



УКРАЇНА

(19) UA (11) 6392 (13) C1
(51) C 30 B 11/00ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ КРИСТАЛІВ

1

(20) 94270925, 06.04.93
(21) 5014728/26
(22) 12.07.91, SU
(46) 29.12.94, Бюл. № 8-1
(56) 1. Патент США № 4264406, кл. C 30 B 11/02, 1981.
(71) Науково-виробниче об'єднання "Монокристалреактив"
(72) Кисіль Іван Іванович, Любинський Вадим Рувинович
(73) Інститут монокристалів АН України, UA

(57) Устройство для выращивания кристаллов, включающее ампулу с конусным дном, вертикально установленную в коаксиальном

2

нагревателе на подставке, имеющей углубление, соответствующее углу конуса и снабженной средством для инициирования кристаллизации, и средство для направленной кристаллизации в цилиндрической части ампулы, соединенное с механизмом его вертикального перемещения, о т л и ч а ю щ е е с я тем, что средство для инициирования кристаллизации в конусе ампулы выполнено в виде неподвижного нагревателя, размещенного внутри углубления в подставке, средство для кристаллизации в цилиндрической части ампулы выполнено в виде подвижного нагревателя, а коаксиальный нагреватель установлен вокруг верхней половины ампулы.

Изобретение относится к области выращивания монокристаллов из расплава в ампуле и может быть использовано, в частности, для получения щелочногалогенидных сквинтилляционных кристаллов.

Наиболее близким к разработанному и выбранном в качестве прототипа является устройство для выращивания кристаллов [1], включающее ампулу с конусным дном, вертикально установленную в коаксиальном нагревателе на подставке, имеющей углубление, соответствующее углу конуса, и снабженной средством для инициирования кристаллизации, и средство для направленной кристаллизации в цилиндрической части ампулы, соединенное с механизмом его вертикального перемещения. Рост кристалла осуществляется за счет перемещения экрана, установленного между нагревателем и ампулой с растущим кристаллом. При этом

происходит постепенное перемещение фронта кристаллизации вдоль оси тигля.

Недостатком этого устройства является малый температурный градиент, так как экран сглаживает перепад температуры в печи, а также возможность образования множества зародышей кристалла в конусной части ампулы, что приводит к ухудшению качества кристалла.

Задачей изобретения является разработка устройства для выращивания монокристаллов, которое обеспечивало бы повышение качества выращиваемых кристаллов.

Решение задачи обеспечивается тем, что в устройстве для выращивания кристаллов, включающем ампулу с конусным дном, вертикально установленную в коаксиальном нагревателе на подставке, имеющей углубление, соответствующее углу конуса и снаб-

(19) UA (11)

6392

(13) C1

женной средством для инициирования кристаллизации, и средство для направленной кристаллизации в цилиндрической части ампулы, соединенное с механизмом его вертикального перемещения, согласно изобретению, средство для инициирования кристаллизации в конусе ампулы выполнено в виде неподвижного нагревателя, размещенного внутри углубления в подставке, средство для кристаллизации в цилиндрической части ампулы выполнено в виде подвижного нагревателя, а коаксиальный нагреватель установлен вокруг верхней половины ампулы.

Конструкция устройства приведена на чертеже.

Устройство для выращивания кристаллов состоит из нагревателей: неподвижного 1; подвижного 2, который перемещается в осевом направлении в процессе выращивания при помощи тяги 3 механизма перемещения (не показан), и коаксиального нагревателя 4, установленного вокруг верхней половины ампулы. Нагреватели имеют теплоизоляцию 5. Высота нагревателя 2 равна высоте столба расплава 6 в цилиндрической части тигля, а суммарная высота нагревателей 4 и 2 равна высоте цилиндрической части тигля.

Выращивание монокристаллов осуществляется следующим способом. Ампула 7, заполненная сырьем, устанавливается на неподвижный нагреватель 1. Нагреватель 2 располагается в нижней части ампулы на основании неподвижного нагревателя. Устанавливается оптимальный режим плавления и кристаллизации сырья при помощи нагревателей 1, 2, 4. После расплавления сырья нагреватель 4 выключается. Выращивается монокристалл в конусной части тигля путем снижения с заданной скоростью температуры нагревателя 1. Поскольку температура вдоль образующей конуса задана нагревателем так, что она повышается к его основанию и тепло передается к тиглю от нагревателя, расположенного в непосредственной близости от конусной части ампулы, то при снижении температуры кристалл растет при плоской или выпуклой форме фронта кристаллизации. В этом случае происходит зарождение и рост качественного кристалла, так как имеется возможность создавать высокие градиенты температуры и легко управлять ими в процессе роста.

После выращивания кристалла в конусной части тигля производится подъем подвижного нагревателя 2 с заданной скоростью до полной кристаллизации расплава в ампуле. При перемещении этого нагревателя кристаллизация происходит потому, что температура неподвижного нагревателя 1

уже снижена до температуры кристаллизации вещества, а освобождающаяся от подвижного нагревателя 2 внутренняя цилиндрическая часть печи не имеет подогрева.

Благодаря наличию конусного нагревателя обеспечивается качественное зарождение единичного кристалла и его рост в конусной части ампулы, при этом более высокое качество зарождения кристалла обеспечивается при полном соответствии угла раствора конуса нагревателя углу раствора конуса ампулы. Стационарная верхняя часть цилиндрического нагревателя служит для расплавления сырья в ампуле, после чего может быть отключена. Нижняя перемещающаяся часть цилиндрического нагревателя служит для перемещения изотермы кристаллизации вдоль цилиндрической части ампулы. Для этой цели она устанавливается на подвесе и подсоединяется к механизму перемещения.

Высота нижней части цилиндрического нагревателя наиболее приемлема, если она соответствует высоте столба расплава в цилиндрической части ампулы. При этом нет непроизводительного расхода электроэнергии на поддержание температуры в незаполненной части ампулы, если высота нижней части цилиндрического нагревателя больше указанной выше, и не происходит кристаллизации верхней части расплава, если эта высота ниже.

Из аналогичных соображений выбирается предпочтительная высота верхней части цилиндрического нагревателя.

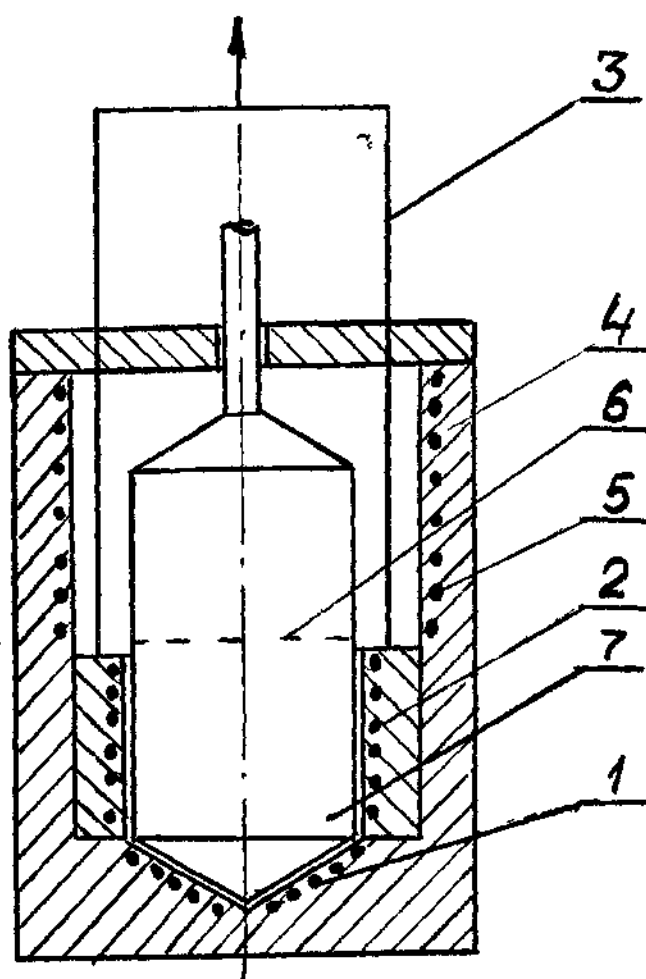
Таким образом, совокупность всех перечисленных признаков в предлагаемом устройстве обеспечивает высокое качество кристаллов.

Предлагаемое устройство испытано в Институте монокристаллов при выращивании сцинтилляционных кристаллов иодистого натрия (температура плавления 650°C) и иодистого цезия (температура плавления 620°C) в кварцевых герметичных тиглях диаметром 100 и 240 мм. Конусный нагреватель изготовлен из керамических гребешков, установленных вдоль образующей металлического конуса. Гребешки образуют концентрические пазы, в которые помещены спирали из нихромовой проволоки диаметром 1,5 мм. По мере приближения к основанию конуса в каждом пазу шаг между витками уменьшается. Цилиндрические нагреватели представляют собой цилиндры из жаропрочной стали, на которые нанесен электроизоляционный материал (асбестовый картон), а затем намотана нихромовая проволока с таким расчетом, чтобы распределение температуры было равномерным по

высоте. В качестве теплоизолятора использован картон (ТК-15) на основе базальтовых волокон из горных пород.

С применением указанного устройства было проведено 15 опытов по выращиванию

кристаллов, которые показали, что качество кристаллов (отсутствие блоков, включений, пор и т.п.) существенно повышается, что позволяет увеличить процент выхода годных изделий с 65 до 80%.



Упорядник В. Любинський

Техред М.Моргентал

Коректор О. Кравцова

Замовлення 625

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Виробничо-видавничий комбінат "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

