



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 992

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 09 82
(21) PV 6665 - 82

(51) Int. Cl.³ C 30 B 15/20

(40) Zveřejněno 27 05 83

(45) Vydáno 01 12 84

(75)

Autor vynálezu

KVAPIL JIŘÍ ing. CSc.,
KVAPIL JOSEF ing. CSc., TURNOV,
PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE

(54)

Způsob řízení velikosti části monokrystalu yttritohlinitého granátu zasahující pod hladinu taveniny při jeho pěstování

Vynález se týká způsobu řízení velikosti pod hladinu taveniny zasahující části monokrystalu yttritohlinitého granátu při jeho pěstování Czochralskiho metodou.

Při pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu Czochralskiho metodou rozhoduje o jakosti vypěstovaných monokrystalů tvar rozhraní taveniny a monokrystalu, případně změny tvaru tohoto rozhraní během tažení monokrystalu. Tvar fázového rozhraní však zároveň souvisí s velikostí pod hladinu zasahující části monokrystalů. Například při kuželovitém rozhraní je vhodné, aby do taveniny zasahovala větší část monokrystalu než při rozhraní plochem nebo rozhraní tvaru komolého kužele. Změnu tvaru rozhraní spojenou s výraznou změnou velikosti pod hladinu taveniny ponořené části monokrystalu lze docílit nej-
snáze radikální změnou rychlosti rotace monokrystalu, což je vlastně výsledkem změny převážně dostředného proudění taveniny na její hladině v proudění obráceného charakteru, případně naopak. Vzhledem k tomu, že odstředivé proudění na velké části povrchu taveniny má za následek silné kolísání teploty na fázovém rozhraní a tím i vznik výrazných růstových pruhů, nelze velkou změnu rotace vždy použít.

Uvedený nedostatek plně odstraňuje způsob řízení velikosti části monokrystalu yttritohlinitého granátu zasahující pod hladinu taveniny při pěstování Czochralskiho metodou podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že objem V pod hladinu zasahující části rostoucího monokrystalu se řídí růstovou rychlostí $\dot{v}$ [mmh^{-1}] a složením taveniny podle vztahu

$$V = r^3 \frac{k}{\dot{v}} \left[0,018 - \left(\frac{Y+Re}{Al} - q_6 \right) \right],$$

kde r je poloměr monokrystalu, k je konstanta o hodnotě

150 $\pm$ 50 mm.h⁻¹ a Y, Al, Re jsou gramionty yttria, hliníku a vzácných zemin, obsažené v tavenině.

Popsaný způsob je založen na skutečnosti, že při převažujícím dostředném proudění taveniny na hladině teplota taveniny proudící podél fázového rozhraní, respektive mezivrstvy mezi hlavním objemem taveniny a monokrystalem kolísá a tím při daném bodu tuhnutí taveniny dochází ke zvýšenému nárůstu osové části monokrystalu proti části okrajové. Tím dochází také ke zvýšení objemu V_x . Uvedené platí tehdy, když složení taveniny a monokrystalu je přesně stejné. V případě, že tavenina je proti monokrystalu bohatší na yttrium a vzácné zemin ~~nebo~~ hliník, což je vyjádřeno absolutní hodnotou $(Y+Re):Al-0,6$, bod tuhnutí je nižší v mezivrstvě a dále klesá ~~okraje~~ k růstové ose monokrystalu vlivem jejího nabohacení přebytečnou složkou. Tím vyrovnává vliv poklesu teploty taveniny, takže monokrystal pod hladinou taveniny nezarůstá. To platí zejména pro větší tažící rychlosti, kdy koncentrace přebytečné složky v mezivrstvě je s ohledem na její difuzi zpět do hlavního objemu taveniny dále zvýšena. Jako další faktor ovlivňující velikost části monokrystalu zasahující pod hladinu taveniny je optická propustnost monokrystalu, jejíž vliv je vyjádřen konstantou k . Se zvyšující se propustností tento objem obvykle vzrůstá, protože klesá podíl tepelného záření absorbovaného monokrystalem. Přitom se zároveň uplatňuje absorpce taveniny takže vyjádření této závislosti je obtížné, avšak při opakovaných pěstováních s taveninou daného složení lze ji stanovit a dále používat. To platí zejména pro příměsi iontů ceru, praseodymu a terbia, které výrazně ovlivňují obvyklá barevná centra v monokrystalech yttritohlinitého granátu.

Způsobem podle vynálezu lze relativně jednoduše řídit objem části monokrystalu yttritohlinitého granátu při jeho růstu ponořené pod hladinu taveniny a zejména zmenšovat její velikost během růstu, což je výhodné s hlediska přeměny kuželovitého fázového rozhraní na počátku pěstování v ploché při pozdější fázi růstu a tím i pro dosažení optimální jakosti monokrystalů

Příklad 1

224 992

Monokrystaly yttritohlinitého granátu o průměru 20 mm byly taženy z taveniny v kelímku o průměru 45 mm rychlostí 3 mm.h^{-1} , takže růstová rychlost činila přibližně 4 mm.h^{-1} s ohledem na hustotu taveniny a krystalu. Fázové rozhraní mělo při dostředném proudění taveniny na její hladině tvar obráceného komolého kužele se základnami o průměrech 20 mm a 16 mm. Objem v tavenině ponořené části činil při využití 33 % výchozího množství taveniny $0,5 \text{ cm}^3$ při složení taveniny doné poměrem gramiontů $\text{Y} : \text{Al} = 0,598$ a $0,1 \text{ cm}^3$ při poměru $\text{Y} : \text{Al} = 0,617$, jak bylo zjištěno analýzou vzorků odebrané taveniny. Přídavkem $8 \cdot 10^{-4}$ hmot.% iontů ceru k tavenině se objem do taveniny ponořené části zvětšil na $0,55 \text{ cm}^3$, respektive na $0,2 \text{ cm}^3$ vlivem poklesu koncentrace barevných center v rostoucím monokrystalu.

Příklad 2

Monokrystaly yttritohlinitého granátu s příměsí 0,95 at.% neodymu o průměru válcové části 45 mm byly pěstovány tažením rychlostí $1,5 \text{ mm.hod}^{-1}$ z kelímku o obsahu 1 l, ve kterém bylo roztaveno 3,80 kg výchozí suroviny. Monokrystal byl po nasazení v průběhu prvních 38 min. růstu plynule rozšiřován na konečný průměr, přičemž růstová rychlost stoupla z 1,5 na $2,1 \text{ mm.hod}^{-1}$. Rozšiřující se část monokrystalu měla hmotnost přibližně 250 g. Výchozí atomární poměr $(\text{Y+Nd}) : \text{Al}$ v tavenině byl na počátku pěstování upraven na hodnotu 3,05 : 5, rychlost otáčení monokrystalu činila až do vytažení prvních 5 mm válcové části, tj. do vypěstování prvních 300 g monokrystalu 15 ot.min^{-1} , poté 25 ot.min^{-1} , čímž se rozhraní kuželovité změnilo v rozhraní tvaru komolého kužele beze změny základního dostředného charakteru proudění na hladině taveniny. Objem do taveniny zasahující části monokrystalu po vypěstování zkušebních monokrystalů o hmotnosti 250 g, 1000 g, 1500 g činil $6,4 \text{ cm}^3$, $3,5 \text{ cm}^3$, $1,1 \text{ cm}^3$, což odpovídá poměru $(\text{Y+Nd}) : \text{Al}$ v hodnotách 0,6108; 0,6136; 0,6155 pro zbytky taveniny o hmotnostech 3,5 kg, 2,8 kg, 2,3 kg. V případě, že poměr $(\text{Y+Nd}) : \text{Al}$ činil 0,6, byl objem do taveniny zasahující části monokrystalu téměř stálý a to $15,0 \text{ cm}^3$, $15,5 \text{ cm}^3$, $14,8 \text{ cm}^3$.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

224 992

Způsob řízení velikosti části monokrystalu yttritohlinitého granátu zasahující pod hladinu taveniny při jeho pěstování Czochralskiho metodou, vyznačený tím, že objem V pod hladinu zasahující části rostoucího monokrystalu se řídí růstovou rychlostí v [mm.h⁻¹] a složením taveniny podle vztahu:

$$V = r^3 \frac{k}{v} \left[0,018 - \left(\frac{Y + Re}{Al} - 0,6 \right) \right],$$

kde r je poloměr monokrystalu, k je konstanta o hodnotě 150 ± 50 mm.h⁻¹ a Y , Al a Re jsou gramionty yttria, hliníku a vzácných zemin, obsažené v tavenině.