ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230199
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[3]
C 30 B 29/28

(22) Přihlášeno 25 03 83
(21) (PV 2059-83)

(40) Zveřejněno 25 11 83

(45) Vydáno 15 09 86

(75)
Autor vynálezu KVAPIL JIŘÍ ing. CSc., KVAPIL JOSEF ing. CSc., TURNOV,
PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE, BOUČEK IVAN ing.,
MALÁ SKÁLA, KUBELKA JIŘÍ ing., PŘÍBRAM

(54) Způsob pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu

1

Vynález se týká způsobu pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu, při kterém se po celou dobu růstu udržuje fázové rozhraní s taveninou s omezeným vývojem nežádoucích krystalonomických ploch při současném potlačení obsahu inklusí v monokrystalu.

Pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu z taveniny obsažené v molybdenových nebo wolframových kelímcích má s ohledem na relativní dostupnost těchto kovů proti jinak používanému iridiu značný ekonomický význam. Vedle obvyklých krystalonomických ploch — faset obsahující monokrystaly pěstované za použití molybdenových nebo wolframových kelímků, často inkluse kelímkového kovu a v případě, že alespoň zárodečná, rozšiřující se část monokrystalu nebyla pěstována s kuželovitým fázovým rozhraním, je monokrystal mozaikovitý. Kuželovité fázové rozhraní je pak obvykle doprovázeno značným obsahem inklusí v monokrystalech. Proto byla doposud využívána přeměna tohoto rozhraní v rozhraní ploché a to obvykle po dosažení konečného průměru monokrystalu. Při plochém fázovém rozhraní vznikají však v monokrystalu snadno pásy buněčného růstu jakožto následek změny toku taveniny, ke

2

kterému dochází zejména při pěstování delších monokrystalů.

Uvedené nedostatky lze odstranit způsobem pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu s kuželovitým fázovým rozhraním podle tohoto vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že monokrystaly se táhnou z taveniny, obsažené v molybdenovém nebo wolframovém kelímku a zakrytém víčkem se středovým otvorem, odpovídajícím 1, 2 až 3násobku největšího průměru monokrystalu, přičemž monokrystal se otáčí kolem růstové osy takovou rychlostí ω [s^{-1}], aby při růstu jakékoli části monokrystalu o průměru **d** [cm], odpovídajícímu 0,7 až 1násobku největšího průměru monokrystalu, kdy dostředné proudění na hladině taveniny dosahuje rychlosti **v** [$cm \cdot s^{-1}$], měl výraz $\omega d^2 v^{-1}$ hodnotu 0,1 až 3 cm a pěstování probíhá pod ochrannou atmosférou, obsahující 2,0 až 100 obj. % vodíku.

Rychlost **v** se relativně jednoduše pozoruje na proudnicích, které jsou tmavší než jejich okolí. Je tak zaručeno, že i při nekontrolovatelných odchylkách složení taveniny od složení stechiometrického nebo v přítomnosti příměsí, které ovlivňují objem pod hladinou ponořené části monokrystalu, je fázové rozhraní kuželovité, takže nežádoucí krystalonomické plochy, tj. fasety, vzni-

kají jen v těsné blízkosti geometrické osy a ojediněle na obvodu monokrystalu. Koncentrace inklusí v monokrystalech, pěstovaných pod ochrannou atmosférou, obsahující alespoň 2 obj. % vodíku, je přitom zanedbatelná, protože vodík zabraňuje vzniku jemných kovových částic v tavenině.

Pouze při příliš malé hodnotě výrazu $\omega d^2 v^{-1}$ a nebo při příliš velkém otvoru ve víčku, je nebezpečí zabudování inklusí v monokrystalu vyšší. Naopak, pokud je hodnota uvedeného výrazu vysoká, zvyšuje se plocha faset v průřezu monokrystalu, protože fázové rozhraní není přesně kuželovité.

Způsobem podle vynálezu lze tak pěstovat monokrystaly, jejichž typ struktury se podél růstové osy nemění, takže je lze s výhodou využít pro výrobu dlouhých výbrusů, například laserových tyčí.

Příklad 1

Monokrystaly yttritohlinitého granátu s příměsí 1 at. % neodymu, vztaženo na obsah yttria, byly pěstovány tažením rychlostí 1,1 mm . h^{-1} z taveniny, obsažené v molybdenovém kelímku o vnitřní výšce 80 mm a průměru 75 mm, zakryté víčkem se středovým otvorem o průměru 48 mm. Ochranná atmosféra sestávala z 98 obj. % argonu a 2 obj. % vodíku. Monokrystaly byly taženy na zárodku o průměru 6 mm, ze kterého byly plynule rozšiřovány tak, že po 30mm tažení bylo dosaženo průměru 22 mm, který byl udržován až do dosažení délky 190 milimetrů, kdy bylo jejich pěstování ukončeno. Měřením bylo zjištěno, že rychlost dostředného proudění v na hladině taveniny, která při dosaženém průměru monokrystalu 18 mm činila 2,4 cm . s^{-1} a v posledních okamžicích pěstování činila 0,4 cm . s^{-1} klesala s rostoucí délkou monokrystalu přibližně hyperbolicky. Proto až do tažicí délky 24 mm byla zvolena rychlost rotace ω 0,9 s^{-1}, dále do délky 30 mm lineárně klesala na 0,6 s^{-1} a poté až do dokončení pěstování klesala v závislosti na tažené délce hyperbolicky až na hodnotu 0,05 s^{-1}.

Válcová část monokrystalu obsahovala fasety o celkovém průměru 5 mm pouze v osové části a dále 6 malých faset po obvodu. Z monokrystalu byly zhotoveny laserové tyče o průměru 5 mm a délce 150 mm, které s ohledem na vysokou optickou homogenitu byly s úspěchem použitelné v kontinuálním laserovém provozu.

Příklad 2

Obdobně jako v příkladu 1, s tím rozdílem, že středový otvor víčka činil 70 mm, byly pěstovány monokrystaly yttritohlinitého granátu o průměru 46 mm. Tento průměr byl dosažen po 40mm tažení, kdy rychlost tažení činila 0,6 mm . h^{-1}. Válcová část o délce 70 mm byla tažena rychlostí 1 mm . . h^{-1}. Rychlost dostředného proudění v na hladině taveniny činila po dosažení průměru monokrystalu 46 mm 3,1 cm . s^{-1} a s taženou délkou přibližně hyperbolicky klesala na 0,7 cm . s^{-1} při ukončeném pěstování. Rychlost rotace ω monokrystalu proto byla od počátku pěstování do dosažení konečného průměru zvolena 0,36 s^{-1}, poté s taženou délkou hyperbolicky klesala na 0,08 s^{-1}. Vypěstované monokrystaly obsahovaly 5 až 7 inklusí v 1 cm^3. Při použití ochranné atmosféry složené z 45 obj. % vodíku a 55 obj. % argonu stoupla rychlost dostředného proudění v na 3,3, resp. 0,8 cm . s^{-1}, avšak vypěstované monokrystaly byly zcela prosté inklusí a stejně jako při použití atmosféry s nízkým (kolem 2 obj. %) obsahem vodíku obsahovaly nežádoucí fasety jen v osové části, protože fázové rozhraní bylo kuželovité.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob pěstování monokrystalů yttritohlinitého granátu s kuželovitým fázovým rozhraním, vyznačený tím, že monokrystaly se táhnou z taveniny, obsažené v molybdenovém nebo wolframovém kelímku, zakrytém víčkem se středovým otvorem, odpovídajícím 1,2 až 3násobku největšího průměru monokrystalu, přičemž monokrystal se otáčí kolem růstové osy takovou úhlovou rychlostí ω, aby při růstu jakékoli části monokrystalu o průměru d, odpovídajícímu 0,7 až 1násobku největšího průměru monokrystalu, kdy dostředné proudění na hladině taveniny dosahuje rychlosti v, měl výraz $\omega d^2 v^{-1}$ hodnotu 0,1 až 3 cm, přičemž pěstování probíhá pod ochrannou atmosférou, obsahující 2,0 až 100 obj. % vodíku.