



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1122015 A1

(51)5 C 30 B 15/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3390768/26

(22) 23.12.81

(46) 15.04.93. Бюл. № 14

(72) Б.Г.Заславский, Э.В.Даниленко,
О.С.Мюлендорф, В.Я.Апилет и Л.Д.Лисови-
ченко

(56) Авторское свидетельство СССР
№ 692158, кл. C 30 B 15/02, 1975.

Патент США № 4036595, кл. B 01 J
17/18, 1977.

Авторское свидетельство СССР
№ 758604, кл. C 30 B 15/02, 1978.

(54) (57) 1. УСТРОЙСТВО ДЛЯ ВЫТАГИВА-
НИЯ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА, включа-
ющее ростовую камеру, расположенные в
ней тигель для расплава, установленный в
нем питатель, соединенный с ним через до-
затор транспортной трубкой, введенной
вертикально в дозатор, и выполненный в

виде тора, средство регулирования уровня
расплава в тигле и нагреватели, размещен-
ные под тиглем коаксиально с внешней сто-
роны тигля и питателя, отличающееся с
тем, что, с целью получения крупногабарит-
ных сцинтилляционных кристаллов за счет
повышения точности поддержания уровня
расплава в тигле, питатель установлен под
тиглем и выполнен с внешним и внутренним
диаметрами, составляющими соответствен-
но 1-1,2 и 0,7-0,9 диаметра тигля, а транс-
портная трубка введена в дозатор через его
дно.

2. Устройство по п. 1, отличающееся
с тем, что средство регулирования уровня
расплава в тигле выполнено в виде щупа,
один конец которого размещен в дозаторе,
а другой соединен электрически с системой
поддачи инертного газа в питатель.

Изобретение относится к одной из обла-
стей химической технологии - выращи-
ванию кристаллов, к устройствам для
вытягивания кристаллов из расплава. Оно
может найти применение в химической и
электронной промышленности при произ-
водстве путем автоматизированного вытя-
гивания из расплава крупногабаритных
щелочно-галогидных кристаллов.

Цель изобретения - получение крупно-
габаритных сцинтилляционных кристаллов
за счет повышения точности поддержания
уровня расплава в тигле.

На фиг. 1 представлен общий вид уст-
ройства, разрез: на фиг. 2 - вид тигля и

системы подпитки, разрез; на фиг. 3 - раз-
рез А-А на фиг. 2.

Устройство содержит герметичную рос-
товую камеру 1, в которой размещены кони-
ческий тигель 2 и питатель 3. Питатель 3
выполнен в виде тора (см. фиг. 2), распо-
ложен коаксиально под тиглем. Внешний диа-
метр питателя D составляет 1-1,2, а
внутренний d- 0,7 - 0,9 диаметра тигля (d_T).

Объем питателя 3 соединен с тиглем 2
вертикальной транспортной трубкой 4, ко-
торая введена в дозатор 5 через его дно на
высоту 0,9 от высоты дозатора 5 тигля 2. В
верхней части трубки 4 имеется выходное
отверстие 6. Дозатор 5 соединен с тиглем 2
горизонтальной переточной трубкой 7. Ти-

(19) SU (11) 1122015 A1

гель 2 и питатель 3 жестко соединены друг с другом при помощи вертикальных 8 и представляют собой единую (см. фиг. 2) конструкцию (тигель-питатель).

Тепловое поле в ростовой камере формируется цилиндрически боковым 9 и донным 10 нагревателями. Донный нагреватель 10 выполнен в виде спирали Архимеда. В дозатор 5 сверху через крышку камеры 1 введен щуп 11 (фиг. 1), который подключен к входу блока 12 управления подпиткой и входу системы регулирования диаметра кристалла, состоящей из блока 13 измерения интервалов времени между подпитками, программатора 14 заданных интервалов, блока 15 сравнения этих интервалов и блока 16 коррекции температуры. Выходы блоков 13 и 14 подключены к входу блока 15, а выход блока 15 подключен к входу блока 16. Выход блока 12 управления подпиткой подключен к обмотке электромагнитного клапана 17, управляющего подачей инертного газа в объем питателя 3 через трубку 18, соединенной с питателем на коническом разьеме 19, которым снабжен загрузочный патрубок 20. Через крышку ростовой камеры 1 герметично введен шток 21 кристаллодержателя. Кристалл 22 вытягивают на затравке 23 с помощью механизма перемещения и вращения кристаллодержателя, которые на фиг. 1 не показаны.

Устройство работает следующим образом. Исходное сырье в виде мелкокристаллического порошка и активатор загружают в питатель 3 через загрузочный патрубок 20 и устанавливают тигель-питатель в печи в рабочее положение. Устанавливают затравку 23 в кристаллодержателе и вводят щуп 11 в дозатор в исходное положение.

Герметизируют все уплотнения печи, сушат сырье при откачке и расплавляют. Включают блок 12 управления подпиткой, при этом расплав из питателя 3 под давлением инертного газа поступает в тигель 2. Высота исходного столба расплава 2 (или диаметр зеркала расплава) зависит от положения кончика щупа 11 относительно дна дозатора 5. Начинают радиальный рост как обычно по методу Киропулоса при одновременном вытягивании кристалла. В дальнейшем при понижении уровня расплава в тигле 2 вплоть до разрыва предельно вытянутого мениска между щупом 11 и поверхностью расплава в дозаторе 5 блок 12 управления подпиткой включает ток в обмотке электромагнитного клапана 17. Сердечник клапана поднимается и инертный газ выдавливает расплав из питателя 3 по транспортной трубке 4 в дозатор 5. При

замыкании контакта щуп-расплав обмотка клапана 17 обесточивается и сердечник перекрывает подачу инертного газа в питатель. Подпитка прекращается. Расплав из дозатора перетекает в тигель и т.д.

Донный нагреватель 10, расположенный под тиглем 2 во внутренней полости питателя 3, обеспечивает вместе с боковым цилиндрическим нагревателем 9 расплавление сырья в тигле 2 и в питателе 3.

Выращивают монокристалл NaJ(П) диаметром 450 мм в предложенном устройстве следующим образом. Платиновый конический тигель 2 (см. фиг. 1) диаметром 500 мм с углом при вершине 130° расположен над питателем 3 и соосно соединен с ним при помощи десяти вертикальных стоек 8 диаметром 20 мм и высотой 120 мм. Платиновый питатель 3 выполнен в виде тора прямоугольного сечения.

Внешний диаметр питателя равен 600 мм ($500 \times 1,2$), внутренний 400 мм ($500 \times 0,8$), высота 200 мм, толщина стенок 1 мм.

Дозатор 5, представляющий собой цилиндрический сосуд диаметром 30 мм и высотой 120 мм, расположен с внешней стороны тигля 2 параллельно его оси на кратчайшем расстоянии и соединен с тиглем горизонтальной переточной трубкой 7 с внутренним диаметром 5 мм. Переточная трубка 7 вварена в нижних частях конического тигля 2 и дозатора 5, что дает возможность задавать любой исходный уровень расплава в тигле. Транспортная трубка 4 диаметром 5 мм для подачи расплава из питателя 3 в дозатор 5 введена вертикально из объема питателя в дозатор через его дно, причем ось трубки 4 смещена от оси дозатора 5 на четверть его диаметра для удобства размещения щупа 11. Нижний торец транспортной трубки 4, находящийся у дна питателя 3, срезан под углом 45° для предотвращения перекрытия ее дном питателя. Трубка 4 вварена в дозатор 5 на 0,9 его высоты (или высоты тигля).

Верхний торец трубки 4 заглушен, а выходное отверстие 6 диаметром 1,5 мм расположено в верхней части стенки трубки 4, обращенной в противоположную сторону от щупа 11 для того, чтобы струя в момент подпитки не попадала непосредственно на щуп, а стекала по стенке дозатора 5. Щуп 11 представляет собой платиновую проволоку диаметром 1 мм, заключенную для жесткости в кварцевую или керамическую трубку диаметром 8–10 мм. Щуп введен в дозатор сверху через крышку ростовой камеры 1. Диаметр загрузочного патрубка 20 равен 30 мм. Мощности бокового 9 и донного 10 нагревателей равны по 10 кВт.

Процесс выращивания состоит из двух основных стадий: стадии подготовки устройства и непосредственно стадии выращивания.

Стадия подготовки устройства заключается в следующем. В тщательно вымытый и высушенный питатель 3 через патрубок 20 загружают исходное сырье (йодистый натрий, около 40 кг) и активатор (йодистый таллий, около 0,4 кг). Устанавливают тигель-питатель в ростовой камере 1 в рабочее положение и центрируют относительно нагревателей 9 и 10 и штока 21 кристаллодержателя. Закрепляют заправку 23. Устанавливают в исходное положение шуп 11 (кончик шупа находится на расстоянии 10 мм от дна дозатора) и трубку 18 для подачи инертного газа в питатель. Герметизируют все уплотнения. Сушат исходное сырье в питателе при откачке в течение 24 ч, повышая температуру на нагревателях до 400°C . Заполняют объем ростовой камеры 1 и питателя 3 сухим аргонном до избыточного давления 0,005–0,1 атм и расплавляют сырье в питателе, повысив температуру на донном 10 и боковом 9 нагревателях до 780°C и 850°C соответственно. Включают блок 12 управления подпиткой, при этом в отсутствие контакта шупа 11 с расплавом электромагнитный клапан 17 открывается и аргон передокачивает расплав из питателя 3 по транспортной трубке 4 в дозатор 5 до замыкания контакта шуп-расплав. Из дозатора 5 расплав по трубке 7 перетекает в тигель 2. При разрыве контакта шуп-расплав акт подпитки повторяется и т. д. Диаметр исходного зеркала расплава в коническом тигле определяется положением шупа 11. Опускают заправку 23 до соприкосновения ее с расплавом и корректируют температуру нагревателей для оплавления заправки и достижения начала роста.

Радиальный рост ведут при перемещении штока 21 кристаллодержателя вверх с заданной скоростью 3–5 мм и при перемещении шупа 11 вверх со скоростью 2–5 мм. Перемещение шупа обеспечивает увеличение диаметра зеркала расплава на всем протяжении стадии радиального роста.

При выращивании кристалла в высоту перемещение шупа 11 прекращают. Скорость кристаллизации (диаметр кристалла) на стадиях радиального роста и роста в высоту автоматически регулируется по частоте дозированных подпиток с помощью блока 13 16.

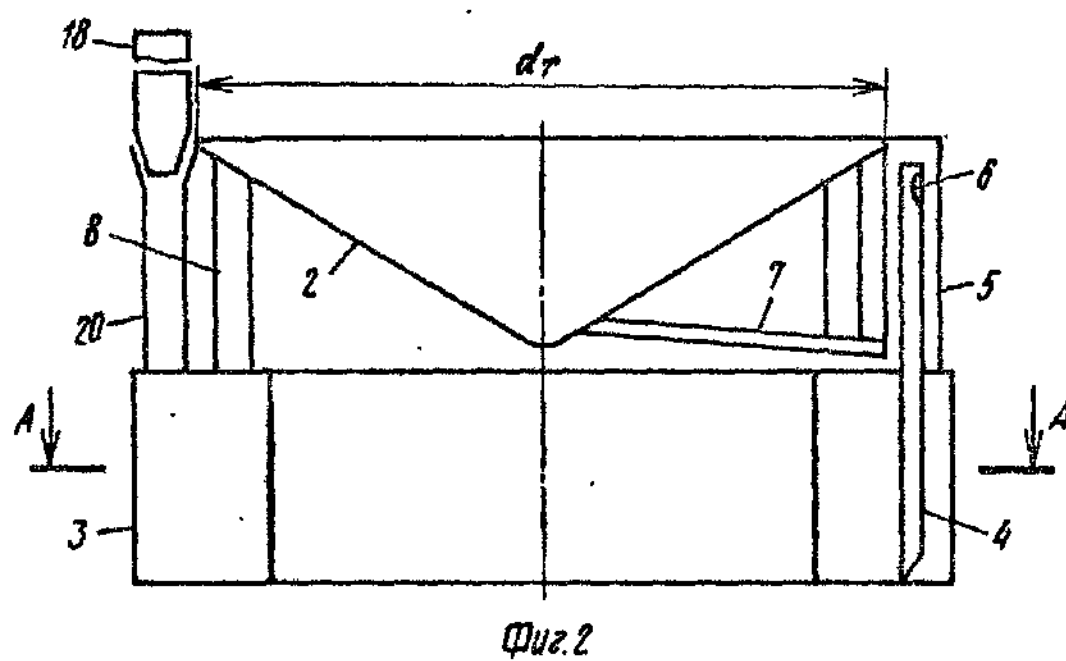
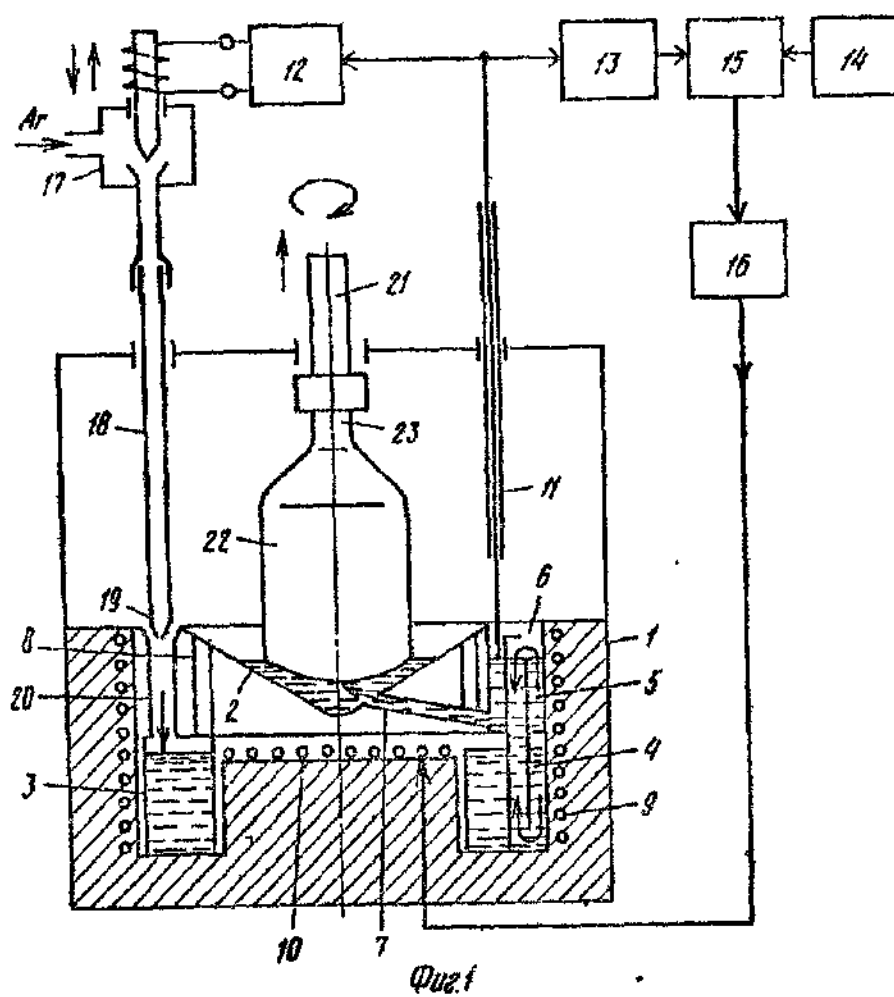
Тороидальная форма питателя не нарушает осевой симметрии теплового поля в

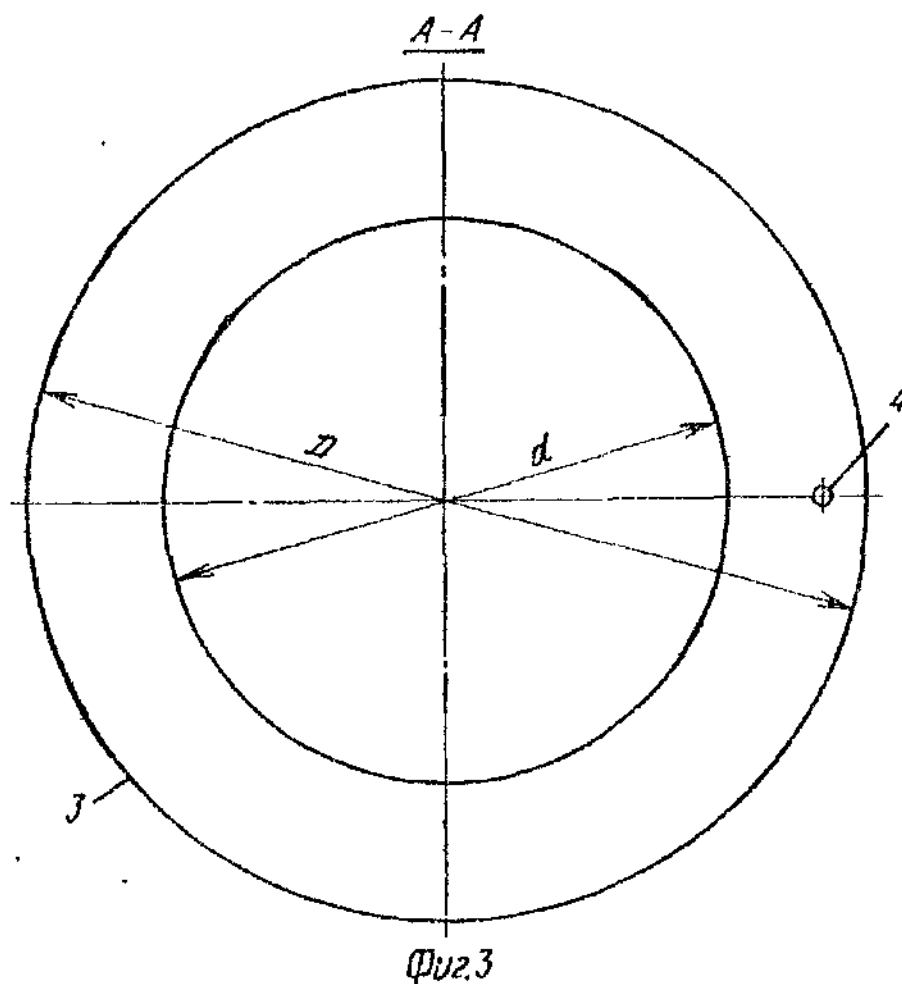
ростовой камере, формируемого боковым 9 и донным 10 нагревателями. Оба нагревателя, кроме своих основных функций — расплавления сырья в тигле и формирования заданного фронта кристаллизации, обеспечивают расплавление исходного сырья в питателях. Расположение питателя в ростовой камере под тиглем и ввод транспортной трубки в дозатор через его дно упрощает также и подачу расплава в тигель, так как отпадает необходимость в дополнительном нагревателе для транспортной трубки. Соотношения внешнего и внутреннего диаметров питателя и тигля, равные 1–1,2 и 0,7–0,9 соответственно, подобраны экспериментально и являются оптимальными, так как позволяют сохранить прежними геометрические размеры и мощности нагревателей ростовой камеры и обеспечивают возможность установки питателя и тигля в рабочее положение и их центровку относительно нагревателей и штока кристаллодержателя.

Увеличение внешнего диаметра питателя относительно диаметра тигля, т. е. уход от соотношений $D/d_f = 1,2$ (см. фиг. 2) к большим значениям, приводит к еще большему удалению бокового нагревателя от тигля (см. фиг. 1), что нежелательно, так как в этом случае затрудняется управление процессом роста из-за увеличения тепловой инерционности и, кроме того, приводит к необходимости повысить температуру бокового нагревателя для расплавления сырья в тигле. Уменьшение же этого соотношения, т. е. уход от $D/d_f = 1$ к меньшим значениям, приводит к уменьшению объема питателя, что также нежелательно при выращивании крупногабаритных кристаллов. Последнее обстоятельство делает нецелесообразным увеличение внутреннего диаметра питателя относительно диаметра тигля, т. е. уход от соотношения $d/d_f = 0,9$ к большим значениям. Уменьшение этого соотношения — уход $d/d_f = 0,7$ в сторону меньших значений — приводит к уменьшению диаметра донного нагревателя и уменьшению его влияния на формирование заданного фронта кристаллизации.

Как следует от приведенного разъяснения, только при заявляемом соотношении диаметров питателя и тигля становится возможной работа устройства в устойчивом режиме и достигается упрощение конструкции, так как не требуется дополнительного нагревателя.

Предлагаемое устройство позволяет получать крупногабаритные сцинтилляционные кристаллы.





Редактор

Составитель Б Заславский
Техред М Моргентал

Корректор М Керцман

Заказ 1967

Тираж

Подписное

ВНИИИИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб. 4/5

Производственно издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина 101

