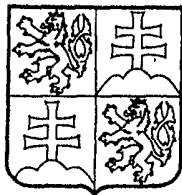


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

270 083

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 30 B 35/00

(21) PV 6281-88.C

(22) Přihlášeno 21 09 88

(40) Zveřejněno 13 10 89

(45) Vydáno 27 02 91

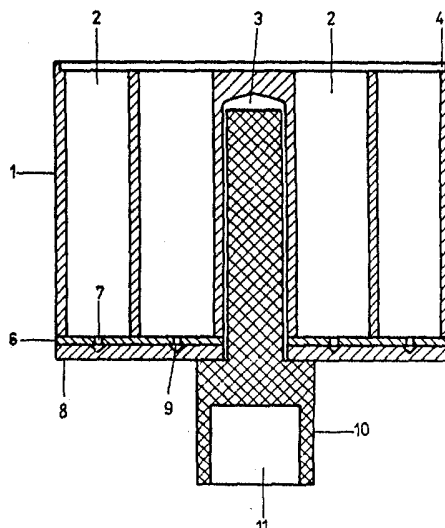
(75) Autor vynálezu

BOUČEK IVAN ing., MALÁ SKÁLA,
KOŇOUSEK MILAN,
JINDRA JOSEF ing., TURNOV

(54)

Kelímková sestava pro pěstování krystalů

(57) Předmětem řešení je sestava kelímku a jeho nosiče určená pro vícenásobné pěstování krystalů v předem určeném tvaru roubíků, destiček, čoček ap. metodou Stockbargerovou či Stöberovou. Cílem uspořádání sestavy je dosáhnout pro všechny vnitřní růstové prostory kelímku rovnoměrného odvodu krystalizačního tepla a vyššího a stejnoměrného gradientu teploty v oblasti narůstání krystalů a tím kvalitnějšího růstu krystalů. Nosič kelímku je opatřen čepem, který je zasunut do středového uzavřeného (slepého) otvoru ve spodní části kelímku, přičemž vzájemnými vztahy a poměry mezi průměrem středového uzavřeného otvoru kelímku, jeho hloubkou, průměrem čepu nosiče a jeho hmotností a tepelnou vodivostí je určen průběh odvodu tepla a tím i krystalizace roztavené šarže v kelímku.



OBR.1

Řešení se týká kelímkové sestavy pro vícenásobné pěstování krystalů svislou gradientovou metodou.

Pod pojmem gradientová metoda krystalizace jsou zahrnuty metody, kdy buď kelímek s roztavenou látkou prochází gradientem teploty do chladnější temperační zóny nebo naopak kelímek stojí a posouvá se vstřícně tepelné gradientové pole. Toto provedení může být svislé nebo vodorovné a nejčastější provedení pro svislou gradientovou metodu jsou provedení podle Stockbargera, Bridgmana nebo Stübera.

Je známa vícenásobná příprava krystalů gradientovou metodou ve tvaru roubíků, destiček či čoček ve zvlášť vytvořených prostorech jednoduchého kompaktního nebo z dílů skládaného kelímku, čímž byly vytvořeny sestavy podle autorského osvědčení č. 1265/1973 resp. č. 175 150/1978, resp. č. 218 473/1985. Těmito způsoby jsou a mohou být pěstovány např. krystaly fluoridů Na, Ca, Ba, Sr, Mg a krystaly chloridů Na, K, aj. Vícenásobné pěstování krystalů v daných tvarech má účel zvýšit ekonomii přípravy krystalových elementů potřebných ve vědě a technice. Šetří se tím náklady na opracování krystalů a klesá spotřeba krystalového materiálu. Při zvětšování rozměrů kelímků a sestav se začínají projevovat nerovnoměrnosti v odvodu tepla mezi vnějšími a vnitřními částmi kelímku: při jeho průchodu a zvláště po průchodu růstovou zónou jsou ztráty tepla sáláním z vnějších částí kelímku v nerovnováze s odvodem tepla vedením z vnitřních částí. Dochází ke vzniku nestejněho gradientu teploty na mezifázových rozhraních tavenina - krystal v jednotlivých růstových prostorech, a tím k nestejnému a často nelineárnímu nárůstu krystalové hmoty (tedy ke koncentračnímu podchlazení a dendritickému růstu), což vede ke vzniku obecně známých makrostrukturních poruch a nehomogenit (bubliny, mlžiny) v objemu krystalu. Tyto vady jsou rozloženy v krystalu ve vodorovných vrstvách i v lokálních objemových shlucích podle podmínek růstu. Změna podmínek je možná v rozsahu změny teploty, eventuálního i jejího rozložení v peci (jiný topný element), což ovšem neřeší problém různorodosti odvodů krystalizačního tepla.

Uvedený nedostatek odstraňuje kelímková sestava spojená s nosičem kelímku v jeden komplementární a lehce modifikovatelný celek, a to tak, že kelímek je ve spodní části opatřen středovým uzavřeným (slepým) otvorem o průměru 0,05 až 0,2 průměru kelímku při hloubce závrtu 0,1 až 0,9 výšky krystalizační části kelímku a nosič kelímku je opatřen svislým čepem z materiálu o tepelné vodivosti vyšší, než má materiál kelímku. Čep nosiče přitom vyplňuje objem středového uzavřeného otvoru kelímku z 50 až 100 % podle stupně potřeby.

Tato potřeba roste při pěstování v kelímkové sestavě většího průměru a též při přechodu k pěstování v sestavě s větším počtem pěstovacích otvorů (tj. pěstovaných krystalických ingotů). Tak jak je v technice pěstování krystalů obvyklé, je třeba provedení konečné úpravy doladit podle výsledků zkušebních pokusů, což sestava podle tohoto způsobu snadno umožňuje výměnou čepu nosiče (tj. změnou čepem vyplněného objemu středového uzavřeného otvoru). Odvádění krystalizačního tepla z vnitřního středového uzavřeného otvoru se zvyšuje při přímém doteku s hmotou čepu, zvláště když tepelná vodivost materiálu, ze kterého je čep zhotoven, je vyšší než u materiálu kelímkového bloku. Změnou délky čepu a blízkosti či intenzity kontaktu povrchů se ovlivňuje teplotní situace v pěstovacím prostředí podle potřeby.

Konkrétní způsob provedení kelímkové sestavy je zřejmý z příkladu uspořádání a z výkresu.

Kelímková sestava je složena z vlastního kelímku a z nosiče kelímku. Vlastní kelímek je složen z kelímkového bloku 1, dělicí desky 6 a zárodkové desky 8; celek je spojen grafitovými šrouby.

Grafitový kelímkový blok 1 o průměru 140 mm a výšce 120 mm je opatřen pěstovacími otvory 2 o průměru 26 mm, které leží na dvou soustředných kružnicích o průměru 53 mm (5 otvorů) a 112 mm (12 otvorů). Uprostřed je odspodu proveden uzavřený (slepý) otvor 3 o průmě-

ru 20 mm a hloubce 110 mm. Na horní části je kelímkový blok opatřen osazením 4 pro připojení násypky suroviny. Kromě toho kelímkový blok obsahuje na spodu otvory s vnitřním závitem pro stahovací šrouby kelímku (neznázorněno). Otvory jsou situovány do prostorů mezi pěstovacími otvory 2.

Ke spodní části kelímkového bloku 1 je přiložena přesně zabroušená grafitová oddělovací deska 6 o tloušťce 2 mm s otvory 7 o průměru 1 mm a k ní dále grafitová zárodková deska 8, o tloušťce 5 mm opatřená kuželovými zárodečnými otvory 9 o průměru 10 mm. Středy otvorů 2, otvorů 7 a otvorů 9 jsou souosé. Prostor mezi hroty kuželových otvorů 9 a osazením pro násypku suroviny 4 tvoří krystalizační část kelímku. Celek je stažen grafitovými šrouby, které procházejí oběma deskami do otvorů s vnitřním závitem v kelímkovém bloku 1. Stažení není pro přehlednost znázorněno, neboť se netýká předmětu vynálezu. Vlastní kelímek může být vytvořen i pouze z jednoho kusu materiálu bez spojovacích elementů nebo bez dělicí desky 6.

Kelímek je uložen volně vsuvně na nosiči kelímku 10 zhotoveném z molybdenové tyče podle výkresu, přičemž průměr rozšířené části je 50 mm, průměru čepu 19 mm a jeho délka 100 mm. Čep je do středového uzavřeného otvoru 3 v kelímku vsunut volně vsuvně a vyplňuje prostor otvoru z 82 % jeho objemu. Nosič je na spodu opatřen otvorem 11 o průměru 40 mm s přesností H 11 pro těsné usazení na vodou chlazenou nosnou tyč sestupového zařízení. Hloubka otvoru je 40 mm.

V tomto zařízení byly o sobě známým Stockbargerovým způsobem opakovaně vypěstovány krystaly CaF_2 , které při prohlídce v paprsku He-Ne laseru nevykazovaly v oblasti od 10 do 100 mm vypěstované délky žádné vizuálně pozorovatelné defekty. To se týká všech pěstovacích otvorů v kelímkovém bloku.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Kelímková sestava pro vícenásobné pěstování krystalů svislou gradientovou metodou, skládající se z vlastního kelímku a nosiče kelímku, vyznačená tím, že kelímek je na spodní části opatřen středovým uzavřeným otvorem o průměru 0,05 až 0,2 průměru kelímku a o hloubce 0,1 až 0,9 výšky krystalizační části kelímku a nosič kelímku je opatřen svislým čepem z materiálu o tepelné vodivosti vyšší, než má materiál kelímku, přičemž objem čepu nosiče při zasunutí do uzavřeného otvoru kelímku vyplňuje jeho objem z 50 až 100 %.

1 výkres

