



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 71835

(13) C2

(51) МПК (2006)

C30B 15/20

C30B 15/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) ПРИСТРІЙ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ

1

(21) 20031213021

(22) 30.12.2003

(24) 17.07.2006

(46) 17.07.2006, Бюл. № 7, 2006 р.

(72) Горилецький Валентин Іванович, Гриньов Борис
Викторович, Єпіфанов Юрій Михайлович, Суз-
даль Віктор Семенович, Сумін Валентин Іванович,
Тимошенко Микола Миколайович, Кісіль Андрій
Іванович, Кузнецов Валентин Анатолійович(73) ІНСТИТУТ СЦИНТИЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ
НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(56) SU, 1 116 763, A1, 30.11.1993

SU, 1 527 331, A1, 07.12.1989

UA, 29 080, A, 29.12.1999

UA, 30 878, A, 15.12.2000

UA, 43 077, A, 15.11.2001

UA, 46 475, A, 15.05.2002

UA, 49 479, C2, 16.09.2002

RU, 2 128 250, C1, 27.03.1999

RU, 2 203 351, C2, 20.06.2001

CS, 248 696, B1, 02.12.1987

WO 03/095717, A1, 20.11.2003

EP, 0 588 355, A1, 23.03.1994

US, 3 096 158, A, 02.07.1963

US, 6 187 090, B1, 13.02.2001

JP, 08-026879, A, 30.01.1996

JP, 09-175890, A, 08.07.1997

JP, 2001-019592, A, 23.01.2001

(57) Пристрій для вирощування монокристалів, що
містить ростову піч, тигель з кільцевою порожни-
ною, донний і бічний нагрівачі з блоками корекції їх
температури, підживлювач із транспортною труб-

2

кою, датчик рівня розплаву, блок керування пере-
міщенням кристалотримача, цифровий блок обро-
бки даних, а також блок формування сигналу ке-
рування, при цьому датчик рівня розплаву першим
виходом зв'язаний із третім входом блока корекції
температури донного нагрівача, а другим виходом
- із другим входом блока обробки даних, що пер-
шим виходом з'єднаний з підживлювачем, вхід і
вихід блока керування переміщенням кристалот-
римача підключений до четвертого виходу і пер-
шого входу цифрового блока обробки даних, від-
повідно, другий вихід якого і другий вихід блока
керування переміщенням кристалотримача підк-
лючені, відповідно, до першого і другого входів
блока корекції температури, вихід якого з'єднаний
з донним нагрівачем, третій вихід цифрового бло-
ка обробки даних підключений до входу блока фо-
рмування сигналу керування, вихід якого з'єднаний
з першим входом блока корекції температури біч-
ного нагрівача, а його вихід підключений до бічно-
го нагрівача, який **відрізняється** тим, що додат-
ково містить датчик температури кільцевої
порожнини тигля та блок порівняння заданої і фак-
тичної температури зазначеної порожнини, вихід
якого з'єднаний із другим входом блока корекції
температури бічного нагрівача, а перший вхід за-
значеного блока порівняння температур підключе-
ний до виходу датчика температури, на другий
вхід зазначеного блока порівняння температур
подається фіксоване значення заданої температу-
ри кільцевої порожнини тигля.

Винахід відноситься до галузі матеріалознавства, а саме вирощування монокристалів і може мати застосування у виробництві великогабаритних лужногалоїдних монокристалів, наприклад, сцинтиляційних.

Відомим є пристрій для вирощування монокристалів (патент України №30878А, 330В15/20), що містить ростову піч, донний та бічний нагрівачі, тигель з кільцевою порожниною, підживлювач із транспортною трубкою, датчик рівня розплаву.

Пристрій також містить у собі наступні блоки: цифровий блок обробки даних, що включає блоки: обчислювальний та керування підживленням, задання та порівняння тимчасових інтервалів, заданої та фактичної швидкості зміни рівня розплаву та схему порівняння цих швидкостей; блок корекції температури донного і бічного нагрівачів та блок керування переміщенням кристалотримача, що містить електропривод, датчик переміщення та блок контролю величини переміщення кристалот-

(13) C2

(11) 71835

(19) UA

римача.

Датчик рівня розплаву зв'язаний із блоком корекції температури донного нагрівача та цифровим блоком обробки даних, що з'єднаний з підживлювачем. Вхід і вихід блока керування переміщенням кристалотримача, що підключений до цифрового блоку обробки даних, вихід якого і вихід блока керування переміщенням кристалотримача підключені до блока корекції температури, з'єднаного з донним нагрівачем. Вихід схеми порівняння заданої та фактичної швидкості зміни рівня розплаву цифрового блока обробки даних підключений до входу блока корекції температури бічного нагрівача, а вихід блока корекції з'єднаний з бічним нагрівачем.

Відомим є пристрій для вирощування монокристалів (патент України №43077А, 330В15/20), що містить ростову піч, донний та бічний нагрівачі, тигель з кільцевою порожниною, підживлювач із транспортною трубою, датчик рівня розплаву, блок керування переміщенням кристалотримача, що включає до себе електропривод, датчик переміщення та блок контролю величини переміщення кристалотримача. Пристрій також містить наступні блоки: цифровий блок обробки даних, що включає блоки: обчислювальний та керування підживленням, завдання та порівняння тимчасових інтервалів, заданої та фактичної швидкості зміни рівня розплаву і схему порівняння цих швидкостей; блоки корекції температури донного і бічного нагрівачів та контури компенсації швидко мінливих збурень по напрузі живлення, що включають до себе датчики потужності, підсилювачі-суматори та Підконтролери.

Датчик рівня розплаву зв'язаний із блоком корекції температури донного нагрівача та цифровим блоком обробки даних, що з'єднаний з підживлювачем. Вхід і вихід блока керування переміщенням кристалотримача підключений до цифрового блоку обробки даних, вихід якого і вихід блока керування переміщенням кристалотримача підключені до блока корекції температури донного нагрівача. Вихід схеми порівняння заданої та фактичної швидкості зміни рівня розплаву цифрового блока обробки даних підключений до входу блока корекції температури бічного нагрівача. Виходи блоків корекції температури через контури компенсації збурень підключені до донного та бічного нагрівачів.

Відомим є пристрій для вирощування монокристалів (патент України №46475А, 330В15/20), що містить ростову піч, донний і бічний нагрівачі з блоками корекції їхньої температури, тигель з кільцевою порожниною, підживлювач із транспортною трубою, датчик рівня розплаву, блок керування переміщенням кристалотримача, що містить електропривід та датчик переміщення, а також цифровий блок обробки даних, що включає блоки: обчислювальний та керування підживленням, завдання та порівняння тимчасових інтервалів, заданої та фактичної швидкості зміни рівня розплаву і схему порівняння цих швидкостей. Крім того, пристрій містить блок формування сигналу керування, що включає до себе блок логіки, логічні елементи «НІ» і «2І-2АБО-НІ» та блок визначення прогнозного значення сигналу помилки керування.

Датчик рівня розплаву першим виходом зв'я-

заний із третім входом блока корекції температури донного нагрівача, а другим виходом - із другим входом блока обробки даних, що першим виходом з'єднаний з живильником. Вхід і вихід блока керування переміщенням кристалотримача підключений до четвертого виходу і першого виходу цифрового блока обробки даних, відповідно, другий вихід якого і другий вихід блока керування переміщенням підключені, відповідно, до першого і другого входів блока корекції температури, вихід якого з'єднаний з донним нагрівачем. Третій вихід цифрового блока обробки даних підключений до входу блока формування сигналу керування, вихід якого з'єднаний з першим входом блока корекції температури бічного нагрівача, а вихід якого підключений до бічного нагрівача.

Недоліком відомих пристроїв є відсутність контролю над температурою кільцевої порожнини тигля, тому що після переходу на ріст у довжину зростаючий монокристал починає додатково підігрівати кільцеву порожнину тигля (на якій відбувається плавлення вихідної сировини з активатором), що у свою чергу призводить до зміни фронту кристалізації, і, відповідно, до зміни об'єму розплаву в тиглі. Це у свою чергу викликає зміну діаметра кристала, тому що формування керуючого сигналу для блока корекції температури бічного нагрівача (від якої і залежить, в основному, температура кільцевої порожнини тигля) здійснюється тільки по швидкості зміни рівня розплаву, що прямо залежить від зміни об'єму розплаву, і, відповідно, збільшує похибки регулювання, що у свою чергу знижує якість монокристалу.

По тій же причині контури компенсації швидко мінливих збурень по напрузі живлення бічного нагрівача не враховують додаткової передачі тепла від зростаючого кристалу до кільцевої порожнини тигля, на якій відбувається плавлення вихідної сировини з активатором. Унаслідок чого немає контролю над випаром активатора з кільцевої порожнини тигля, що призводить до зміни концентрації активатора в розплаві і, відповідно, до неоднорідності розподілу активатора по об'єму кристала.

До того ж, немає стабільності підживлення розплаву в часі, й, виходить, що блок формування сигналу керування не може контролювати кількість керуючих впливів на стадії підживлення, тому зростає ймовірність помилки керування діаметром кристала, що так само знижує якість монокристалів.

Як прототип обраний останній з аналогів.

В основу винаходу поставлена задача створення пристрою для вирощування монокристалів, що забезпечив би поліпшення якості монокристалів за рахунок утримання мінімальної різниці температури кільцевої порожнини тигля щодо температури розплаву шляхом додаткової корекції температури бічного нагрівача по окремому контуру.

Вирішення задачі забезпечується тим, що в пристрої для вирощування монокристалів, що містить ростову піч, тигель з кільцевою порожниною, донний і бічний нагрівачі з блоками корекції їхньої температури, підживлювач із транспортною трубою, датчик рівня розплаву, блок керування пере-

міщенням кристалотримача, цифровий блок обробки даних, а також блок формування сигналу керування, при цьому датчик рівня розплаву першим виходом зв'язаний із третім входом блока корекції температури донного нагрівача, а другим виходом - із другим входом блока обробки даних, що першим виходом з'єднаний з підживлювачем, вхід і вихід блоку керування переміщенням кристалотримача підключений до четвертого виходу і першого входу цифрового блока обробки даних, відповідно, другий вихід якого і другий вихід блока керування переміщенням кристалотримача підключені, відповідно, до першого і другого входів блока корекції температури, вихід якого з'єднаний з донним нагрівачем, третій вихід цифрового блока обробки даних підключений до входу блока формування сигналу керування, вихід якого з'єднаний з першим входом блока корекції температури бічного нагрівача, а його вихід підключений до бічного нагрівача, відповідно до винаходу, в нього додатково введені датчик температури кільцевої порожнини тигля та блок порівняння заданої і фактичної температури зазначеної порожнини, вихід якого з'єднаний із другим входом блока корекції температури бічного нагрівача, а перший вхід підключений до виходу датчика температури, на другий вхід зазначеного блока порівняння температур подається фіксоване значення заданої температури кільцевої порожнини тигля.

Використання датчика температури кільцевої порожнини тигля та блока порівняння заданої і фактичної температур кільцевої порожнини дозволяє виключити суб'єктивний фактор при підтримці мінімальної різниці температури кільцевої порожнини тигля щодо температури розплаву. До цього апаратник корегував температуру вручну, порівнюючи її шляхом візуального спостереження.

Необхідність підтримки мінімальної різниці температур кільцевої порожнини тигля і розплаву обумовлена специфікою вирощування монокристалів методом витягування на запалі при постійному рівні розплаву.

У процесі розрощування кристалу до заданого діаметра, температура кільцевої порожнини тигля повинна забезпечувати: проплавлення вихідної сировини - з однієї сторони і не перегрівати поверхню розплаву - з іншої, тому що перегрів поверхні розплаву прийде до компенсації додатковим зниженням температури донного нагрівача (Тд), а це викличе збільшення фронту кристалізації (ФК). На цьому етапі на температуру кільцевої порожнини тигля впливає тільки бічний нагрівач. Але з моменту переходу на ріст кристала в довжину і до закінчення вирощування на температуру кільцевої порожнини починає додатково впливати донний нагрівач шляхом передачі тепла від бічної поверхні зростаючого кристалу. На цьому дуже відповідальному етапі будь-який перегрів кільцевої порожнини тигля призведе до перегріву поверхні розплаву, від чого відбудеться зміна ФК, що у свою чергу може викликати необоротні наслідки на ФК (захоплення фази домішки, сторонніх включень, тощо).

До того ж з початком росту кристала в довжину у вихідну сировину вводиться легко леткий активатор, і перегрів кільцевої порожнини тигля при-

зводить до додаткового випару активатора з кільцевої порожнини, що викликає зменшення концентрації активатора в розплаві, й, відповідно, у кристалі. Зміна ФК викликає зміну об'єму розплаву, що так само призводить до коливання концентрації активатора в розплаві. У свою чергу, зміна об'єму розплаву призводить до зміни швидкості падіння рівня розплаву, тобто до коливань діаметру зростаючого кристала.

Таким чином, на цьому етапі потрібно контролювати не тільки стабільність ФК і діаметра кристала, але й концентрацію активатора в розплаві.

Використання датчика температури кільцевої порожнини та блока порівняння заданої і фактичної температур зазначеної порожнини шляхом підтримки мінімальної різниці температур кільцевої порожнини тигля і розплаву дозволяє стабілізувати підживлення розплаву в часі, що дає можливість блоку формування сигналу керування контролювати кількість керуючих впливів на стадії підживлення розплаву й, тим самим, зменшити ймовірність помилки керування діаметром зростаючого кристалу.

Датчик температури кільцевої порожнини тигля та блок порівняння температур зазначеної порожнини дозволяють формувати сигнал для блока корекції температури бічного нагрівача. При цьому задана температура (Тз), величина якої подається на другий вхід зазначеного блока порівняння температур, має фіксоване значення для кожного матеріалу, що використовується для вирощування монокристалів. Так, наприклад, для CsI - Ткр (температура кристалізації) = 621°C. Блок порівняння температур у процесі роботи підтримує співвідношення: $(Т_{\text{факт.}} - Тз) > \min$, впливаючи на бічний нагрівач через його блок корекції температури.

Таким чином, використання датчика температур кільцевої порожнини тигля та блока порівняння температур дозволяє на усіх стадіях процесу росту кристала підтримувати стабільність ФК і діаметра зростаючого кристала, швидкість підживлення розплаву в часі, а, отже, й однорідність розподілу активатора по об'єму кристала (Фіг.2), що у свою чергу призводить до поліпшення якості вирощених монокристалів.

На Фіг.1 представлена структурна схема пристрою для вирощування монокристалів, що заявляється;

на Фіг.2 приведений розподіл концентрації активатора по довжині кристала для пристрою, що заявляється, - крива 1 та прототипу - крива 2;

у таблиці приведені сцинтиляційні характеристики великогабаритних монокристалів для пристрою, що заявляється, та прототипу.

Пристрій для вирощування монокристалів (Фіг.1) містить ростову піч 1, тигель 2, кільцеву порожнину 2а тигля 2, донний 3а та бічний 3б нагрівачі, підживлювач 4 із транспортною трубкою 5, датчик рівня розплаву 6, блок 7 керування переміщенням кристалотримача 8, цифровий блок 9 обробки даних, блоки 10 та 11 корекції температури донного та бічного нагрівачів, відповідно, блок 12 формування сигналу керування, датчик 13 температури кільцевої порожнини 2а тигля 2, блок 14 порівняння заданої (Тз) та фактичної (Тф) температури кільцевої порожнини 2а.

Крім того, на Фіг.1 зображені вирощуваний монокристал 15 та запал 16, укріплений у кристалотримачі 8, з'єднаному з блоком 7 керування переміщенням кристаллодержателя.

Датчик 6 рівня розплаву з'єднано за допомогою шупа з тиглем 2 ростової печі 1. Перший і другий виходи датчика 6 підключені, відповідно, до третього входу блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а і другому входові цифрового блока 9 обробки даних, перший вихід якого з'єднаний з підживлювачем 4.

Вхід і перший вихід блока 7 керування переміщенням кристалотримача 8 підключені до четвертого виходу і першого входу цифрового блока 9 обробки даних, другий вихід якого і другий вихід блока 7 керування переміщенням кристалотримача підключені, відповідно, до першого і другого входів блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а. На четвертий вхід блока 10 поданий сигнал завдання рівня розплаву Δh_0 . Третій вихід цифрового блока 9 обробки даних підключений до входу блока 12 формування сигналу керування, вихід якого з'єднаний з першим входом блока 11 корекції температури, що з'єднаний з бічним нагрівачем 3б.

Чуттєвий елемент датчика 13 температури спрямований на кільцеву порожнину 2а тигля 2, вихід датчика 13 з'єднаний з першим входом блока 14 порівняння заданої та фактичної температури кільцевої порожнини 2а, на другий вхід блока 14 порівняння поданий сигнал заданої температури, а його вихід з'єднаний із другим входом блока 11 корекції температури бічного нагрівача 3б.

У конкретному прикладі реалізації пристрою всі загальні з прототипом блоки виконані аналогічними, тому їхній докладний опис не проводиться, хоча вони можуть бути виконані й інакше зі збереженням їхніх основних функцій.

Датчик 13 температури кільцевої порожнини є стандартним вузлом тепловізора з погрішністю виміру температури $\pm 0,1^\circ\text{C}$.

Блок 14 порівняння заданої та фактичної температури кільцевої порожнини побудований на основі АЦП, ЦАП та мікроконтролера фірми «Atmel».

Пристрій для вирощування монокристалів, що заявляється, працює наступним чином.

Для вирощування у даному пристрої монокристалів йодиду цезію, активованого талієм, діаметром 320 та висотою 600мм у ростову камеру 1 встановлюють тигель 2, у який завантажують висушену первинну сировину. Далі вакуумують об'єм ростової камери 1 і сушать сировину при відкачуванні з нагріванням до 500°C упродовж 24 годин. Після чого підвищують температури донного 3а та бічного 3б нагрівачів до 850°C і розплавляють сировину в тиглі 2.

Після розплавлювання сировини в тиглі 2 вводять у роботу шуп датчика 6 рівня розплаву і роблять торкання запалу 16 з розплавом, оплавляють його шляхом зниження температури донного нагрівача 3а до $\approx 820^\circ\text{C}$, при якій плавлення запалу 16 припиняється. Витримують запал 16 у контакті з розплавом при цій температурі протягом однієї години. Потім шляхом зниження температури донного нагрівача 3а зі швидкістю $3-4^\circ\text{C}$ на годину

радіально розрощують монокристал 15 до заданого діаметру 320мм протягом 16-20 годин.

По досягненні заданого діаметра включають блоки керування ростом монокристала. При цьому датчик 6 рівня розплаву безупинно видає інформацію про положення рівня розплаву на третій вхід блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а і другий вхід цифрового блока 9 обробки даних. З четвертого виходу блока 9 обробки даних подається сигнал на блок 7 керування переміщенням кристалотримача для його переміщення вгору на величину Δh_k і одночасно з другого виходу блока 9 обробки даних на перший вхід блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а надходить сигнал для запам'ятовування реального значення рівня розплаву, вимірювана величина якого надходить з першого виходу датчика 6 рівня розплаву на третій вхід блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а, тобто значення положення рівня розплаву Δh_n до початку підйому кристалотримача 8.

Підйом кристалотримача 8, а, отже, й переміщення монокристалу 15 на величину $\Delta h_k=1\text{мм}$ здійснюється по ланцюгу перший вихід блока 7 керування переміщенням - перший вхід блока 9 обробки даних - четвертий вихід цього ж блока - вхід блоку 7 керування переміщенням кристалотримача 8. Одночасно з другого виходу блока 7 керування переміщенням кристалотримача 8 на другий вхід блока 10 корекції температури донного нагрівача надходить сигнал, що дозволяє порівняння різниці між рівнем розплаву, що запам'ятали до початку витягування (h_n), та реальним рівнем розплаву після витягування (h_k), що надійшов з першого виходу датчика 6 рівня розплаву на третій вхід блока 10 корекції температури, із сигналом завдання (Δh_0) на четвертому вході блока 10 корекції температури донного нагрівача 3а.

За результатами порівняння з виходу блока 10 видається сигнал на зміну температури донного нагрівача 3а. При $\Delta h=h_k-h_n<\Delta h_0$ температура донного нагрівача 3а знижується, а при $\Delta h>\Delta h_0$ - підвищується.

Потім із другого виходу цифрового блока 9 обробки даних на перший вхід блока 10 корекції температури видається сигнал на припинення порівняння. Через перший вихід блока 9 обробки даних видається сигнал на підживлювач 4 і здійснюється підживлення розплаву вихідною сировиною з активатором, що з підживлювача 4 по транспортній трубі 5 надходить у кільцеву порожнину 2а тигля 2, розплавляється на ній за рахунок зміни потужності бічного нагрівача 3б та далі стікає в тигель 2.

По досягненні заданого рівня розплаву в тиглі 2 із другого виходу датчика 6 рівня розплаву через другий вхід блока 9 обробки даних надходить сигнал на відключення підживлення.

З початком відліку часу до чергового циклу з другого виходу датчика 6 рівня розплаву через другий вхід цифрового блока 9 обробки даних безупинно надходить інформація про положення рівня розплаву на стадії росту монокристала. У цифровому блоці 9 обробки даних визначається швидкість зміни рівня розплаву. Результати виміру швидкості зміни рівня та помилки керування через третій вихід цифрового блока 9 обробки даних

надходять на блок 12 формування сигналу керування.

Блок 12 формування сигналу керування через перший вхід блоку 11 корекції температури бічного нагрівача здійснює керування потужністю бічного нагрівача 3б як на стадії росту монокристала, так і на стадії підживлення розплаву.

У процесі вирощування монокристалу 15 чувствительний елемент датчика 13 контролює температуру кільцевої порожнини 2а тигля 2, формуючи сигнал фактичної температури T_f , що надходить на перший вхід блоку 14 порівняння температур. На дру-

гий вхід блоку 14 надходить сигнал, пропорційний заданій температурі T_z . Блок 14 порівняння температур у процесі роботи підтримує співвідношення: $T_f - T_z > \min$, при цьому його вихід поданий на другий вхід блоку 11 корекції температури, додатково впливаючи на бічний нагрівач 3,.

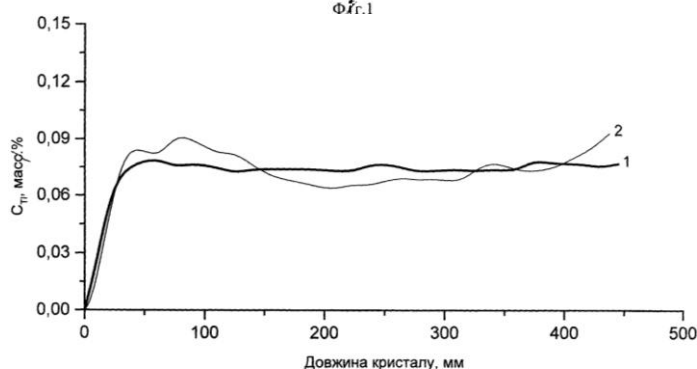
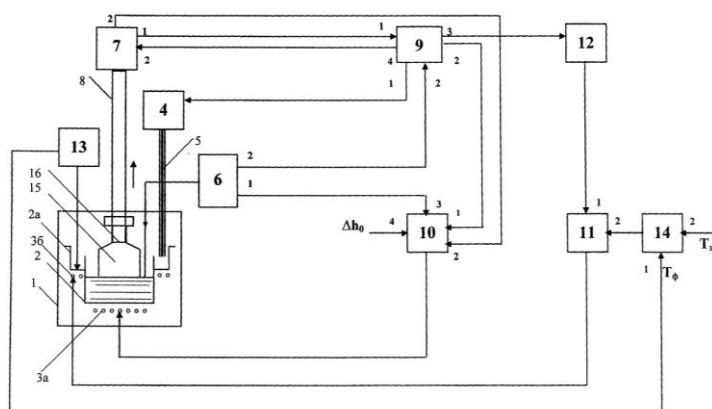
Таким чином, у пропонованому винаході на всіх стадіях процесу росту монокристала підтримується стабільність ФК, швидкість підживлення розплаву й однорідність розподілу активатора по об'єму монокристала (Фіг.2), чим забезпечується підвищення його якості.

Таблиця

Характеристики монокристалів	Прототип			Пристрій, що заявляється		
	1	2	3	1	2	3
Відносне відхилення діаметру монокристала, $\Delta d/d$, %	0,6	0,5	0,5	0,2	0,15	0,1
Витрати товарної продукції, %	30	30	25	20	20	15
Характеристики детекторів, вирізаних з булів	Власне енергетичне розділення, R_c , %			6,5	6,3	6,2
	Світловий вихід, C , У.Е.С.В.			2,5	2,6	2,7
	2,5	2,6	2,7	2,9	2,9	2,9

Як це можна бачити з таблиці, винахід, що заявляється, у порівнянні із прототипом, дозволяє одержати монокристали високої якості, за-

вдяки можливості здійснення більш якісного контролю їхнього росту.



Фіг. 2