

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

265 100

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 30 B 35/00,
C 30 B 29/16

(21) PV 442-88.W
(22) Přihlášeno 25 01 88

(40) Zveřejněno 15 12 88
(45) Vydáno 15 01 90

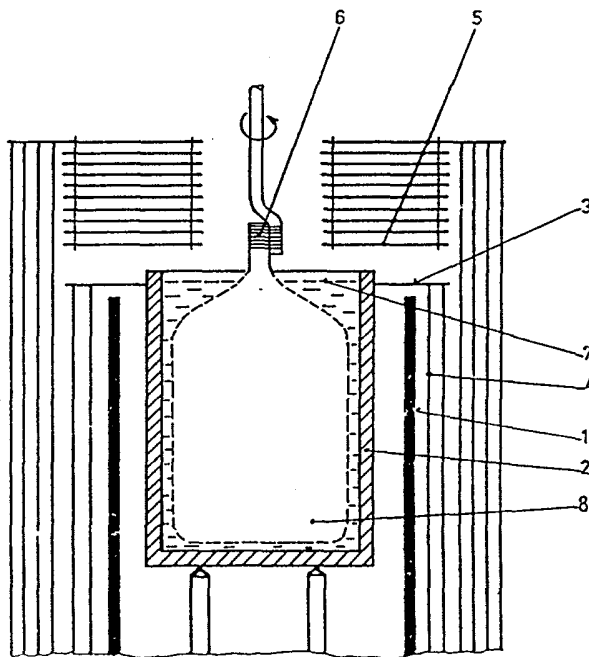
(75)
Autor vynálezu

PERNER BOHUMIL ing. CSc.,
KVAPIL JIŘÍ ing. DrSc.,
KVAPIL JOSEF ing. CSc.,
HOLAS MIROSLAV, TURNOV

(54)

Zařízení pro pěstování vysokotajících oxidových
monokrystalů z taveniny

(57) Zařízení pro pěstování vysokotajících oxidových monokrystalů z taveniny, zejména vhodné pro safír, jehož konstrukční řešení topného a stínicího uzlu optimalizuje teplotní režim v růstové zóně tím, že kelímek vyčnívá nad topný systém, okolo něhož je souose umístěno válcové stínění, nad topením je vodorovné stínění a celý prostor kelímku a topení je zastíněn soustavou vodorovných stínících přepážek, opatřených v ose otvorem pro umístění zárodku.



Vynález se týká zařízení pro růst oxidových monokrystalů s vysokým bodem tání, u kterých je absorpce zářivé energie v krystalu výrazně nižší než v tavenině.

Pěstování monokrystalů oxidových materiálů s bodem tání, nad 1500°C je velmi náročný technický problém, vyžadující obecně řešení materiálových a konstrukčních otázek, vysoké čistoty vstupních surovin a citlivých a dlouhodobě stabilních systémů regulace teploty.

Zvlášť obtížné je pěstování těch typů monokrystalů, které se vyznačují velmi nízkým stupněm absorpce zářivé energie v tuhé fázi, jako je tomu např. u korundů a některých typů YAlO_3 a $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ v závislosti na jejich dotaci dalšími elementy.

Při růstu krystalů je nutné vytvořit dostatečně velký teplotní gradient na fázovém rozhraní tavenina-krystal, aby nedocházelo ke vzniku dendritického růstu, a tím i tvorbě optických defektů ve krystalech. Dostatečný teplotní gradient se vytváří tehdy, zajistíme-li přiměřený odvod tepla vedením v krystalu. Tento odvod je na druhé straně, zejména u krystalů větších rozměrů, limitován možnostmi vzniku prasklin a pnutí, jako důsledek velkého teplotního gradientu ve hmotě krystalu. Teplotní gradient na fázovém rozhraní se tedy snižuje se snižující se absorpcí zářivé energie v krystalu, která je daná charakterem pěstovaného materiálu, a dále se snižuje se stoupající rychlostí proudění taveniny, jak se zvětšuje koeficient přestupu tepla z taveniny do krystalu. Proudění taveniny vzrůstá v závislosti na teplotním gradientu v tavenině a ten vzniká jednak přestupem tepla vedením a absorpcí zářivé složky ve vrstvě taveniny přiléhající k teplejší stěně kelímku, což je opět v podstatě těžko ovlivnitelný faktor, ale také ztrátami tepla vedením a zářením z hladiny do okolního prostředí. Tento faktor lze ovlivnit vhodným konstrukčním řešením růstového prostoru. Konstrukce běžně používané pro růst krystalů tažením z taveniny na zárodku vyhovují dobře pro růst krystalů s dostatečně vysokou absorpcí zářivé energie v krystalu, neboť tento faktor zvyšuje teplotní gradient na fázovém rozhraní, avšak u krystalů s nízkou

absorpcí zářivé energie dochází u běžně konstruovaných aparatur ke vzniku nízkých teplotních gradientů, a tím také k růstu opticky defektních krystalů.

Zmíněný nedostatek při pěstování monokrystalů oxidových materiálů s vysokým bodem tání a nízkou absorpcí zářivé energie v krystalu růstem na zárodku z taveniny v kelímku odstraňuje zařízení konstruované podle tohoto vynálezu, sestávající ze souose uspořádaného nosiče zárodku, kelímku, elektrického odporového topného tělesa, vytvořeného z jednoho nebo několika do kruhu sestavených článků, obklopených tepelným stíněním, jehož podstata spočívá v tom, že upravuje poměr ztrát tepla z hladiny taveniny a z rostoucího krystalu, tím také poměr teplotních gradientů v tavenině a v krystalu, a to takovým způsobem, že horní okraj kelímku (2) leží o 6 až 30% jeho vnějšího průměru nad horním okrajem topného systému (1), stíněného 5 až 20 plechovými válci (4), z nichž 1 až 5 válců přesahuje horní okraj topného systému (1) o 3 až 20 %, ostatní válce o 20 až 80% průměru topného systému a v prostoru mezi kelímkem (2) nad topným systémem (1) jsou umístěny 1 až 3 vodorovné stínící přepážky (3) a v prostoru nad kelímkem (2) a topným systémem (1) je umístěno 3 až 20 vodorovných stínících přepážek (5), opatřených v ose otvory pro umístění zárodku pozorování a hlavní odvod tepla z taveniny a krystalu, jejichž průměr je roven 15 až 50% vnějšího průměru kelímku (2). V případě potřeby může být tvar otvoru modifikován dodatečným výřezem v okraji kruhového otvoru, umožňujícím lepší pozorování zejména v počáteční fázi růstu. První z těchto přepážek leží nad horním okrajem kelímku (2) ve výši 4 až 23%, a poslední ve výši 26 až 77%, vztaženo na vnější průměr kelímku.

Takto konstruované zařízení umožňuje vytvoření podmínek pro nasazení zárodku (6), jehož hmota je ve srovnání s krystalem (8) malá, ale tím, že zárodek je chráněn stíněním (5), před ohřevem z vnějších částí hladiny taveniny (7) vzniká v něm dostatečný gradient teploty. Po nárůstu krystalu na cca polovinu, jeho konečného průměru se velmi sníží ztráty tepla zářením z vnějších částí hladiny taveniny, čímž klesne její proudění a vytvoří se vyšší gradient teploty na fázovém rozhraní růstu. Tak jsou zaručeny podmínky pro vypěstování opticky a strukturně kvalitního krystalu (8).

Příklad 1

Na zařízení podle vynálezu byly pěstovány monokrystaly safíru ve vakuu. Zařízení sestávalo z wolframového kelímku o vnějším průměru 130 mm, tloušťce stěny 10 mm a výšce 140 mm, kolem kterého bylo sestaveno do kruhu o $\varnothing$ 150 mm odporové topné těleso z osmi paralelně zapojených topných smyček ve tvaru obráceného "U", jejichž horní okraj ležel 10 mm pod horním okrajem kelímku. Okolo topení byly 2 wolframové stínicí válce, které přesahovaly horní okraj topení o 5 mm a 10 molybdenových stínicích válců, které přesahovaly horní okraj topení o 80 mm. Na prvních dvou válcích leželo v prostoru nad topením wolframové mezikruží o vnitřní světlosti 131 mm. Nad kelímkem a topením bylo sestaveno 12 rovnoběžných vodorovných stínicích přepážek (5), s otvory uprostřed o $\varnothing$ 25 mm, přičemž první přepážka byla 15 mm a poslední 69 mm nad horním okrajem kelímku.

Na tomto zařízení byly pěstovány monokrystaly safíru o $\varnothing$ 85 mm a hmotnosti 2,8 kg, přičemž 80% objemu krystalu bylo bez optických a strukturních vad.

Příklad 2

Na stejném zařízení s tím rozdílem, že místo wolframu byl všude použit molybden, místo vakua ochranná atmosféra ze směsi 80% helia a 20% vodíku a otvory v přepážkách (5) byly zvětšeny na 40 mm, byly pěstovány monokrystaly $YAlO_3$ s obsahem 1 vah.% Nd_2O_3 pro laserové účely. Byly vypěstovány krystaly o $\varnothing$ 60 mm a hmotnosti 2 kg, u nichž bylo 60% objemu opticky čistého materiálu, použitelného pro laserové výbrusy.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

265 100

Zařízení pro pěstování monokrystalů vysokotajících oxido-
vých materiálů na zárodku z taveniny, sestávající z osově sy-
metricky uspořádaného nosiče zárodku, kelímku, elektrického odpo-
rového topného tělesa, vytvořeného z jednoho nebo několika do
kruhu sestavených článků, obklopených tepelným stíněním, vyznače-
né tím, že horní okraj kelímku (2) leží o 6 až 30% jeho vnějšího
průměru nad horním okrajem topného systému (1), okolo něhož je
souose umístěno 5 až 25 stínících plechových válců (4), z nichž
1 až 5 vnitřních válců přesahuje horní okraj topného systému (1)
o 3 až 20% ostatní válce o 20 až 80% průměru topného systému,
dále jsou v prostoru mezi kelímkem (2) a nad topným systémem (1)
umístěny 1 až 3 vodorovné stínící přepážky (3) s mezerami mezi
sebou rovnými 2 až 10 násobku jejich tloušťky a v prostoru nad
kelímkem (2) a topným systémem (1) je umístěno 3 až 20 vodorov-
ných stínících přepážek (5) opatřených ve svislé ose otvory o prů-
měru 15 až 50% vnějšího průměru kelímku (2), přičemž první přepáž-
ka leží nad horním okrajem kelímku (2) ve výši 4 až 23% a posled-
ní ve výši 26 až 77%, vztaženo na vnější průměr kelímku (3).

1 výkres

