

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

130 418

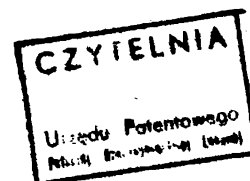
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 80 09 25 /P.226908/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 82 03 29

Opis patentowy opublikowano: 1986 09 30



Int. Cl.³. C30B 23/00

Twórcy wynalazku: Jan Przyłuski, Mirosław Piechotka, Jarosław Laskowski

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska, Warszawa /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA MONOKRYSTAŁÓW O POKROJU PŁYTEK Z FAZY GAZOWEJ, ZWŁASZCZA HALOGENKÓW RTĘCI

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania monokryształów o pokroju płytek z fazy gazowej, rosnących w warunkach niskotemperaturowej sublimacji - resublimacji lub transportu chemicznego, zwłaszcza halogenków rtęci, wykorzystywanych w spektroskopii promieniowania nisko i wysokoenergetycznego.

Monokrystaliczne płytki tych związków dotychczas otrzymuje się przez wycinanie z większych kryształów o pokroju bryłowym jakie są wytwarzane na drodze kondensacji lub transportu chemicznego z fazy gazowej w zamkniętych szklanych ampulach, ogrzewanych najczęściej w piecu elektrycznym. Piec taki ma zazwyczaj dwie strefy grzejne, jedną o temperaturze wyższej /strefa źródła/, drugą o temperaturze niższej /strefa krystalizacji/. Konieczna jest dokładna kontrola i regulacja temperatury panującej w obu strefach, natomiast rozkład temperatury między strefami ma drugorzędne znaczenie, o ile tylko powierzchnia rosnącego kryształu nie znajduje się w tym międzystrefowym obszarze. Także w przypadku znalezienia się kryształu w tym obszarze istotny jest nie tyle rozkład temperatury w całym obszarze międzystrefowym, co pole temperatury tuż przy powierzchni kryształu.

Proces hodowania kryształu macierzystego, z którego mają być wycinane płytki, jest bardzo długi, sięgający 3 - 4 tygodni, co jest warunkowane ograniczoną szybkością transportu materiału w fazie gazowej. Ponadto samo wycinanie płytek i ich dalsza niezbędna powierzchniowa obróbka, jest zwykle zabiegiem nie tylko pociągającym za sobą duże straty materiałowe lecz także mającym niekorzystny wpływ na właściwości fizyczne końcowego produktu.

Stwierdzono jednakże, że można otrzymywać w procesie kondensacji z fazy gazowej lub transportu chemicznego monokryształy halogenków rtęci od razu w postaci płytek, przy czym proces ten jest znacznie krótszy, rzędu 10 - 40 godzin.

Okazało się, że bezpośredni wpływ na taki efekt ma wytworzenie specjalnego pola temperatury w ampule, w której następuje wzrost kryształów. Sposobem według wynalazku taki rozkład temperatury uzyskuje się dzięki otoczeniu części ampuly znajdującej się poza

głównym źródłem ogrzewania osłoną z materiału dobrze przewodzącego ciepło, na przykład z miedzi lub aluminium. Korzystne jest, aby zewnętrzna powierzchnia tej osłony była możliwie duża, na przykład dzięki wycięciu bocznych żeber o różnym kształcie. Dodatkowo też, dodatkowo w tej części, gdzie znajduje się strefa osadzania kryształów, korzystnie stosuje się jeszcze jedną osłonę z materiału o wysokiej pojemności cieplnej, na przykład z tworzywa sztucznego lub materiału ceramicznego.

Takie rozwiązanie charakteryzuje się prostotą wykonania, przy czym duża stabilność rozkładu temperatury jest uzyskiwana bez dodatkowego regulatora temperatury strefy krystalizacji. Ponadto powtarzalność rozkładu temperatury przy stosowaniu danej konfiguracji osłon jest w dużej mierze niezależna od ewentualnych błędów osoby obsługującej urządzenie. W sposobie według wynalazku charakter uzyskiwanego rozkładu temperatury jest również w dużym zakresie niezależny od zmian temperatury strefy źródła przy stosowaniu tej samej konfiguracji osłony.

Przedmiot wynalazku jest bliżej wyjaśniony w przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają zakresu stosowania wynalazku.

P r z y k ł a d I . Ampułę szklaną, długości 200 mm, średnicy wewnętrznej 30 mm i średnicy zewnętrznej 33 mm, w której wnętrzu umieszczono uprzednio 20 g chlorku rtęciowego, odpompowano do ciśnienia $7 \cdot 10^{-4}$ Pa i zatopiono, wprowadzono do elektrycznego pieca rezystancyjnego na głębokość 60 mm. Na część ampuły wystającą poza piec nałożono osłonę z aluminium w kształcie odcinka rury długości 120 mm, grubości ścianek 5 mm i średnicy wewnętrznej 50 mm. Na wysokości 10 mm ponad piecem, między ścianką ampuły a aluminiową osłoną, umieszczono pierścień teflonowy o długości 50 mm i grubości ścianek 8 mm. Po uruchomieniu pieca całość ogrzewano do osiągnięcia i ustabilizowania temperatury 152°C . Po 31 godzinach układ chłodzono z prędkością $0,5^{\circ}\text{C}/\text{minutę}$, aż do osiągnięcia temperatury pokojowej. Uzyskano populację kilkudziesięciu kryształów chlorku rtęciowego o pokroju płytek grubości 0,1 - 1 mm i wymiarach bocznych 1 - 10 mm.

P r z y k ł a d II . Postępując analogicznie jak w przykładzie I z tą różnicą, że w ampule umieszczono 20 g jodku rtęciowego, na część ampuły wystającą z pieca nałożono jedynie pierścień wykonany z aluminium, a proces wzrostu kryształów przebiegał w temperaturze 185°C , otrzymano populację kilkudziesięciu kryształów jodku rtęciowego o pokroju płytek. Populacja ta składała się głównie z monokrystalicznej fazy tetragonalnej α , pozostałość stanowiły polikrystaliczne płytki fazy α powstałe z fazy β .

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób wytwarzania monokryształów o pokroju płytek z fazy gazowej, zwłaszcza halogenków rtęci, polegający na ogrzewaniu produktu wyjściowego w zatopionej ampule szklanej, z n a m i e n n y t y m , że część ampuły znajdującą się poza głównym źródłem ogrzewania otacza się osłoną z materiału dobrze przewodzącego ciepło, korzystnie o dużej powierzchni zewnętrznej.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że w strefie osadzania się kryształów między osłoną z materiału dobrze przewodzącego ciepło i ampulą umieszcza się osłonę z materiału o wysokiej pojemności cieplnej.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m , że jako osłonę z materiału dobrze przewodzącego ciepło stosuje się pierścień z miedzi lub aluminium.

4. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m , że jako osłonę z materiału o wysokiej pojemności cieplnej stosuje się pierścień z tworzywa sztucznego lub z materiału ceramicznego.