



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 46202

(13) A

(51) 6 C30B15/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ З РОЗПЛАВУ

1

2

(21) 2000074403

(22) 21 07 2000

(24) 15 05 2002

(46) 15 05 2002, Бюл. № 5, 2002 р.

(72) Заславський Борис Григорович, Кісіль Іван Іванович, Ляхов Віктор Васильович, Васецький Сергій Іванович

(73) Науково-дослідне відділення лужногалоїдних кристалів з дослідним виробництвом науково-технологічного концерну "Інститут монокристалів" НАН України

(57) Пристрій для вирощування монокристалів із розплаву, що містить ростову камеру, розташовані в ній тигель для розплаву, обладнаний бічним і донним нагрівачами, встановлений над камерою росту бункер із вихідною сировиною, сполучений

транспортною трубкою з рідкофазним живильником, який має тигель для розплаву, яким підживлюють, автономний нагрівач і зливальну трубку, введену крізь дно зазначеного тигля, шток кристалотримача, введений через кришку ростової камери, який має механізм вертикального переміщення й обертання, а також систему регулювання і контролю за рівнем розплаву і температурою нагрівачів, який відрізняється тим, що рідкофазний живильник розташований над тиглем у ростовій камері і має зовнішні теплові екрани, у тиглі рідкофазного живильника встановлено фільтр, поза яким знаходиться зливальна трубка, висота якої відповідає рівню розплаву в ньому, а нижня її частина розташована поза тиглем з відводом автономного нагрівача

Гаданий винахід відноситься до галузі вирощування монокристалів шляхом витягування з розплаву на затравочному монокристалі з безупинним підживленням обсягу розплаву вихідною речовиною, зокрема, до вирощування великогабаритних лужногалоїдних скінтіляційних монокристалів

Сполучення вирощування монокристалів з одночасним підживленням вихідною речовиною дозволяє одержувати великогабаритні монокристали з необхідним розподілом легуючих домішок по усій висоті монокристала, що особливо важливо не тільки для одержання лужногалоїдних скінтіляторів, але і для інших скінтіляторів, напівпровідників і оптичних монокристалів. Для точного керування діаметром монокристала, що росте, необхідно щоб підживлення, протягом усього процесу вирощування, здійснювалася з постійною швидкістю

Відомо пристрій [пат. №16668 Україна, кл. C30 B 15/02] для вирощування монокристалів із розплаву, зокрема, вирощування великогабаритних лужногалоїдних монокристалів, що містить ростову камеру, розташовані в ній тигель для розплаву, бічний і донний нагрівачі, рідкофазний живильник у вигляді тора, встановлений під тиглем і з'єднаний із ним через дозатор зливальною труб-

кою. Тигель і живильник являють собою єдину конструкцію. Через кришку ростової камери введений шток кристалотримача, обладнаний механізмом вертикального переміщення й обертання. Розплав для підживлення поступає у тигель із живильника за рахунок створення підвищеного тиску інертного газу в живильнику в порівнянні з тиском у ростовій камері. Пристрій обладнаний системою регулювання і контролю за рівнем розплаву і температурою нагрівачів

Недолік відомого пристрою складається в тому, що протягом усього процесу вирощування необхідно підтримувати температуру живильника вище точки плавлення великого обсягу вихідної речовини в живильнику. Це призводить до додаткових енерговитрат. Обмежений обсяг живильника визначає кінцевий розмір монокристала. Довантаження в процесі вирощування утруднені, тому що при надходженні в живильник великої кількості вихідної речовини (яка має кімнатну температуру) відбувається різке зниження температури розплаву, що позначається на якості монокристала і, отже, застосування такої операції в процесі вирощування неприпустимо. Утруднено мийку живильника через його складну конструкцію, що немало важне при використанні особливих речовин. На виготовлення живильника необхідна велика кіль-

(13) A

(11) 46202

(19) UA

кість платини Пристрій достатньо громіздкий

Відомий пристрій [пат. № 2892739, кл. 148 - 1.5] для вирощування монокристалів із розплаву, що містить ростову камеру, розташовану в ній тигель подвійної конструкції, утворений зовнішнім і внутрішнім тиглями, між якими утворена кільцева ємкість і нагрівачі. Внутрішній тигель призначений для вирощування монокристала, і має отвори для переливу розплаву з кільцевої ємкості у внутрішній тигель. Над камерою росту встановлений бункер із вихідною сировиною, з'єднаний транспортною трубою з кільцевою ємкістю. Шток кристалотримача введений через кришку ростової камери і обладнаний механізмом вертикального переміщення й обертання. Пристрій має систему регулювання і контролю за рівнем розплаву і температурою нагрівачів.

Пристрій працює таким чином. Здрібнена речовина по транспортній трубці поступає в кільцеву ємкість, плавиться в ній і розплав через отвори внутрішнього тигля підживлює монокристал, що росте. Недоліком цього пристрою є те, що нагрівач розташований коаксіально кільцевої ємкості, у якій створюється перепад температури і речовина, що розплавляється, кристалізується на стінках внутрішнього тигля закриваючи переливні отвори. Швидкість підживлення розплавом внутрішнього тигля або зменшується, або припиняється, що утрудняє вирощування якісних монокристалів. Крім того, кільцева ємкість має складну конструкцію і займає корисну поверхню теплового вузла, що потребує збільшення потужності теплового вузла. У такому пристрої неможливо робити фільтрацію розплаву або зробити його хімічну обробку.

Відомо пристрій [патент № 861986, РФ, кл. В 01 J 17/18] для витягування монокристалів із розплаву, зокрема, для вирощування великогабаритних лужногалогенідових сцинтиляційних монокристалів, що містить ростову камеру, розташовану в ній тигель, який має у верхній частині кільцеву ємкість, дно якої розташовано вище дна тигля з отворами для зливу розплаву виконаними на рівні дна зазначеної ємкості і нагрівач виконаний із двох секцій, одна з яких розташована під дном, а інша - під дном кільцевої ємкості.

Пристрій обладнаний бункером із вихідною здрібненою речовиною, розташованим над ростовою камерою, транспортною трубою, введеною через кришку ростової камери для подачі вихідної речовини в кільцеву ємкість. Кільцева ємкість служить живильником для підживлення ємкості розплаву в тиглі. Тигель обладнаний механізмом обертання. Через кришку ростової камери введений шток кристалотримача, на торці якого закріплена заправка і обладнаний механізмом вертикального переміщення й обертання. Пристрій обладнаний системою регулювання і контролю за рівнем розплаву і температурою нагрівачів.

Здрібнена речовина, по сигналу керуючої системи, із бункера по транспортній трубці надходить в кільцеву ємкість тигля, де плавиться. Тигель у процесі плавлення сировини повинен обов'язково обертатися, а температура на бічному нагрівачі підтримуватися такою, щоб за один оберт відбувалося повне плавлення речовини, що підживлює. Розплав із кільцевої ємкості через отвори надхо-

дить у тигель. Витягування монокристала ведуть, переміщуючи нагору заправку.

Недоліки відомого пристрою такі. При вирощуванні монокристалів необхідно перегрівати кільцеву ємкість на 60-80°C вище температури плавлення речовини. При меншому перегріві існує небезпека неповного плавлення речовини, що обмежує швидкість вирощування і можлива помилка у вимірі рівня розплаву через нерівномірне підживлення, що впливає на точність керування діаметром монокристала. Аварійне припинення обертання тигля призводять до припинення процесу вирощування. Конструкція механізму обертання тигля складна, матеріаломістка і ненадійна. Ненадійність його полягає в тому, що підшипник, на якому встановлений і обертається тигель, частково служить електричним ланцюгом для датчика рівня розплаву. При забрудненні або окислюванні кульок підшипника порушується електричний ланцюг, і автоматичне керування процесом вирощування припиняється. При ручному керуванні технологічним процесом утруднено виростити якісний монокристал.

У випадку застосування кільцевої ємкості в якості живильника складно здійснити такі операції, як перегрів розплаву для видалення з нього небажаних легколетучих домішок, його гомогенізацію, фільтрацію і хімічне опрацювання.

Відомий пристрій [пат. 2006537, РФ, кл. С30В 15/02, С30В 15/20] для вирощування монокристалів із розплаву, що містить ростову камеру, розташовану в ній тигель для розплаву, обладнаний бічним і донним нагрівачами. Над ростовою камерою встановлений рідкофазний живильник, що містить тигель для розплавленої речовини, що підживлює, обладнаний автономним нагрівачем і зливальною трубою, що введена через кришку ростової камери. Зливальна трубка обладнана клапаном у виді поплавця, перепускним і дросельним отворами. Над рідкофазним живильником розташований бункер із вихідною порошкоподібною сировиною, обладнаний транспортною трубою для подачі останнього в тигель рідкофазного живильника. Тигель ростової камери обладнаний екраном із хвилегасником. Через кришку ростової камери введений шток кристалотримача, обладнаний механізмом вертикального переміщення й обертання. Пристрій обладнаний системою регулювання і контролю за рівнем розплаву і температурою нагрівачів.

Вихідна сировина по команді керуючої системи з бункера по транспортній трубці надходить у тигель рідкофазного живильника, де плавиться, і далі по зливальній трубці надходить у тигель ростової камери.

Недоліком даного пристрою є наявність великої довжини зливальної трубки, що при вирощуванні великогабаритних монокристалів складає більш метра. Трубку такої довжини необхідно нагрівати вище температури плавлення речовини, що складає технічну складність, особливо нагрів місця стику зливальної трубки і кришки ростової камери. Без нагрівання пристрій непрацездатний, тому що в зливальній трубці буде відбуватися кристалізація розплаву, що підживлює. У даному пристрої нагрів зливальної трубки не передбачений.

Крім того, надлишковий тиск у камері рідкофазного живильника і вакуум у ростовій камері, а також велика довжина зливальної трубки сприяє прискоренню течії розплаву, що надходить у тигель ростової камери, викликаючи хвилю на поверхні розплаву в тиглі, що неприпустимо у випадку застосування регулятора рівня розплаву, заснованого на принципі електроконтакта або оптичної системи. Для гасіння хвиль у зазначеному пристрої установлені хвилегасники, що значно ускладнює конструкцію пристрою, а також порушує стабільність керування процесом вирощування монокристалів за рахунок кристалізації розплаву на хвилегасниках, тому що вони виступають над розплавом, де температура нижче температури кристалізації речовини. Крім того, охолодження поверхні розплаву хвилегасниками сприяє утворенню на поверхні розплаву ділянок закристалізованої речовини (шуги), які захоплюються монокристалом, що росте, і знижують його структурну якість.

У зазначеному пристрої для регулювання рівня розплаву в живильнику застосована поплавкова система, працездатність якої не обґрунтована. При необхідному рівні розплаву в живильнику поплавець урівноважений. При відкритті клапанний розплав надходить у ємкість між зливальним і дросельним отворами, де створюється надлишковий тиск. Клапан не закривається доти, поки весь розплав не витече з живильника за рахунок надлишкового тиску, створеного в камері живильника і вакууму в ростовій камері, тобто поки не зрівняється тиск у ростовій камері і камері живильника. При зазначеному перепаді тисків неможливо відкрити клапана за рахунок сил розплаву, що виштовхують, поплавець. Крім того, запропонована поплавок система значно ускладнює застосування пристрою для фільтрації і проведення хімічної обробки розплаву.

У приведеному пристрої камера живильника винесена за межі камери росту, що потребує додаткових ущільнення вузлів, що знижують надійність роботи пристрою, і ускладнює конструкцію пристрою.

Зазначений пристрій не може бути застосований для вирощування великогабаритних скінтіляційних лужногалоїдних монокристалів при наявності перерахованих недоліків, проте по наявності загальних конструктивних ознак даний пристрій нами вибрано в якості прототипу.

У основу винаходу поставлена задача спрощення конструкції пристрою і підвищення надійності його роботи.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що в пристрої для вирощування монокристалів із розплаву, що містить ростову камеру, розташовані в ній тигель для розплаву, обладнаний бічним і донним нагрівачами, встановлений над камерою росту бункер із вихідною сировиною, сполучений транспортною трубою з рідкофазним живильником, який має тигель для розплаву, яким підживлюють, автономним нагрівачем і зливальною трубою, введеною через дно зазначеного тигля, шток кристалотримача введений через кришку ростової камери, який має механізм вертикального переміщення й обертання, а також систему регулювання і контролю за рівнем розплаву і темпера-

турою нагрівачів, відповідно до винаходу, рідкофазний живильник розташований над тиглем у ростовій камері і має зовнішні теплові екрани, у тиглі рідкофазного живильника встановлено фільтр, поза яким знаходиться зливальна трубка, висота якої відповідає рівню розплаву в ньому, а нижня її частина розташована поза тиглем з відводом автономного нагрівача.

Запропоноване розташування рідкофазного живильника і конструкція його тигля дозволяє значно спростити конструкцію пристрою, підвищити надійність його роботи і структурну якість монокристалів.

Спрощення пристрою досягається тим, що рідкофазний живильник розташований у ростовій камері і автономної камери з ущільненнями для нього не потрібно. Невеличка довжина нижньої частини зливальної трубки (наприклад, 2-3 см) дозволяє легко здійснити її підігрів відводом від автономного нагрівача рідкофазного живильника, що запобігає замерзанню розплаву в зливальній трубці. Через те, що розплав переливається самопливом і з малою швидкістю з тигля живильника по зливальній трубці невеличкої довжини (наприклад 10-15 см) на поверхні розплаву тигля камери росту хвилі не виникають. Кількість розплаву, що переливається через зливальну трубку чітко відповідає кількості вихідної сировини, яка надійшла в тигель рідкофазного живильника. Таким чином, забезпечується надійність і стабільність підживлення, що сприяє одержанню якісного монокристала. Конструкція запропонованого рідкофазного живильника дозволяє легко здійснювати такі необхідні операції як фільтрацію і хімічну обробку розплаву, що також сприяє одержанню якісних монокристалів.

На фіг 1 приведений ескіз запропонованого пристрою,

на фіг 2 ескіз рідкофазного живильника.

Пристрій для вирощування монокристалів із розплаву (фіг 1) містить ростову камеру 1, розташовану в ній тигель 2, що обладнаний бічним і донним нагрівачами 3 і 4, відповідно, і рідкофазний живильник 5, який у свою чергу, містить тигель 6 для матеріалу, яким підживлюють, і автономним нагрівачем 7 і зливальною трубою 8. Над ростовою камерою 1 встановлений бункер 9 із вихідною здрібненою сировиною, обладнаний транспортною трубою 10, введеною через кришку ростової камери 1 над тиглем 6 рідкофазного живильника 5. Шток 11 кристалотримача введений також через кришку ростової камери 1 і має механізм вертикального переміщення і обертання (не показаний). Пристрій має систему регулювання і контролю за рівнем розплаву в тиглі для росту монокристала і температурою нагрівачів, що у конкретному прикладі складається з датчика 12 рівня розплаву і послідовно сполучених регулятора 13 рівня розплаву і блока 14 регулювання температури бічного і донного нагрівачів 3 і 4. Регулятор 13 з'єднаний із датчиком (не показаний) підживлення вихідною сировиною з бункера 9. На фіг 1 приведений також затравочний монокристал 15, що вирощується монокристал 16 із розплаву 17.

Рідкофазний живильник 5 (фіг 2) обладнаний зовнішніми тепловими екранами 18, а в його тиглі 6 встановлений фільтр 19 у виді дрібношківкової

платинової сітки. Поза зазначеним фільтром розташована зливальна трубка 8, нижня частина якої обладнана відводом 20 автономного нагрівача 7, а її висота відповідає рівню розплаву в тиглі 6 рідкофазного живильника 5.

У прикладі конкретного виконання автономний нагрівач 7 виготовлений на основі омичного опору і розміщений у керамічних трубах 21, а потужність його визначається обсягом розплаву 24 у тиглі 6 рідкофазного живильника 5 і кількістю вихідної сировини, що надходить із бункера 9 на одне підживлення, а також часом між підживленнями. Для регулювання і контролю температури рідкофазного живильника 5 застосований блок (не показаний) аналогічний блоку 14. Тигель 6 установлений на керамічній підставці 22. Рідкофазний живильник 5 має лійку 23, що охороняє нагрівач 7 від улучення на нього вихідної сировини з бункера 9. Рідкофазний живильник 5 установлюється над тиглем 2 на спеціальному кріпленні (не показано) таким чином, щоб нижня частина зливальної трубки була спрямована в тигель 2.

Для вирощування монокристалів у запропонованому пристрої застосований тигель 2 конусної форми (пат. №548312, РФ, кл. B01 J 17/18) із метою проведення автоматизованого радіального розрощування.

Пристрій працює наступним образом. Сировину завантажують в бункер 9. Затравку 15 встановлюють у кристалотримач 11. Заповнюють тигель 2 вихідною сировиною з таким розрахунком, щоб після його розплавлювання, ширина кільця дзеркала розплаву була 35-40 мм. Включають нагрівачі 3 і 4 і забезпечують необхідну температуру, що встановлюється експериментально. Затравку 15 занурюють у перегрітий на 20-30°C розплав 17 на 3-4 мм і оплавляють. Потім, знижуючи температуру розплаву 17, досягають радіального росту і роблять автоматизоване радіальне розрощування монокристала 16. Для зберігання ширини кільця дзеркала розплаву включають підйом датчика 12 рівня розплаву зі швидкістю 2-3 мм/г, а кристало-

тримача 11 із швидкістю 3-4 мм/г. При рості монокристала 16 і його підйомі рівень розплаву 17 знижується. Контакт датчика 12 із розплавом 17 розривається, при цьому включається механізм підживлення і з бункера 9 по транспортній трубці 10 вихідна сировина надходить у рідкофазний живильник 5 і витискує розплав, що знаходиться в тиглі 6 зазначеного живильника. Розплав 24 через фільтр 19 і зливальну трубку 8, обладнану відводом 20 автономного нагрівача 7, плине у тигель 2, не викликаючи хвиль. Вихідна сировина, що надійшла, у тигель рідкофазного живильника, остаточно плавиться під час між підживленнями. Рівень розплаву 17 збільшується і відновлює контакт між датчиком 12 і розплавом 17. Підживлення припиняється. Після зниження рівня розплаву 17, за рахунок росту монокристала і його витягування, цикл повторюється.

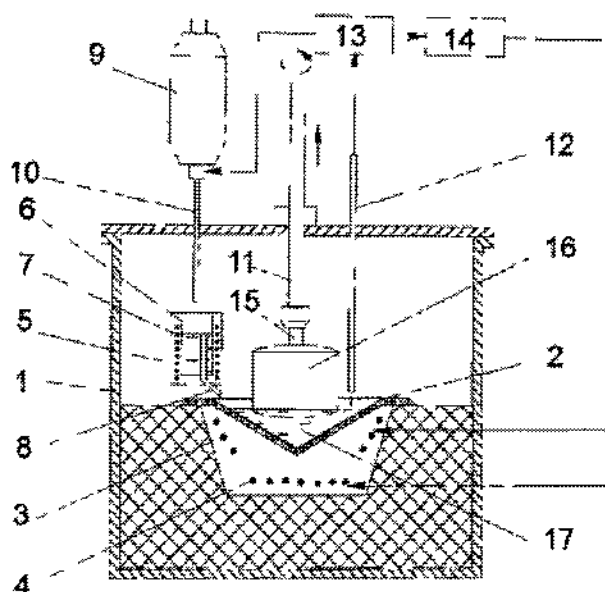
Наявність теплових екранів 18 і розташування тигля 6 рідкофазного живильника на керамічній підставці 22 і автономного нагрівача 7 у керамічних трубах 21 значно зменшує викривлення теплового поля біля монокристала 16 з урахуванням обертання останнього. А наявність лійки 23 виключає улучення вихідної сировини з бункера 9 на нагрівач 7.

При досягненні монокристала 16 необхідного діаметра переміщення датчика рівня 12 припиняють і роблять ріст монокристала 16 у висоту. Швидкість росту і діаметр монокристала 16 протягом усього процесу вирощування автоматично регулюється за допомогою регулятора 13 рівня розплаву і блока 14 регулювання температури нагрівачів 3 і 4.

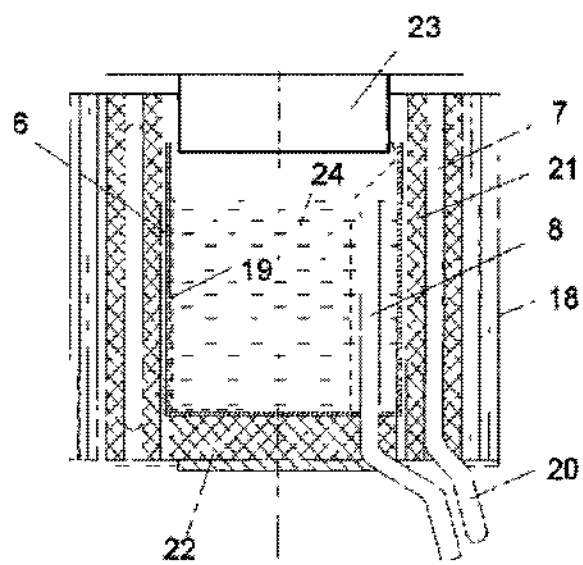
Таким чином пристрій, що заявляється дозволяє

1. Значно спростити і підвищити надійність пристрою для вирощування монокристалів із розплаву.

2. В процесі вирощування монокристалів робити фільтрацію розплаву, та його хімічну обробку.



Фіг. 1



ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)
вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна
(044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»
вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна
(044) 216 – 32 – 71