



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

217533

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.³

C 30 B 35/00

(22) Přihlášeno 30 04 81
(21) (PV 3234-81)

(40) Zveřejněno 26 03 82

(45) Vydáno 15 02 85

(75)

Autor vynálezu

BÁRTA ČESTMÍR ing. CSc., KOŠTÁL EMIL doc. ing. CSc.,
TRÍSKA ALEŠ ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob stanovení teploty a/nebo optické jakosti monokrystalů

Obor, kterého se vynález týká, je způsob přímého bezdotykového měření teploty monokrystalů dielektrik a/nebo optické jakosti opticky dvojlomných monokrystalů dielektrik.

Technický problém, který vynález řeší, je způsob bezdotykového měření teploty a jakosti monokrystalu, kterým je možno měřit teplotu a/nebo optickou jakost monokrystalů, aniž by došlo k poruše jeho homogenity nebo ke zmenšení celkového objemu.

Podstatou vynálezu je způsob stanovení teploty a/nebo optické jakosti monokrystalu v průběhu jeho růstu nebo temperování, při kterém se zkoumaným monokrystalem vede polychromatické světlo, načež intenzita světla propuštěného monokrystalem se změní ve dvou navzájem kolmých polarizačních rovinách anebo ve dvou selektivních vlnových délkách odpovídajících absorpčnímu spektru daného monokrystalu.

Vynález se týká způsobu přímého bezdotykového měření teploty monokrystalů dielektrik, a/nebo optické jakosti opticky dvojlomných monokrystalů dielektrik.

Je známo, že některé monokrystaly, například monokrystaly chloridu rtuťného, kalomelu, jsou pro své fyzikální vlastnosti a extrémní anisotropii nejen velmi citlivým modelovým prostředím v oblasti fyziky [Kapljanskij A. A., Markov J. F., Barta Č.: *Izv. akad. nauk SSSR, ser. fiz.* 43 /1979/ 1941] a fyzikální chemie [Barta Č.: *Proc. 1 symp. on Mercury* /I/ Halides, Liblice /1976/ 13], ale představují i slibný perspektivní technický materiál [Barta Č., Silvestrova I. M.: *Proc. 4 Int. Symp. "Reinstoffe in Wissenschaft und Technik"*, Dresden /1975/ 261]. Pěstují se z plynné fáze sublimací, to jest postupem, který je značně náročný na přesnost a časový průběh krystalizačního pochodu. Při dané krystalografické orientaci je proces krystalizace určen hodnotou teploty na frontě krystalizace (t_1), gradientem teploty mezi frontou krystalizace a narostlým krystalem ($t_1 - t_2$), gradientem teploty mezi frontou krystalizace a výchozí surovinou ($t_3 - t_1$), dále gradientem dostředným a geometrickými poměry v ampuli i krystalizátoru. Závažný vliv mají i rozkmit, střída a povaha teplotních změn a stupeň homogenity gradientu teplotního pole. Mimoto příprava monokrystalů je ovlivňována proměnnými parametry týkajícími se změn objemu krystalu i výchozí suroviny v průběhu procesu pěstování, to jest změn v odvodu tepla, tepelné setrvačnosti a dalších fyzikálních parametrů. Nedostatkem je, že k účinnému sledování i k řízení způsobu pěstování monokrystalů jsou zapotřebí průběžné informace o jakosti rostoucího monokrystalu, které dosud zcela chybí.

Použití samotných čidel teploty, umístěných mimo rostoucí krystal, nepostačí jako jediné zdroje informací pro řízení optimálních podmínek růstu, neboť pomáhají řídit pouze průměrnou teplotu vlastního povrchu a do tepelného režimu rostoucího monokrystalu vnášejí nepravidelnosti. Je sice znám postup, při kterém se v krystalu nechá zarůst křemenná kapilára opatřená posuvným čidlem teploty, a který poskytuje dobré doplňkové informace pro řízení krystalizačního pochodu, avšak pro ekonomicky výhodnou výrobu monokrystalů není toto řešení použitelné, neboť zhodnocuje část objemu monokrystalu, porušuje jeho homogenitu, vyvolává v něm vnitřní pnutí. Mimoto při tomto způsobu práce se průběh změn teploty čidla a monokrystalu od sebe liší.

Bylo také uvažováno přímé radiační měření teploty rostoucího krystalu chloridu rtuťného, avšak bezúspěšně, neboť monokrystaly kalomelu jsou dobře propustné i v široké oblasti IČ části spektra, a proto nevyzařují vlnovou délku, na které pracují radiační detektory. Obtížné je i přesné radiační měření teploty ampule.

Ukázalo se proto jako potřebné, aby byl vyřešen způsob bezdotykového měření teploty a jakosti monokrystalu, který nebude mít výše uvedené nevýhody, zejména kterým bude možno měřit požadované hodnoty pěstovaného monokrystalu, aniž by došlo k porušení jeho homogenity nebo ke zmenšení jeho celkového objemu.

Uvedený cíl je dosažen tímto vynálezem, jehož předmětem je způsob stanovení teploty a/nebo optické jakosti monokrystalu v průběhu jeho růstu nebo temperování. Podstatou vynálezu je pracovní postup, při kterém se zkoumaným monokrystalem vede polychromatické světlo například ve formě světelného svazku, načež intenzita světla propouštěného monokrystalem se měří ve dvou navzájem kolmých polarizačních rovinách anebo ve dvou selektivních vlnových délkách odpovídajících absorpčnímu spektru daného monokrystalu. Přitom optická jakost monokrystalu se popřípadě stanoví měřením a porovnáním intenzit řádného i mimořádného světelného svazku na delší ze dvou selektivních vlnových délek, a teplota monokrystalu se může zjistit změřením a porovnáním intenzity obou dvou světelných svazků polarizovaných jako paprsky řádné. Teplota monokrystalu se popřípadě stanoví změřením intenzity řádného světelného svazku o vlnové délce větší nežli 600 nanometrů s intenzitou řádného světelného svazku o vlnové délce 400 až 570 nanometrů, s výhodou o vlnové délce 470 až 550 nanometrů, a teplota monokrystalu se popřípadě stanoví změřením intenzity řádného paprsku světelného svazku o vlnové délce větší nežli 400 nanometrů, s výhodou v rozmezí 600 až 700 nanometrů,

s intenzitou řádného světelného svazku o vlnové délce menší než 400 nanometrů, s výhodou o vlnové délce 350 nanometrů.

Vynález je založen na poznatku, že teplota pěstovaného monokrystalu se může měřit diskontinuálně nebo plynule analýzou informace, která je nesena světelným svazkem prošlým krystalem, kde monokrystal v tomto případě působí jako filtr. Takto se potřebné doplňkové informace o teplotě získají přímo ze samotného pěstovaného monokrystalu, a popřípadě mohou být s výhodou využity jako informace zpětné vazby pro řízení vlastního růstu monokrystalu. Využívá se přitom skutečnosti, že při běžné teplotě místnosti (18°C) jsou krystaly kalomelu bezbarvé s krátkovlnnou mezí propustnosti v oblasti $0,38\ \mu\text{m}$, a při teplotě krystalizace například při 485°C jsou oranžové s krátkovlnnou mezí propustnosti v oblasti $0,56\ \mu\text{m}$. Pěstovaný monokrystal lze proto využít jako filtr, jehož propustnost je funkcí teploty.

Obdobnou teplotní závislost absorpce vykazují všechny monokrystaly dielektrik, avšak s tím rozdílem, že krátkovlnná mez propustnosti je více či méně posunuta do kratší či delší spektrální oblasti. Zvláště výhodný je případ, když srovnání intenzit na obou vlnových délkách se provádí na světelných svazcích polarizovaných jako řádných, jejichž intenzita není závislá na změnách optické jakosti monokrystalu.

Postupem podle tohoto vynálezu lze pracovat s přesností lepší nežli $0,1\%$, které umožňuje, aby byly zjišťovány teplotní změny v rozmezí $\pm 0,2\%$, což je sice zhruba stejná přesnost, s jakou bylo možno až dosud pracovat známými metodami, proti kterým má však vynikající výhodu, že umožňuje přímé a bezkontaktní měření teploty vlastního pěstovaného monokrystalu, aniž by přitom byl nepříznivě ovlivněn proces růstu.

Vynález je také založen na poznatku, že pro přímé hodnocení optické jakosti opticky dvojlomných monokrystalů, jako je například kalomel či safír, nebo pro přímé hodnocení izotropních monokrystalů s opticky anomálním dvojlomem způsobeným například vnitřním pnutí, je možno využít rozdílného rozptylu řádného a mimořádného svazku elektromagnetického záření, šířících se reálnou strukturou těchto dielektrických monokrystalů. Mozaikové bloky, krystalová dvojčata, skluzové linie, plastické deformace a další vady nekladou žádnou překážku průchodu řádného paprsku, který v tomto případě představuje paprsek referenční, avšak jsou příčinou rozptylu paprsku mimořádného, jehož index lomu je vektorově závislý a který v tomto případě je pracovním světelným paprskem. Procházející mimořádný světelný paprsek mění proto svou intenzitu úměrně s měnícími se fyzikálními vlastnostmi rostoucího monokrystalu. Optická jakost se tedy určí srovnáním intenzity řádného a mimořádného světelného svazku na vlnové délce, na které absorpce paprsku není teplotně závislá.

Výhody tohoto řešení jsou zřejmé z následujícího příkladu provedení, který objasňuje podstatu vynálezu, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezoval.

P ř í k l a d 1

Teplota a jakost rostoucího monokrystalu chloridu rtuťnatého.

Teplota a jakost rostoucího monokrystalu chloridu rtuťnatého Hg_2Cl_2 se sledují tak, že do monokrystalu rostoucího v uzavřené ampuli z křemenného skla, umístěné ve vertikální odporové peci z křemenného skla vyhřívané dvěma segmenty, se mezerou mezi odporovým vinutím vede rovnoběžný polychromatický světelný svazek, který po výstupu z krystalu se pomocí optické soustavy vede polarizátorem a rozdělí ve dva světelné svazky. První světelný svazek se vede interferenčním filtrem o vlnové délce $750\ \text{nm}$ na fotodiodu polovodičového typu, druhý světelný svazek se obdobným způsobem vede interferenčním filtrem o vlnové délce $530\ \text{nm}$ na jinou fotodiodu. Úroveň signálů od obou fotodiód při detekování obou světelných svazků polarizovaných jako řádné činí řádově $10^{-9}\ \text{A}$, a pomocí zesilovačů a stolního kalkulatoru s elektronickým příslušenstvím se zpracují na číselnou informaci o teplotě rostoucího monokrystalu Hg_2Cl_2 , která je v rozmezí 450 až 480°C .

Této číselné informace se použije jednak ke studiu procesu růstu, jednak k řízení teploty rostoucího monokrystalu a k řízení rychlosti posunu monokrystalu teplotním polem krystalizátoru, která, při průměru monokrystalu cca 30 mm a jeho celkové délce 90 mm, je v rozmezí 2 až 5 m/24 hod.

Pomocí téhož stolního kalkulátoru s elektronickým příslušenstvím se současně na vlnové délce 750 nm porovnávají intenzity světelných svazků o hodnotě řádově 10^{-4} W/m², polarizovaných střídavě jako řádné a mimořádné.

P ř í k l a d 2

Pracuje se stejným způsobem, jako je uvedeno v příkladu 1, avšak s tou změnou, že se sleduje proces růstu monokrystalu korundu bez použití kelímku, a že se pracuje s filtry pro vlnovou délku 300 a 450 nanometrů.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob stanovení teploty a/nebo optické jakosti monokrystalu v průběhu jeho růstu nebo temperování, vyznačený tím, že zkoumaným monokrystalem se vede polychromatické světlo například ve formě světelného svazku, načež intenzita světla propuštěného monokrystalem se změří ve dvou navzájem kolmých polarizačních rovinách anebo ve dvou selektivních vlnových délkách odpovídajících absorpčnímu spektru daného monokrystalu.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že optická jakost monokrystalu se stanoví změřením a porovnáním intenzit řádného a mimořádného světelného svazku na delší ze dvou selektivních vlnových délek.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že teplota monokrystalu se zjistí změřením a porovnáním intenzity obou dvou světelných svazků polarizovaných jako paprsky řádné.

4. Způsob podle bodu 1 a 3, vyznačený tím, že teplota monokrystalu kalomelu se stanoví změřením a porovnáním intenzity řádného světelného svazku o vlnové délce v rozmezí 600 až 5 000 nanometrů, s intenzitou řádného světelného svazku o vlnové délce 400 až 570 nanometrů, s výhodou o vlnové délce 470 až 550 nanometrů.

5. Způsob podle bodu 1 a 3, vyznačený tím, že teplota monokrystalu se stanoví změřením a porovnáním intenzity řádného paprsku světelného svazku o vlnové délce v rozmezí 400 až 3 000 nanometrů, s výhodou v rozmezí 600 až 700 nanometrů, s intenzitou řádného světelného svazku o vlnové délce v rozmezí 140 až 400 nanometrů, s výhodou o vlnové délce 350 až 395 nanometrů.