



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 88507

(13) C2

(51) МПК (2009)

C30B 29/22 (2009.01)

C30B 15/00

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

(54) СПОСІБ НАПЛАВЛЕННЯ ШИХТИ МОНОКРИСТАЛІВ СКЛАДНИХ ОКСИДІВ (ВАРІАНТИ)

1

(21) а200710058

(22) 10.09.2007

(24) 26.10.2009

(46) 26.10.2009, Бюл.№ 20, 2009 р.

(72) БОНДАР ВАЛЕРІЙ ГРИГОРОВИЧ, КРИВОШЕ-
ІН ВАДИМ ІВАНОВИЧ(73) ІНСТИТУТ СЦИНТИЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ
НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ

(56) UA 17930 A, 31.10.1997

SU 1603844 A1, 23.11.1992

SU 904347 A1, 30.04.1993

SU 1122015 A1, 15.04.1993

JP 2000313690 A, 14.11.2000

JP 2001019587 A, 23.01.2001

(57) 1. Спосіб наплавлення шихти монокристалів складних оксидів, що включає завантаження шихти в бункер печі, розміщення його над тиглем співвісно останньому, з подальшим нагрівом, переміщення одержаного розплаву в тигель шляхом перетікання через отвір в дні бункера, витримку розплаву, після чого тигель охолоджують, починаючи з його нижньої частини, який **відрізняється** тим, що як піч використовують піч з індукційним нагрівачем, розміщену у вакуумній камері, в якій створюють необхідне газове середовище, піч на-

2

грівають із швидкістю 500-700 град./год. до розплавлення шихти в бункері, витримують розплав в тиглі протягом 0,3-0,6 години, потім виводять нижню частину тигля вниз з індукційного нагрівача на 25 % його висоти, витримують в такому положенні 0,15-0,25 години, потім відключають піч.

2. Спосіб наплавлення шихти монокристалів складних оксидів, що включає завантаження шихти в бункер печі, розміщення його над тиглем співвісно останньому, з подальшим нагрівом, переміщення одержаного розплаву в тигель шляхом перетікання через отвір в дні бункера, витримку розплаву, після чого тигель охолоджують, починаючи з його нижньої частини, який **відрізняється** тим, що як піч використовують піч з індукційним нагрівачем, розміщеним у вакуумній камері, в якій створюють газове середовище, піч нагрівають зі швидкістю 500-700 град./год. до розплавлення шихти в бункері, витримують розплав в тиглі протягом 0,3-0,6 години, потім виводять нижню частину тигля вниз з індукційного нагрівача на 25 % його висоти, витримують в такому положенні 0,15-0,25 години, потім охолоджують піч зі швидкістю 300-500 град./год. до 1200 ± 50 °C з подальшим її відключенням.

Наведений винахід відноситься до технології отримання розплаву для вирощування монокристалів складних оксидів з температурами плавлення як нижче 1500°C - низькотемпературних: германат вісмуту $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$, силікат вісмуту $\text{Bi}_4\text{Si}_3\text{O}_{12}$, вольфрамат кадмію CdWO_4 , вольфрамат свинцю PbWO_4 , так і вище 1500°C - високотемпературних: шпінель MgAl_2O_4 , сапфір Al_2O_3 , ітрії - алюмінієвий гранат $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$, ортосилікат лютецію Lu_2SiO_5 , ортосилікат гадолінію Gd_2SiO_5 , ортоалюмінат ітрію YAlO_3 , гадоліній - галієвий гранат $\text{Gd}_3\text{Ga}_5\text{O}_{12}$. Вказані кристали широко використовуються у фундаментальних і прикладних дослідженнях, зокрема, як сцинтиляційні і лазерні елементи.

Необхідно відзначити, що для низькотемпературних розплавів ($T_{\text{пл}} < 1500^\circ\text{C}$), як правило, використовуються оснащення з платини ($T_{\text{пл}} = 1750^\circ\text{C}$), тоді як для високотемпературних розплавів ($T_{\text{пл}} > 1500^\circ\text{C}$) необхідне оснащення з іридію

($T_{\text{пл}} = 2450^\circ\text{C}$) та нейтральне робоче середовище. Останнє диктується особливістю іридію до великих втрат при використуванні в окислювальному середовищі (так звані «втрати на чад»), через перебіг реакції окислення іридію: $\text{Ir} + \text{O}_2 \rightarrow \text{IrO}_2$ з утворенням твердого продукту реакції IrO_2 .

Відомий спосіб наплавлення шихти монокристалів складних оксидів [пат. України №17930, C30B15/00], що включає завантаження шихти в тигель, переміщення тигля у вузол наплавлення, розігрів тигля індукційним методом до повного розплавлення шихти при постійній номінальній потужності, що підводиться до індуктора, довантаження і доплавлення шихти і охолодження тиглю до затвердіння розплаву. Після повного розплавлення шихти збільшують потужність, що підводиться до індуктора, на 10-20% від номінальної на 5-10 мін, потім різко зменшують її до рівня 0-20% від номінальної, далі через 10-15 мін знов підви-

(13) C2

(11) 88507

(19) UA

щують потужність до рівня, передуючого пониженню, на 3-5 мін, потім повністю відключають потужність, що підводиться до індуктора.

Даний спосіб забезпечує запобігання деформації і порушення цілісності тиглю, тривалість одного циклу - більше 0,3-0,5 години.

Проте наплавлення тиглю до необхідного об'єму для вирощування монокристалів відбувається за декілька циклів "нагрів - охолодження" (зазвичай, 3-5 циклу). Це значно збільшує тривалість процесу наплавлення, оскільки необхідно повністю відключити індукційний нагрівач (вимога техніки безпеки), охолодити тигель, розгерметизувати ростову камеру і вручну довантажити шихту.

Відомий спосіб отримання розплаву для вирощування монокристалів германату вісмуту із структурою звлітину [пат. України №16679, С30В15/00], включаючий розігрів і витримку вихідних оксидів германію і вісмуту, їх змішування, завантаження в платиновий тигель, розігрів, гомогенізуючу витримку протягом 2-3 годин, довантаження оксидів і вирощування монокристалів витягуванням на приманку. При цьому нагрів оксиду германію ведуть до $965 \pm 15^\circ\text{C}$, а оксиду вісмуту - до $440 \pm 10^\circ\text{C}$, витримку проводять 5-6 годин, суміш нагрівають зі швидкістю 100-150 град/мін до $940 \pm 10^\circ\text{C}$, а потім зі швидкістю 15-20 град/мін до $1175 \pm 25^\circ\text{C}$, довантаження проводять перед витримкою, після чого охолоджують розплав до $1125 \pm 25^\circ\text{C}$ протягом 10-30 мін.

Довантаження вихідних оксидів здійснюють вручну крізь кварцеву воронку після розплавлення сировини в тиглі, температура якої 1175°C , що можливо здійснити, як в першому аналогу, після розгерметизації камери, оскільки в ростових установках з індукційним нагрівом використовуються вакуумні камери. Крім того, шихта в нижній (найгарячішій) частині воронки встигає спектисся і прилипати до внутрішніх стінок воронки, «забиваючи» тим самим вихідний отвір і роблячи неможливим подальше довантаження сировини (воронку необхідно витягувати, охолоджувати і прочищати). Тривалість процесу більше 7-9,5 годин.

Слід також відзначити, що наплавлення сировини за відомими способами не виключає утворення інших фаз. Наприклад, при вирощуванні германату вісмуту утворюється метастабільна фаза складу Bi_2GeO_5 , котра для фази звлітину $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ є домішкою, через деякий перегрів розплаву, викликаного необхідністю збільшувати потужність, що підводиться до індуктора, на 10-20% від номінальної в першому аналогу і компенсувати втрати тепла при використанні воронки в другому аналогу. Це знижує якість вирощуваних монокристалів і збільшує енерговитрати.

При вирощуванні високотемпературних монокристалів (наприклад, ортосилікату гадолінію Gd_2SiO_5 , ортосилікату лютецію Lu_2SiO_5 , температура розплаву яких складає $1950-2150^\circ\text{C}$, на відміну від германату вісмуту $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ з температурою розплаву, яка не перевищує 1050°C) з використанням іридієвого оснащення двері вакуумної камери відкривати не можна ще і тому, що розігрівання іридію можливо проводити тільки в інертній атмосфері, оскільки на повітрі нагрітий іридій швидко і сильно окислюється, а це призводить не тільки

ки до забруднення і розплаву, і оснащення, але також до великих втрат іридію.

Крім того, при розгерметизації ростової камери з розплаву випаровуються оксиди вихідних компонентів, які, зазвичай, належать до хімічних речовин 1-3 класів небезпеки (Bi_2O_3 , CdO , PbO , SiO_2 , Gd_2O_3 , WO_3) - можлива поразка дихальних шляхів працівника і забруднення повітря в приміщенні.

Відомий спосіб синтезу і наплавлення шихти германату вісмуту [пат. України №16688, С30В15/00], що включає завантаження вихідної сировини і розігрів її в печі, твердофазовий синтез при нагріванні із швидкістю 10-20 град/мін, витримку і охолодження в тиглі. Сировину завантажують в бункер, встановлюють його співвісно над тиглем і розташовують у пічці, що заздалегідь нагріта до $1100 \pm 50^\circ\text{C}$. Нагрівають піч із швидкістю 50-100 град/мін до $915 \pm 15^\circ\text{C}$, потім знижують швидкість нагріву до відомої при твердофазовому синтезі, продовжують нагрів до $1100 \pm 50^\circ\text{C}$. Після розплавлення сировини в бункері, вона через отвір в дні перетікає в тигель. Далі проводять витримку протягом 2-6 годин, після чого тигель охолоджують, починаючи з його нижньої частини, із швидкістю 50-200 град/год до $970 \pm 70^\circ\text{C}$ і далі із швидкістю 200-600 град/год.

Даний спосіб реалізують в пічах колпакового або елеваторного типу, які передбачають омичний (резистивний) нагрів і негерметичну робочу камеру. В негерметичній пічці (після її часткового підйому) не виключена вірогідність забруднення сировини домішками з навколишнього середовища (з повітря приміщення, виділення з теплоізолюючої футеровки печі).

Піч з омичним нагрівом набагато інерційніше печі з індукційним нагрівачем, довше прогрівається, оскільки температура передається від нагрівача (дроту з високим омичним опором) до керамічного каркаса (труби), на якому вона намотана, потім крізь повітря до бункера з сировиною і тиглю, розташованим всередині керамічної труби. Щоб скоротити час нагріву сировини, піч заздалегідь розігрівують, тривалість процесу більше 3-7 годин.

При цьому, при омичному нагріві $T_{\text{max}}=1300-1350^\circ\text{C}$ (залежить від матеріалу нагрівача), а, значить, робочі температури не перевищують 1200°C (це підходить, наприклад, для германату вісмуту з $T_{\text{пл}}=1050^\circ\text{C}$ і вольфрамату свинцю з $T_{\text{пл}}=1123^\circ\text{C}$).

Крім того, застосування іридієвого оснащення при напавленні шихти високотемпературних монокристалів, як було сказано вище, вимагає наявності вакуумної камери з інертною атмосферою, оскільки на повітрі іридій при нагріві швидко і сильно окислюється, що призводить до забруднення і розплаву, і деталей вузла кристалізації.

Як прототип по кількості загальних ознак нами обрано останній з аналогів.

В основу наведеного винаходу поставлено задачу розробки способу наплавлення шихти монокристалів складних оксидів, як з $T_{\text{пл}} < 1500^\circ\text{C}$, так і вище за цю температуру (низько- і високотемпературні монокристали), забезпечуючого можливість вирощування якісних монокристалів при зниженні енерговитрат, збільшенні терміну служби

тигліл з дорогіцинних металів і зниження шкідливо-го впливу на здоров'я людини і екологію.

Рішення поставленої задачі забезпечується тим, що, в способі наплавлення шихти монокристалів складних оксидів, що включає завантаження шихти в бункер, розміщення його над тиглем співвісно останньому, з подальшим нагрівом, переміщення отриманого розплаву в тигель шляхом перетікання через отвір в дні бункера, витримку розплаву, після чого тигель охолоджують, починаючи з його нижньою частини, згідно винаходу, використовують піч з індукційним нагрівачем, розміщену у вакуумній камері, в якій створюють необхідне газове середовище, піч нагрівають із швидкістю 500-700град/год до розплавлення шихти в бункері, витримують розплав в тиглі протягом 0,3-0,6 години, потім виводять нижню частину тиглю вниз з індукційного нагрівача на 25% його висоти, витримують в такому положенні 0,15-0,25 години, потім відключають піч.

Рішення поставленої задачі забезпечується також і тим, що, в способі наплавлення шихти монокристалів складних оксидів, що включає завантаження шихти в бункер, розміщення його над тиглем співвісно останньому, з подальшим нагрівом, переміщення отриманого розплаву в тигель шляхом перетікання через отвір в дні бункера, витримку розплаву, після чого тигель охолоджують, починаючи з його нижньою частини, згідно винаходу, використовують піч з індукційним нагрівачем, розміщену у вакуумній камері, в якій створюють необхідне газове середовище, піч нагрівають із швидкістю 500-700град/год до розплавлення шихти в бункері, витримують розплав в тиглі протягом 0,3-0,6 години, потім виводять нижню частину тиглю вниз з індукційного нагрівача на 25% його висоти, витримують в такому положенні 0,15-0,25 години, потім охолоджують піч із швидкістю 300-500град/год до 1200±50°C з подальшим її відключенням.

Запропонований спосіб забезпечує, як і в прототипі, наплавлення шихти в тигель за один цикл, але за більш короткий час.

Весь технологічний цикл наплавлення шихти за способом, що заявляється, для вирощування як високотемпературних, так і низькотемпературних монокристалів, складає від 0,45 до 0,85 години, на відміну від аналогів, що використовують також індукційний нагрівач, і прототипу, що знижує енерговитрати і збільшує термін служби тиглю з дорогоцінного металу.

Даний спосіб є універсальним, оскільки його можна використовувати для наплавлення шихти складних оксидів як високотемпературних, так і низькотемпературних монокристалів. Оскільки наплавлення здійснюють в герметичній камері, то виключається забруднення розплаву, завдяки чому поліпшується якість вирощуваних монокристалів. При цьому виключаються і викиди шкідливих хімічних речовин - забезпечується захист людини і навколишнього середовища.

Швидкість нагріву нижче 500град/год невинправдано подовжує процес, а значить і збільшує всі види витрат; швидкість же вище 700град/год призводить до часткового руйнування кошовної теп-

лоізолюючої кераміки, тим самим підвищує собівартість майбутнього монокристала.

Витримка протягом 0,3-0,6 години розплаву в тиглі потрібна для повного завершення синтезу необхідної фази і гомогенізації розплаву.

Перевищення верхньої межі часу витримки невинправдано подовжує процес, збільшує всі види витрат, а також призводить до розстехіометрування розплаву. Витримка менше 0,3 години недостатня для завершення перебігу рідко фазових реакцій синтезу необхідної фази, а також повного перемішування і гомогенізації розплаву.

Охолодження нижньої частини тиглю здійснюють за рахунок переміщення тиглю вниз з індуктора на 25% його висоти. При цьому нижня частина тиглю виходить з індуктора і не нагрівається електромагнітним полем, що створює умови для затвердіння розплаву від дна тиглю, яке, у свою чергу, запобігатиме деформації тиглю. Переміщення тиглю з індуктора більше 25% його висоти призводить до достатньо різкого охолодження нижньої частини тиглю і теплоізолюючої кошовної кераміки цієї частини вузла наплавлення, що призведе до її розтріскування (виходу з ладу) і збільшить витрати і собівартість. Крім того, в цьому випадку значно змінюється електричне навантаження індуктора і настройка коливального контуру навантаження джерела індукційного нагріву печі, що може призвести до аварійного відключення індукційного нагріву зі всіма витікаючими наслідками: деформація тиглю, втрата теплоізолюючої кошовної кераміки, вихід з ладу джерела нагріву індукційної печі.

Переміщення тиглю з індукційного нагрівача менше 25% його висоти малоефективне і невинправдано подовжує процес, оскільки затвердіння розплаву йде повільніше, а значить і збільшує всі види витрат.

Витримка в такому положенні протягом 0,15-0,25 години необхідна для того, щоб затвердіння розплаву почалося і походило від дна тиглю, яке здійснюється без утворення усадкових порожнин, оскільки фронт кристалізації паралельний дзеркалу розплаву, на якому, за таких умов кристалізації, «кірка» (затверділий тонкий шар) не утворюється і верхній шар розплаву твердіє останнім, що виключає деформацію тиглю.

Перевищення верхньої межі часу витримки невинправдано подовжує процес, збільшує всі види витрат. Витримка менше 0,15 години недостатня для початку затвердіння розплаву, оскільки 75% висоти тиглю знаходиться ще в індукційному нагрівачі і нагрівається ВЧ - полем і при подальшому швидкому охолодженні утворюється «кірка» на поверхні розплаву, що призводить до деформації тиглю.

Для монокристалів з $T_{пл} < 1200^{\circ}\text{C}$ допустиме різке відключення нагріву після переміщення нижньої частини тиглю вниз з індукційного нагрівача на 25% його висоти і витримка в такому положенні 0,15-0,25 години (як в першому аналозі). Охолодження тиглю з розплавом в цьому випадку відбувається за рахунок тепловідвода через теплоізолюючу кераміку вузла наплавлення і водоохолоджуваній індукційний нагрівач. При

цьому кераміка практично не руйнується і придатна до подальшої експлуатації.

Для монокристалів з $T_{пл} > 1200^\circ\text{C}$ (особливо для $T_{пл} \sim 2000^\circ\text{C}$) необхідно для запобігання руйнування теплоізолюючої кераміки вузла наплавлення, охолоджувати тигель з розплавом зі швидкістю $300\text{--}500^\circ\text{C/год}$ до $1200 \pm 50^\circ\text{C}$, а потім відключати піч.

При швидкості охолодження більше 500°C/год спостерігається руйнування теплоізолюючої кераміки і вихід її з ладу, що спричиняє збільшення витрат і собівартості. При швидкості охолодження менше 300°C/год невиправдано збільшується час процесу і, відповідно, зростають всі види витрат.

Відповідну конкретному монокристалу газову атмосферу при наплавленні його шихти створюють напуском її у вакуумну камеру, тому докладного опису не вимагається.

В таблиці наведено приклади реалізації способу з параметрами, що заявляються, і значення одержаних величин деформації тиглю, наявності сторонніх фаз і витрат (собівартості).

Спосіб, що заявляється, реалізують на серійних індукційних технологічних установках для виробництва монокристалів методом Чохральського типу «Кристал - 3М», «Кристал - 607», «Кристал - 613», оснащених нижнім переміщуваним штоком.

Приклад 1. Наплавлення шихти германату вісмуту.

Шихту германату вісмуту $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO) з $T_{пл} = 1050^\circ\text{C}$ завантажують в платиновий бункер $\varnothing 120\text{мм} \times 200\text{мм} \times 1\text{мм}$, який встановлюють співвісно над платиновим тиглем $\varnothing 100\text{мм} \times 120\text{мм} \times 2\text{мм}$, розташовують їх у вузлі наплавлення, що міститься у пічці з індукційним нагрівачем, розміщеним у вакуумній камері установки «Кристал - 613», включають індукційний нагрівач і нагрівають бункер з тиглем в окислювальній атмосфері (повітря) зі швидкістю 500°C/год до розплавлення шихти. Контроль температури здійснюють за допомогою термомпари, закріпленої на верхній кромці тиглю. Розплав переміщується в тигель шляхом його перетікання з бункера. Витримують розплав в тиглі 0,6 годин, для гомогенізації, потім виводять нижню частину тиглю з індукційного нагрівача вниз на 30мм і витримують в цьому положенні 0,2 години. Придонна частина тиглю охолоджується, що створює умови для кристалізації розплаву від дна тиглю при подальшому охолодженні всього вузла. Потім відключають індукційний нагрів, і розплав остигає до затвердіння за рахунок інерційності печі. Весь процес перебігає в атмосфері, повністю ізольованій від зовнішнього середовища, і відсутності помітної деформації тиглю.

Приклад 2. Наплавлення шихти вольфраму свинцю.

Шихту вольфраму свинцю PbWO_4 (PWO) з $T_{пл} = 1123^\circ\text{C}$ завантажують в платиновий бункер $\varnothing 100\text{мм} \times 150\text{мм} \times 1\text{мм}$, який встановлюють співвісно над платиновим тиглем $\varnothing 100\text{мм} \times 80\text{мм} \times 2\text{мм}$, розташовують їх у вузлі наплавлення, що міститься у пічці з індукційним нагрівачем, розміщеним у вакуумній камері установки «Кристал - 613». Камеру вакуумують і напускають в неї газоподібний азот, включають індукційний нагрівач і нагрівають

бункер з тиглем в інертній атмосфері із швидкістю 550°C/год до початку розплавлення шихти. Контроль температури здійснюють за допомогою термомпари, закріпленої на верхній кромці тиглю. Розплав переміщується в тигель шляхом його перетікання з бункера. Витримують розплав в тиглі 0,3 години для гомогенізації, потім виводять нижню частину тиглю з індукційного нагрівача вниз на 20мм і витримують в цьому положенні 0,15 години. Придонна частина тиглю охолоджується, що створює умови для кристалізації розплаву від дна тиглю при подальшому охолодженні всього вузла. Потім відключають індукційний нагрів, і розплав остигає до затвердіння за рахунок інерційності печі. Весь процес проходить в атмосфері, повністю ізольованій від зовнішнього середовища, і відсутності помітної деформації тиглю.

Приклад 3. Наплавлення шихти силікату гадолінію.

Шихту силікату гадолінію Gd_2SiO_5 (GSO) з $T_{пл} = 1950^\circ\text{C}$ завантажують в іридієвий бункер $\varnothing 90\text{мм} \times 90\text{мм} \times 1\text{мм}$, який встановлюють співвісно над іридієвим тиглем $\varnothing 90\text{мм} \times 90\text{мм} \times 2\text{мм}$, розташовують їх у вузлі наплавлення, що міститься у пічці з індукційним нагрівачем, розміщеним у вакуумній камері установки «Кристал - 613». Камеру вакуумують і запускають в неї газоподібний аргон, включають індукційний нагрівач і нагрівають бункер з тиглем в інертній атмосфері зі швидкістю 650°C/год до початку розплавлення шихти. Контроль температури здійснюють за допомогою пірометра крізь оглядове віконце в установці. Розплав переміщується в тигель шляхом його перетікання з бункера. Витримують розплав в тиглі 0,4 години для гомогенізації, потім виводять нижню частину тиглю з індукційного нагрівача вниз на 25мм і витримують в цьому положенні 0,25 години. Придонна частина тиглю охолоджується, що створює умови для кристалізації розплаву від дна тиглю при подальшому охолодженні всього вузла. Потім охолоджують розплав зі швидкістю 500°C/год до 1200°C , після чого індукційний нагрів відключають, і розплав остигає до затвердіння за рахунок інерційності печі. Весь процес проходить в атмосфері, повністю ізольованій від зовнішнього середовища, і відсутності помітної деформації тиглю.

Приклад 4. Наплавлення шихти силікату лютецію.

Шихту силікату лютецію Lu_2SiO_5 (LSO) з $T_{пл} = 2150^\circ\text{C}$ завантажують в іридієвий бункер $\varnothing 60\text{мм} \times 60\text{мм} \times 2\text{мм}$, який встановлюють співвісно над іридієвим тиглем $\varnothing 60\text{мм} \times 60\text{мм} \times 2\text{мм}$, розташовують їх у вузлі наплавлення, що міститься у пічці з індукційним нагрівачем, розміщеним у вакуумній камері установки «Кристал - 613». Камеру вакуумують і напускають в неї газоподібний аргон, включають індукційний нагрівач і нагрівають бункер з тиглем в інертній атмосфері із швидкістю 700°C/год до початку розплавлення шихти. Контроль температури здійснюють за допомогою пірометра через оглядове віконце в установці. Розплав переміщується в тигель шляхом його перетікання з бункера. Витримують розплав в тиглі 0,5 години для гомогенізації, потім виводять нижню частину тиглю з індукційного нагрівача вниз на

15мм і витримують в цьому положенні 0,25 години. Придонна частина тиглю охолоджується, що створює умови для кристалізації розплаву від дна тиглю при подальшому охолодженні всього вузла. Потім охолоджують розплав зі швидкістю 700град/год до 1210°C, після чого індукційний нагрів відключають і розплав остигає до затвердіння за рахунок інерційності печі. Весь процес проходить в атмосфері, повністю ізольованій від зовнішнього середовища, і відсутності помітної деформації тиглю.

Приклади реалізації способу з іншими режимами параметрів, що заявляються, наведені в

таблиці, з якої виходить, що рішення задачі забезпечується тільки в межах параметрів, що заявляються (приклади 1-3).

Таким чином, запропонований спосіб забезпечує підвищення якості монокристалів (за рахунок відсутності забруднення шихти), зниження енерговитрат (за рахунок зменшення часу всього процесу), збільшення терміну служби тиглю з дорогоцінного металу (за рахунок відсутності помітної деформації тиглю) і виключення забруднення навколишнього середовища хімічними речовинами 1-3 класи небезпеки (за рахунок виключення необхідності розгерметизації вакуумної камери).

Таблиця

№ п/п	Хім. речовина	Кільк. спроб	Тпл. °C	Газове середовище	Швидк. нагріву град/год	Витримка розплаву, год	Витримка з опущеним тиглем, год	Швидкість охолодження град/год	Деформація тиглю	Інші фази	Витрати, собівартість	Примітка
За способом, що заявляється												
1	BGO	7	1050	повітря	500-550	0,6	0,2	350-300	немає	немає	норма	
2	PWO	12	1123	азот	550-600	0,3	0,15	400-350	немає	немає	норма	
3	GSO	9	1950	аргон	650-700	0,4	0,25	500 до 1200°C, потім 450-400	немає	немає	норма	
За межами режимів за способом												
4	BGO	1	1050	повітря	300	1,0	-	200	в нижній частині	є	більше норми	збільш. тривлість циклу
5	BGO	1	1050	повітря	750	0,5	0,5	500	немає	є	більше норми	втрати кераміки
6	BGO	1	1050	повітря	600	2,0	0,2	300	незначна	є	більше норми	збільш. тривлість циклу
7	PWO	1	1123	азот	300	0,5	-	500	незначна	немає	більше норми	збільш. тривлість циклу
8	PWO	1	1123	аргон	500	2,0	0,5	300	немає	є	більше норми	збільш. тривлість циклу
9	GSO	1	1950	аргон	400	0,2	-	500 до 1200 °C, потім 400	в нижній частині	немає	більше норми	збільш. тривлість циклу
10	GSO	1	1950	азот	750	1,0	-	400	незначна	є, та розстехіометрування розплаву	більше норми	втрати кераміки, ірідію