



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

233 695

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita

(22) Přihlášeno 24 02 83

(21) (PV 1268-83)

(51) Int. Cl.³ C 30 B 35/00

(40) Zveřejněno 13 08 84

(45) Vydáno 01 07 86

(75)

Autor vynálezu

KVAPIL JOSEF ing. CSc., TURNOV,
PLEŠTIL ZDENĚK, MÍROVÁ POD KOZÁKOVEM-BĚLÁ,
HOLAS MIROSLAV, TURNOV,

BOUČEK IVAN ing., MALÁ SKÁLA,
KVAPIL JIŘÍ ing. CSc.,
DĚDEK MILAN, TURNOV,
PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE

(54) Způsob úpravy molybdenových kelímků pro pěstování monokrystalů oxidů kovů

Zvýšení životnosti molybdenových kelímků pro pěstování monokrystalů oxidů kovů, tvořených silnostěnným sintrovaným molybdenovým kelímkem s plechovou vložkou se dosáhne tepelným zpracováním, při němž se kelímek vystaví po dobu půl až pěti hodin teplotě o 10 až 300 °C vyšší než je teplota, při které tenze par molybdenu dosáhne celkového tlaku v prostoru, kde zahřívání probíhá.

Vynález se týká způsobu úpravy molybdenových kelímků používaných pro pěstování monokrystalů oxidů kovů s vysokou *teplotou* tání, umožňující podstatné prodloužení životnosti těchto kelímků.

Při pěstování některých technicky významných monokrystalů oxidů s vysokou *teplotou* tání, jako je hlinitoyttritý granát ($Y_3Al_5O_{12}$), korund (Al_2O_3), hlinitoyttritý perovskit ($YAlO_3$) je možné používat místo iridiových kelímků, kelímků z wolframu nebo molybdenu. Podmínkou je, aby tavenina pěstovaných monokrystalů byla stabilní za podmínek, při kterých je stabilní wolfram a molybden, t.j. aby se nerozkládala působením redukčního nebo neutrálního ochranného prostředí, případně vakua a aby za těchto podmínek nereagovala s výše uvedenými kovy. Tyto podmínky jsou splněny například při tavení korundu a hlinitoyttritého granátu ve wolframových a molybdenových kelímcích v inertoní nebo redukční atmosféře a ve wolframových kelímcích ve vysokém vakuu.

Některé nevýhody wolframových a molybdenových kelímků, jako je porovitost nebo znečištění jinými níže tajícími kovy, jako je kobalt, způsobené výrobou těchto kelímků metodou práškové metalurgie, jsou odstraněny způsobem, chráněným čs. autorským osvědčením č. 149 795, podle něhož je silnostěnný a porézní kelímek z wolframu, molybdenu nebo jejich slitiny vyložen kompaktním neporézním plechovým kelímkem, vyrobeným kováním nebo válcováním. Tavenina je potom ve styku s kompaktním materiálem, který je vyroben bez přídavku pojiv, tj. nížetajících kovů, takže pak je vedle dostatečné mechanické pevnosti zaručena i požadovaná čistota. Takto upravené kelímky mají životnost 8 až 12 pěstovacích cyklů. Potom vlivem rozdílné

deformace kompaktního a sintrovaného materiálu kelímku při vysokých teplotách a především vlivem modifikační změny objemu taveniny hlinitoyttritého granátu při opětovném pěstování zčásti naplněného kelímku, dochází k jeho celkové deformaci a pronikání části taveniny mezi sintrovaný kelímek a jeho plechovou vložku. Tím dochází k odtržení vložky od sintrovaného kelímku, k jejímu narušení a deformaci a vážnému narušení hydrodynamických podmínek v pěstovacím kelímku. Takový kelímek je pak pro další pěstování nepoužitelný a vedle kelímku dochází i ke ztrátě taveniny, zbylé po tomto posledním pěstovacím cyklu.

Tyto nevýhody dřívějšího vynálezu čs. autorského osvědčení č. 149 795 odstraňuje a životnost kelímku podstatně prodlužuje tepelné zpracování kelímku podle hořejšího vynálezu použitím předloženého vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že sintrovaný molybdenový kelímek s plechovou molybdenovou vložkou se zahřívá po dobu půl až pět hodin na teplotu o 10 až 300 °C vyšší, než je teplota, při které tenze par molybdenu dosáhne celkového tlaku v prostoru, kde zahřívání probíhá.

Tím se dosílí, že molybdenové páry vytěsní ze stykových ploch mezi sintrovaným kelímkem a plechovou vložkou zbytky jiných látek a dojde k jejich spojení do té míry, že celek je podstatně odolnější při použití při pěstování monokrystalů, čímž se značně prodlouží jejich životnost.

Příklad 1

Kelímek pro pěstování monokrystalů hlinitoyttritého granátu byl vyroben tak, že do molybdenového kelímku, zhotoveného technologií práškové metalurgie o síle stěny 6 mm byla vložena vložka z molybdenového plechu o síle 0,3 mm a tento kelímek byl zahříván po dobu 4 hodin ve vakuové odporové peci na teplotu o 30 °C vyšší, než odpovídalo teplotě, při níž tenze par molybdenu dosáhne celkového tlaku v prostoru vakuové pece. Takto upravený kelímek byl s úspěchem použit při 24 pěstovacích cyklech, aniž by byl znehodnocen, zatímco, nebyl-li vystaven tepelnému zpracování podle vynálezu, vydržel toliko 10 pěstovacích cyklů.

Příklad 2

Byl upraven molybdenový kelímek pro pěstování monokrystalů yttritohlinitého perovskitu obdobně jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že použitá teplota byla o 200 °C vyšší než odpovídá teplotě při níž tenze par molybdenu dosáhne celkového tlaku v prostoru, kde zahřívání probíhá a že tato teplota byla udržována po dobu 1 hodiny. Dosažené výsledky byly obdobné jako v příkladu 1.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

233 895

Způsob úpravy molybdenových kelímků pro pěstování monokrystalů oxidů kovů, tvořených silnostěným molybdenovým sintrovaným kelímkem s plechovou molybdenovou vložkou jeho tepelným zpracováním, vyznačený tím, že kelímek se zahřívá po dobu půl až pěti hodin na teplotu o 10 až 300 °C vyšší než je teplota, při které tenze par molybdenu dosáhne celkového tlaku v prostoru, kde zahřívání probíhá.