вирощування групи сапфірових монокристалічних виробів із внутрішнім порожнистим об'ємом [патент №16728, Україна, кл. C30B15/34], що включає почергове вирощування трубчастої і донної частин виробів шляхом перекриття обечайкою горизонтальних отворів у тілі формоутворювача.

В якості донної частини використовують плоский затравочний кристал. Його приводять у контакт із формоутворювачем підплавляють і, переміщуючи вгору, нарощують бічну частину виробу. Через горизонтальні отвори в стінках формоутворювача та обечайці створена внутрішня порожнина кристала заповнюється газом із атмосфери камери. Після одержання необхідної довжини,

обечайку повертають і перекивають отвори в стінках формоутворювача, тим самим роз'єднують внутрішню порожнину виробу з атмосферою камери. По мірі росту кристала в його внутрішній порожнині створюється розрідження, що піднімає розплав із п'єдесталу тигля до країв формоутворювача. Після чого кристал розростається від стінок до центру до повного замикання й утворення донної частини. Потім зворотним поворотом обечайки її отвори й отвори формоутворювача сполучають, і газ з атмосфери камери, плавно заповнює внутрішню порожнину, і тим самим відсікає розплав, що поступав із п'єдесталу. Далі кристал росте тільки з формоутворювача у формі труби. Повторними поворотами обечайки чергують ріст трубчастих і стрижневих частин виробів.

Недолік способу складається в тому, що донні частини виробів по обидва боки мають увігнуту форму. Процес створення донних частин практично неможливо контролювати, так само як і процес закінчення, їхнього росту. Даний засіб не забезпечує площинності донних частин виробів. Крім цього кільцева подача розплаву і зіткнення потоків призводять до утворення включень і дефектів у середині донних частин.

Відомий спосіб вирощування групи сапфірових монокристалічних виробів із внутрішнім порожнистим об'ємом [патент США 3868228, кл. B01J17/18]. По даному способу трубчасті частини виробів вирощують із кільцевого елемента формоутворювача.

(13) C2

(11) 53106

(19) UA

ча, а для вирощування донної частини здійснюють піднімання внутрішнього циліндричного елемента формоутворювача до рівня кільцевого елемента. При підйомі внутрішнього циліндричного елемента формоутворювача на один рівень із кільцевим елементом, трубчастий профіль розростається по поверхні циліндричного елемента формоутворювача до його центру зі зменшенням внутрішнього діаметра до повного замикання, тобто до утворення дна. Після одержання донної частини виробу внутрішній циліндричний елемент формообразователя опускають і здійснюють нарощування трубчастої частини наступного виробу.

Повторюючи операції підняття й опускання внутрішнього циліндричного елемента формоутворювача протягом одного росту одержують групу виробів із внутрішньою порожниною.

Вирощені по даному способу виробу мають дно конусної форми з включеннями в центральній частині, які викликані зіткненням потоків через кільцеву подачу розплаву. Крім цього наявність рухливих частин із малим зазором при температурах у 2000 С робить конструкцію ненадійною через короблення металу.

Вдати спосіб вирощування групи сапфірових монокристалічних виробів і, внутрішнім порожнистим об'ємом [В.А. Бородин, Т.А. Стериополо, В.А. Татарченко, Т.К. Яловец Совершенствование процесса выращивания профилированного сапфира. Изв. АН СССР Сер. физ. т.47, №2, 1983, с.368 - 374], що включає почергове вирощування трубчастої і донної частин виробів на складовому формоутворювачі, встановленому з розв'язкою від тигля. Елементи формоутворювача для вирощування трубчастої і донної частин мають різновискі капіляри, що подають розплав. Завдяки цьому, піднімаючи й опускаючи тигель, живлять розплавом один кільцевий елемент формоутворювача або кільцевий і циліндричний елементи одночасно, чим здійснюють ріст трубчастої або донної частин виробів.

Як і за попереднім способом, донна частина виробу, одержуваного по даному способу, має конусну форму, а багатоканальна подача розплаву призводить до утворення областей зіткнень потоків і захопленням включень у кристалі, що знижує його механічні й оптичні характеристики.

Відомі способи забезпечують можливість одержання протягом циклу тільки одного виробу з рівним дном, площинність котрого початкове задається затравочним кристалом, а інші вироби мають дно конусної форми.

Досить часто потрібні вироби з плоским дном і довжиною 20÷40мм. Їх вирощування займає 30÷60 хвилин. Підготовчі операції, розігрів, зниження й остигання установки займає 7÷9 годин, тобто на порядок більше за час росту виробу. Витрати електроенергії на підготовчих операціях складають 70÷85%. Оскільки за цикл росту можна одержати тільки один виріб із рівним дном його вартість чезре великі витрати виходить високою.

У якості прототипу нами обраний останній із приведених способів.

У основу даного винаходу поставлена задача розробки продуктивного, економічно ефективного способу вирощування групи сапфірових монокрис-

талічних виробів із внутрішнім об'ємом і плоским оптично прозорим дном сумарною довжиною до 900мм.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що в способі вирощування групи монокристалічних виробів із внутрішнім порожнистим об'ємом, який включає почергове вирощування трубчастих і донних частин виробів, відповідно до винаходу, вирощування здійснюють шляхом почергового відриву і перезатравлення на поруч розташованих формоутворювачах із центральною і кільцевою подачею розплаву, при цьому донну частину виробу вирощують при затравленні попеременно правою і лівою сторонами трубчастої частини виробу.

Почерговий перехід із формоутворювача на формоутворювач виконують шляхом відриву і перезатравлення, що дає можливість протягом одного вирощування одержати групу виробів із внутрішньою порожниною сумарною довжиною до 900мм і плоским оптично прозорим дном. Відсутність дефектів у донних частинах виробів досягнуто завдяки використанню плоского формоутворювача з центральною подачею розплаву, що виключає зіткнення потоків у пливці розплаву і захоплення газових включень.

Застосування двох функціонально різних нерухомих формоутворювачів забезпечує простоту і надійність реалізованого способу.

Затравлення тільки одним краєм трубчастої частини виробу і розрощування донної частини від центру до краю знижує можливість утворення блоків у кристалі. Нарощування донної частини по черзі на ліву і праву стінки виробів забезпечує симетрію всієї групи.

Запропоновані прийоми дозволяють одержати в процесі одного вирощування групу виробів із внутрішньою порожниною й оптично прозорим дном сумарною довжиною до 900мм.

На фіг.а, б, в, г приведена послідовність реалізації способу.

На фіг. приведені: тигель 1, п'єдестал 2, циліндричний формоутворювач 3, кільцевий формоутворювач 4, трубчаста частина виробу 5, донна частина виробу 6.

Вирощування порожнистих виробів по запропонованому способу ведуть таким чином. На п'єдесталі 2 тигля 1, установлюють два формоутворювача 3, 4. Один із центральною подачею розплаву 3, для вирощування донної частини 6 виробу, другий із кільцевою подачею розплаву 4 для вирощування трубчастої частини 5 виробу. Тигель 1 нагрівають до температури (2050°С) і одержують розплав. Після цього затравочний кристал приводять у контакт із поверхнею формоутворювача 3 із центральною подачею розплаву. Затравку підставляють до утворення меніска. Далі, проводять нарощування донної частини 6 виробу необхідної товщини, переміщуючи затравку вгору зі швидкістю 25 - 50мм/час. Потім кристал різким переміщенням вгору відривають від формоутворювача. Отримана плоска торцева поверхня служить дном і затравочною частиною для нарощування трубчастої частини 5 виробу.

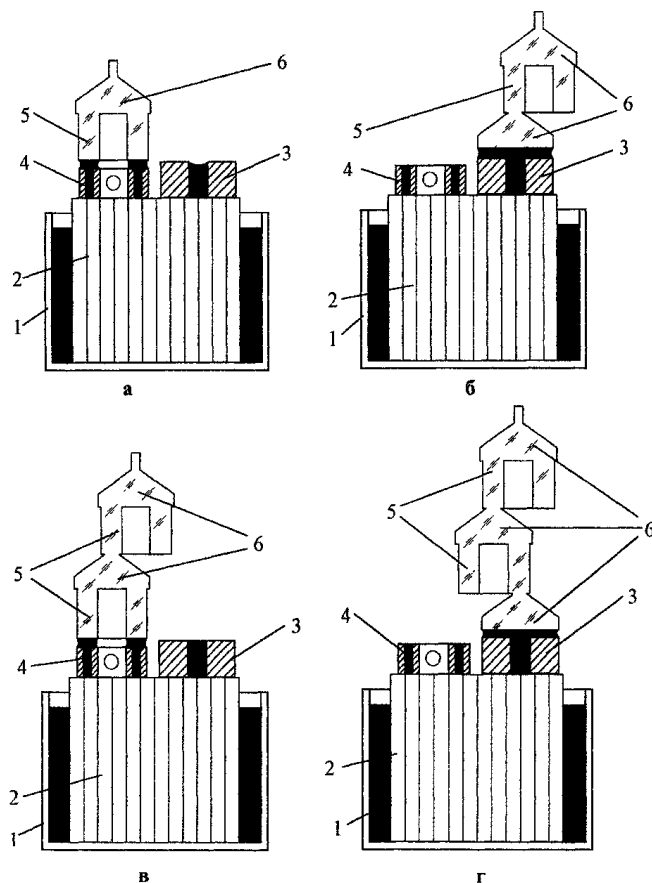
Після відриву кристал зміщують вліво й опускають до моменту контакту з формоутворювачем 4

із кільцевою подачею розплаву. Далі, переміщуючи кристал нагору, нарощують трубчасту частину 5 виробу. (Щоб усередині порожнини в процесі росту не виникало розрідження, у тілі формоутворювача 4 виконаний канал, який з'єднує порожнину з атмосферою камери.) Після одержання необхідної довжини виробу, кристал відривають від формоутворювача 4 різким переміщенням нагору. Вирощений профіль зміщують управо таким чином, щоб права стінка виробу розташовувалася над каналом формоутворювача 3, через який подається розплав. Потім кристал опускають до моменту торкання поверхні формоутворювача й утворення меніска. Після чого повторно вирощують донну частину 6 виробу. Для винятку одночасного торкання кристалом двох формоутворювачів перший виконаний на 0,5 - 1мм вище другого. Виростивши наступну донну частину 6 необхідною товщиною, кристал відривають від формоутворювача 3 і пе-

реміщають уліво на формоутворювач 4, на котрому повторно нарощують трубчасту частину 5.

Виростивши трубчасту частину 5 виробу, кристал знову відривають і переміщають на формоутворювач 3, таким чином, щоб над каналом, через який подається розплав, тепер розташовувалася ліва стінка виробу. Почерговим нарощуванням донної частини 6 виробу на ліву і праву стінки забезпечують симетрію всієї групи виробів. Повторюючи розглянуті операції вирощування, одержують групу виробів.

Запропонований спосіб забезпечує збільшення продуктивності, економію електроенергії, зниження собівартості одного виробу, а також зниження витрат матеріалів за рахунок вирощування протягом одного циклу групи виробів із внутрішньою порожниною і рівним дном сумарною довжиною до 900мм.



Фиг.