



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

208 233

(B 1)

(11)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 04 80
(21) PV 2636-80

(51) Int. Cl.³ C 30 B 15/00

(40) Zveřejněno 28 11 80
(45) Vydáno 31 06 82

(75)

Autor vynálezu

KVAPIL JIŘÍ Ing., CSc., TURNOV,
PERNER BOHUMIL Ing., CSc., OHRAZENICE a
KVAPIL JOSEF Ing., CSc., TURNOV

(54)

Způsob pěstování iontových monokrystalů s vysokým bodem tání

Způsob pěstování jakostních iontových monokrystalů s vysokým bodem tání, jako korundu, fluoridu a pod., tažením z taveniny podle jejich extinkčního koeficientu buďto do nebo nad inflexní bod poklesu teploty nad hladinou taveniny.

Vynález se týká způsobu pěstování iontových monokrystalů s vysokým bodem tání z taveniny, který zaručuje jejich vysokou optickou a strukturní dokonalost.

Iontové monokrystaly mají řadu význačných fyzikálních vlastností. V mnoha případech pro využití těchto vlastností je přitom zapotřebí relativně rozměrných monokrystalů o vysoké strukturní a optické homogenitě. Příprava dokonalých monokrystalů například fluoridů a oxidů kovů s vysokým bodem tání však není vzhledem na jejich rozdílnou optickou propustnost a tepelnou vodivost a bod tání snadná. Monokrystaly pěstované Verneuilovou metodou nebo těmi kelímkovými metodami, kde krystal je ve styku se stěnou kelímku, obsahují mosaikové bloky. Monokrystaly pěstované Czochralského metodou, případně dalšími kelímkovými metodami, obsahují zpravidla buňky, jako následek nedostatečného tepelného gradientu na fázovém rozhraní.

Dokonalé iontové monokrystaly s vysokým bodem tání lze připravit způsobem podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že monokrystal, jehož úhrnný extinkční koeficient β je určen v závislosti na extinkčním koeficientu β_1 při vlnové délce λ a na teplotě T tání monokrystalu vztahem

$$\beta \delta T^4 = \sum_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} \beta_{\lambda} f(T, \lambda) \Delta \lambda,$$

kde δ = Stefan-Boltzmannova konstanta, $f(T, \lambda)$ = hodnota Planckovy funkce pro ozařování absolutně černého tělesa při teplotě T a vlnové délce λ , se na zárodku táhne z taveniny v kelímku, nad kterou závislost poklesu teploty na vzdálenosti od hladiny, měřeno v ose tažení před započítím pěstování, vykazuje alespoň jeden inflexní bod, přičemž monokrystaly, jejichž $\beta < 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$ jsou taženy nejvýše do inflexního bodu, kdežto monokrystaly, jejichž $\beta > 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$ převyšují při ukončení růstu svojí částí inflexní bod.

Inflexní bod na křivce poklesu teploty nad hladinou taveniny lze v praxi nejnázne docílit přepážkou s otvorem, kterým prochází zárodek, případně krystal. Monokrystaly, jejichž $\beta < 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$, tedy s nízkou optickou absorpcí, jsou při pěstování uzavřeny v relativně teplém prostoru nad přepážkou, což vede k celkově vysoké teplotě krystalu, ale zároveň k pomalému proudění taveniny a tím i snížení koeficientu přestupu tepla z taveniny do krystalu. Proto je skutečný teplotní gradient na fázovém rozhraní dostatečně velký a růst krystalu probíhá bez tvorby buněk. Monokrystaly, jejichž $\beta > 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$, tedy absorbující, mohou zároveň energii snáze vyzařovat než krystaly neabsorbující, a proto je zapotřebí, aby alespoň svojí částí zasahovaly již během pěstování do míst s relativně nízkou teplotou, tj. nad inflexní bod křivky poklesu teploty. Vzhledem k tomu, že přepážka, případně horní okraj topného systému kelímku, kterými je inflexní bod realizován, jsou v tomto případě v blízkosti taveniny, jsou i tepelné ztráty z hladiny taveniny a tím i konvenční proudění taveniny relativně velké. Zvýšená rychlost proudění taveniny má za následek zvýšení koeficientu přestupu tepla, které však s ohledem na tažení krystalu do relativně chladného prostoru lze s energií absorbovaného záření snadno odvést a teplotní gradient na fázovém rozhraní je dostatečně velký, aby se zabránilo buněčnému růstu. Uvedené závis-

losti platí tím přesněji, čím vyšší je bod tání pěstovaného monokrystalu, protože podíl vedení tepla, který zde není uvažován, na celkovém přenosu energie klesá. Uvedený způsob pěstování je proto vhodný pro monokrystaly s bodem tání vyšším než 1 200 až 1 400 °C.

Způsobem podle vynálezu lze tak pěstovat iontové monokrystaly s vysokým bodem tání, které s ohledem na velmi nízkou koncentraci buněk jsou vhodné zejména pro použití pro optické účely.

V dalším se uvádějí příklady, ozřejmující výhody způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

Monokrystaly safíru o délce 100 mm a průměru 25 mm byla pěstovány z taveniny ve wolframovém kelímku o vnitřním průměru 80 mm a výšce 100 mm. Bylo pěstováno v atmosféře, složené z 98 %obj. argonu a 2 %obj. vodíku. S ohledem na bod tání korundu = 2 050 °C a absorpci safíru byl určen optický extinkční koeficient $\beta = 2 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$. Kelínek byl prodloužen směrem nahoru válcem z wolframového plechu, v němž byla umístěna vodorovná přepážka se středovým otvorem o průměru 30 mm. Měření průběhu teploty wolframrheniovým termočlánkem v blízkosti této přepážky ukázalo, že přepážka je i nížším inflexním bodu poklesu teploty směrem od hladiny taveniny. V jednom případě byla přepážka umístěna 120 mm nad hladinu taveniny a vypěstované monokrystaly neobsahovaly žádné světlo rozptylující částice. V druhém případě, kdy přepážka byla umístěna 12 mm nad hladinu taveniny na počátku pěstování obsahovaly monokrystaly četné buňky a také i jejich povrch vykazoval známky dendritického růstu.

Příklad 2

Na stejném zařízení a za stejných podmínek byly pěstovány monokrystaly rubínu, obsahující 0,05 %hmot. chromu. Tyto monokrystaly vykazovaly extinkční koeficient $\beta = 5 \cdot 10^{-2} \cdot \text{cm}^{-1}$. V jednom případě, kdy byla přepážka umístěna 120 mm nad hladinou taveniny byly získány zcela nedokonalé a kalné monokrystaly, v případě druhém, kdy přepážka byla umístěna na počátku pěstování 12 mm nad hladinou taveniny, byly vypěstované monokrystaly dokonalé, toliko část v blízkosti zárodku, kdy rostoucí krystal ještě nepřevýšil inflexní bod průběhu teploty v přepážce, vykazovala světlo rozptylující buňky, které ovšem po 10 až 20 mm růstu plynule vymizely.

Příklad 3

Monokrystaly fluoridu vápenatého byly pěstovány ve vakuu tažením na zárodku z taveniny v molybdenovém kelímku o vnitřním průměru 50 mm a výšce 750 mm. Ve vzdálenosti 15 mm nad taveninou byla umístěna vodorovná přepážka z molybdenového plechu se středovým otvorem o průměru 10 mm. Měření teplot termočlánky bylo zjištěno, že průběh teploty vykazuje v místě přepážky inflexní bod. Extinkční koeficient $\beta < 2 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$. Monokrystaly byly taženy jen po délce 10 mm a zároveň s tím byl snižován příkon pece. Vypěstované monokrystaly měly průměr 45 mm a délku 55 mm a byly zcela čiré, zatímco monokrystaly pěstované ze stejné suroviny ve vakuu metodou Stockbargerovou vykazovaly širokoúhlý rozptyl světla helium-neonového laseru ve výšce až 1,5 % $\cdot \text{cm}^{-1}$ délky vzorku. Navíc obsahovaly tyto monokrystaly četné mosikové bloky.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob pěstování iontových monokrystalů s vysokým bodem tání, vyznačený tím, že monokrystal, jehož úhrnný optický extinkční koeficient β je určen v závislosti na extinkčním koeficientu β_λ při vlnové délce λ a na teplotě T tání monokrystalu vztahem

$$\beta \sigma T^4 = \sum_{\lambda=0}^{\lambda=\infty} \beta_\lambda f(T, \lambda) \Delta \lambda ,$$

kde σ je Stefan-Boltzmannova konstanta a $f(T, \lambda)$ je hodnota Planckovy konstanty pro vyzařování absolutně černého tělesa při teplotě T a vlnové délce λ , se táhne na zárodku z taveniny v kelímku, nad kterou závislost poklesu teploty od taveniny, měřeno v ose tažení před započítím pěstování, vykazuje alespoň jeden inflexní bod, přičemž monokrystaly, jejichž $\beta < 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$ jsou taženy nejvýše do inflexního bodu, kdežto monokrystaly, jejichž $\beta > 3 \cdot 10^{-3} \cdot \text{cm}^{-1}$ převyšují při ukončení růstu svojí částí inflexní bod