

## Направленная кристаллизация в холодном контейнере

Яровой Б.Ю., Кузнечик В.О.

Белорусский национальный технический университет

Диэлектрические оптические монокристаллы широко используются в оптическом и лазерном приборостроении.

Анализ тенденции развития этих отраслей промышленности показал, что они испытывают потребность в кристаллах с улучшенным комплексом физико-механических и эксплуатационных характеристик (снижение примесей, улучшение оптической однородности) и технологических свойств (возможность вторичного использования материалов, подвергшихся кристаллизации). Таким образом, совершенствование существующих и разработка новых технологий, направленных на улучшение этих свойств является актуальной задачей.

Для получения тугоплавких монокристаллов, как правило, применяются технологии, основанные на выращивании кристаллов из расплава веществ с применением тиглей (метод Стокбаргера, Чохральского) и без них (метод Вернейля, зонной плавки), в которых наличие примесей и физико-механические свойства кристаллов определяются процессом кристаллизации, а также диффузией материала тигля (контейнера) в расплав в первом случае и постоянством градиента температур и давления во втором случае.

Целью работы является исследование процесса направленной кристаллизации в холодном контейнере и разработка перспективных технологий получения тугоплавких кристаллов.

### Исследование влияния формы фронта кристаллизации на структуру кристаллов.

Особенность процесса направленной кристаллизации в холодном контейнере состоит в том, что при опускании контейнера с расплавом относительно индуктора происходит рост блока кристаллов в зависимости от технологических факторов, в результате действия которых происходит изменение числа, размеров и формы, составляющих блок кристаллов, т.е. меняется его структура.

По всей поверхности фазового раздела расплав находится в контакте с поликристаллической фазой идентичного состава. На

этой поверхности имеются готовые центры кристаллизации, из которых уже на стадиях формирования объема расплава и его гомогенизации вырастают кристаллы. Схемы, демонстрирующие рост блока кристаллов в холодном контейнере при разных формах фронта кристаллизации (ФК) на дне ванны расплава, представлены на рис.1, а, б, в. Вогнутый (рис.1, а) и выпуклый (рис.1, б) ФК изображены дугами окружностей, плоский фронт (рис.1, в) – отрезком прямой. Сплошными линиями показаны начальное состояние ФК и его положение через некоторое время после начала роста кристаллов. Пунктирными линиями отмечены промежуточные положения ФК по мере роста кристаллов, при этом радиус кривизны фронта постоянный.

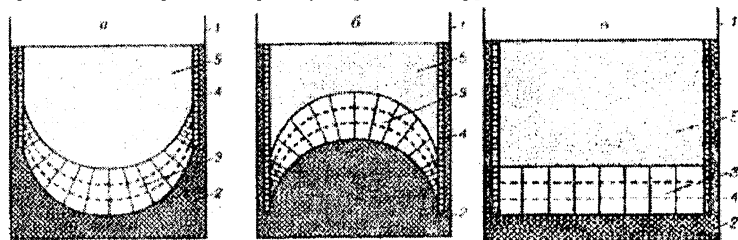


Рис.1. Схемы, иллюстрирующие рост блока кристаллов в холодном контейнере:

1 – контейнер; 2 – гарниссаж; 3 – кристаллы, растущие от дна ванны расплава; 4 – кристаллы, растущие от боковой поверхности ванны расплава; 5 – расплав

Таким образом, форма ФК оказывает влияние на количество кристаллов, дорастающих до верхней поверхности блока.

#### Выращивание монокристаллов направленной кристаллизацией расплава

Способ заключается в получении с помощью прямого высокочастотного нагрева относительно большого объема расплава в холодном контейнере и последующей кристаллизации его с определенной скоростью. Наиболее просто инициировать кристаллизацию путем опускания контейнера с расплавом относительно индуктора. По мере выхода из индуктора нижней части расплава уменьшается ее связь с ВЧ-полем и соответственно подвод мощности к расплаву. В результате постепенного охла-

ждения придонной части расплава происходит процесс кристаллизации.

Разработана технология выращивания кристалла неодим-галлиевого граната  $Nd_3Ga_5O_{12}$  с использованием усовершенствованного холодного контейнера (рис.2). Контейнер цилиндрической формы монтировался из охлаждаемых водой 40 медных трубок. Дно тигля составляли покрытые металлическим родием трубки, расположенные друг от друга на расстоянии 0,3 мм. Дно контейнера состояло из базовой пластины, кварцевой пластины и кольца из  $AlO_3$ , которые поджимались к контейнеру четырьмя пружинами. Кольцо из оксида алюминия служит для сохранения цилиндрической формы наружного контейнера при увеличении объема шихты при нагревании. Пружины предохраняют кварцевую пластину от разрушения путем компенсации вертикального давления. Спиральный индуктор, окружающий медные трубки, соединялся с ВЧ-генератором, работающим в частотном интервале (1 – 7) МГц. Максимальная мощность генератора составляла 100 кВт. Индукционная спираль, расположенная под дном, соединялась с генератором мощностью 75 кВт, работающим на частоте 8 кГц. Внутри холодного контейнера на штифтах уста-

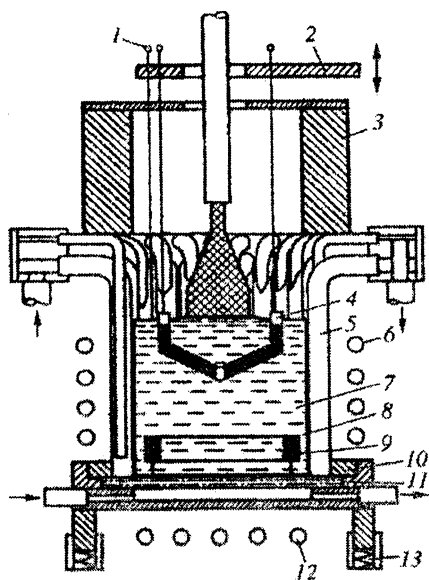


Рис.2. Схематическое изображение двойного тигля:

1 – детектор уровня расплава; 2 – суппорт контейнера; 3 – тепловая изоляция; 4 – ростовой контейнер; 5 – холодный контейнер; 6 – ВЧ-нагреватель (1-7 МГц); 7 – расплав; 8 – гарнисаж; 9 – донный нагреватель; 10 – алюминиевое кольцо; 11 – кварцевая пластина; 12 – ВЧ-нагреватель (7-10 кГц); 13 – амортизаторы

навливалось иридиевое кольцо, опирающееся на кварцевую пластину. Иридиевый контейнер (назовем его ростовым) подвешивался к суппорту в верхней части холодного контейнера. Его внутренний диаметр составлял 80 мм, у него было дно конической формы с отверстием в центре. Стенки контейнера имели несколько диаметрально расположенных продольных разрезов. Суппорт контейнера вертикально перемещался посредством электромотора. Иридиевый шуп указывал на перемещение поверхности расплава путем замыкания источника напряжения с ростовым контейнером. Керамическая труба в верхней части холодного контейнера минимизировала радиационные потери. Иридиевое кольцо на кварцевой пластине нагревалось полем с частотой 8 кГц индуктором, расположенным под дном контейнера. Как только в районе кольца появляется расплав, включается поле цилиндрического индуктора частотой 2 МГц и объем расплава увеличивается. При образовании свободной поверхности расплава процесс плавления заканчивается. Ростовый контейнер опускается в расплав и заполняется через прорези и отверстие в дне тигля. Температура расплава во время затравления регулируется при помощи контролируемой мощности двух генераторов. Ростовый процесс происходит по методу Чохральского. Диаметр растущего кристалла контролируется посредством регулирования мощности ВЧ-генератора, мощность низкочастотного генератора сохраняется постоянной. Через камеру непрерывно прокачивалась газовая смесь, состоящая из 98% азота и 2% кислорода. Во время роста кристалла детектор уровня расплава непрерывно контролировал уровень расплава. Ростовый контейнер опускался вниз при помощи механизма, чтобы уровень расплава в ростовом контейнере оставался постоянным. По достижении заданной длины кристалл отрывался от расплава и вытягивался из ростового контейнера; мощность генератора снижалась в течение 10 ч до нуля.

Монокристалл выращен длиной 92 мм и диаметром около 35 мм со скоростью вытягивания 4 мм/ч и вращения 10 об/мин.

Направленная кристаллизация в холодном контейнере позволяет получать уже известные тугоплавкие диэлектрические монокристаллы (нитридов, карбидов, боридов и др.) так и новых высокотемпературных соединений и твердых растворов, получить которые известными способами практически невозможно.