

DISEÑO DE UN HORNO PARA CRECER CRISTALES
A PARTIR DE MATERIAL FUNDIDO.

A. Castro**

Comisión Nacional de Energía Nuclear

A. Fernández*

Instituto de Física, Universidad Nacional de México

(Recibido: Junio 15, 1965)

ABSTRACT

In the furnace described, the crystals grow from the melt starting at the conical bottom of the crucible. A nucleation center is produced in the tip of the cone by suitable cooling.

In this furnace a temperature gradient travels upwards by shifting the power of the heaters. The crucible remains fixed during the whole of the process. The authors were able to grow some crystals with melting point up to 850°.

* Asesor, Comisión Nacional de Energía Nuclear.

** Profesor ESFy M-IPN.

RESUMEN

Se describe un horno de crecimiento de cristales basado en un método en el cual se inicia un centro de nucleación producido por un gradiente de temperatura adecuado en la punta de un crisol cónico que contiene al fundente.

En este horno se hace viajar el gradiente térmico hacia arriba por medio de un sistema adecuado de conexiones eléctricas que cambian la potencia de diversas secciones del calefactor; el crisol permanece fijo durante todo el proceso. Se han podido obtener así monocristales de halogenuros alcalinos con punto de fusión inferior a 850° C.

INTRODUCCION

De los diferentes métodos de crecimiento el que parte del fundente es el más ventajoso para la obtención de cristales de tamaño y homogeneidad considerables. En el método discutido por Bridgman (1925), el principio básico consiste en mover lentamente un crisol que contiene la sustancia fundida desde una cámara con temperatura mayor a la del punto de fusión. La sustancia pasa así por el gradiente de temperatura existente entre las dos cámaras y comienza a solidificarse; si el crisol tiene un diseño adecuado se tienen probabilidades de lograr la iniciación de un solo núcleo de cristalización, el cual sirve como semilla para el resto de la sustancia. En el método de Bridgman se baja el crisol con velocidad suficientemente lenta para que el calor de solidificación pueda disiparse por conducción a través del cristal que se está formando y evitar así que algunas partes de la sustancia se solidifiquen antes de ser alcanzadas por la influencia orientadora de la cara del cristal en crecimiento.

El método de Stockbarger (1936), es el que nos interesa particularmente y consiste en una modificación del crisol y del tipo de enfriamiento, conservando el principio básico del método de Bridgman. Debe tenerse en cuenta, según Stockbarger, que la cámara superior esté a temperatura suficiente para fundir el material pero no demasiado elevada para que no se produzca una evaporación rápida del material, mientras que la cámara inferior debe estar a temperatura inferior a la de fusión pero

no muy alejada de ésta, para evitar que el cristal se rompa por choque térmico. También se requiere un ligero gradiente de temperatura en ambas cámaras para evitar centros de nucleación en la superficie del líquido y disminuir esfuerzos en el cristal.

Stepanov y Vasil'eva (1962), modificaron este último método utilizando un diafragma de cerámica, añadiendo un elemento calefactor extra alrededor del crisol soportado en la parte superior de este diafragma y dividiendo además el elemento calefactor en varias secciones de manera a tener un mejor control de la temperatura y poder variar las condiciones de operación fácilmente. Hicieron ensayos con la cámara inferior muy caliente, poco caliente y sin calentamiento, obteniendo los mejores resultados en este último ensayo. Las velocidades de crecimiento fueron elevadas, 10 mm cada hora comparadas con las obtenidas por Stockbarger, de 1 mm cada hora. Encontraron el cristal más esforzado pero nunca roto, lo que no presenta ningún inconveniente para algunos propósitos puesto que eliminaron los esfuerzos por un tratamiento térmico posterior.

Las conclusiones a las que llegaron Stepanov y Vasil'eva son las siguientes:

- La cámara inferior no debe calentarse.
- No debe sobrecalentarse la sustancia más de 5 a 10°C por encima del punto de fusión.
- La parte superior inmediatamente vecina al diafragma debe tener la mayor potencia del elemento térmico.

DISEÑO

Tomando en cuenta lo anterior se procedió al diseño y construcción del horno, añadiendo que éste fuera del tipo de atmósfera controlada, pues los halogenuros que se quieren producir son muy higroscópicos, atacables por el oxígeno a altas temperaturas y además contienen sustancias muy tóxicas, por lo que no pueden crecerse al aire libre.

Con respecto a los métodos descritos, el diseño actual tiene como principales diferencias que no se mueven mecánicamente el crisol o la zona caliente sino que se utiliza un sistema fijo, con un elemento eléctrico compuesto de varias secciones de manera a eliminarlas progresivamente haciendo así que viaje hacia arriba el gradiente térmico. Se dispone además de potencia adicional proporcionada siempre a la última sección caliente del elemento. La fig. 1 es un diagrama en corte del horno.

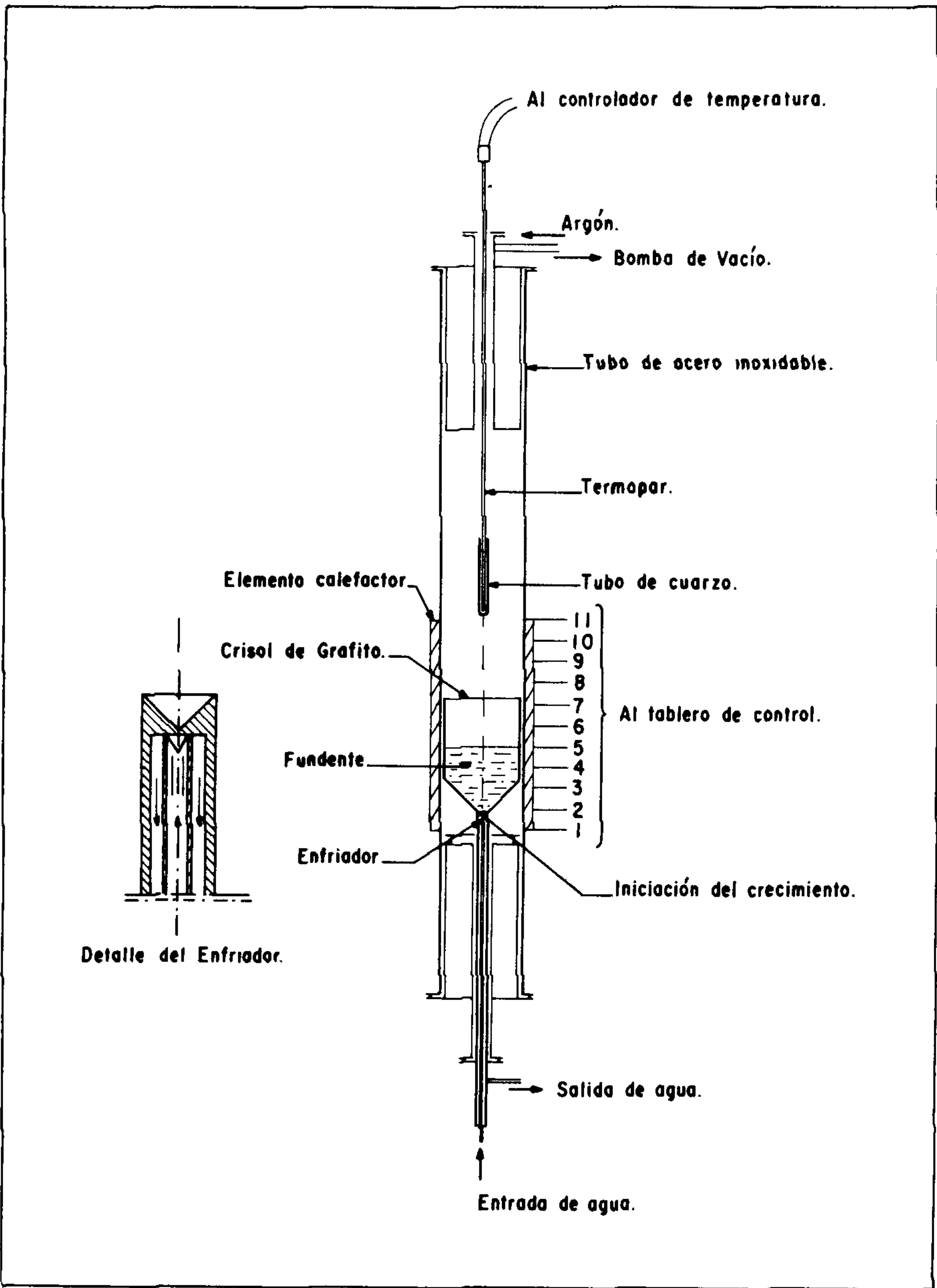
Se introduce un sistema de enfriamiento por agua en la parte cónica del crisol para propiciar la creación de un centro de nucleación, aumentando de esta forma el gradiente térmico, puesto que es mayor la pérdida de calor en la fase sólida.

El horno está formado por la cámara caliente, compuesta de un tubo de acero inoxidable de 10cm de diámetro, sobre el que se enrolla el elemento calefactor contenido verticalmente dentro de un depósito aislante y soportado por una estructura de aluminio que sirve a su vez para alojar los controles y medidores. El tubo de acero inoxidable es suficientemente largo para evitar un calentamiento excesivo de las juntas y además todas están refrigeradas por un serpentín de tubo de cobre por el que circula el agua. Se dispone de un visor que permite la observación de la cámara caliente.

El elemento calefactor se construyó con alambre Kantal tipo A-1 enrollado sobre el tubo y aislado eléctricamente con atravesadores de porcelana y constituido por 10 secciones, conectadas individualmente al tablero de control. El elemento está recubierto por una capa de cerámica resistente a altas temperaturas y el conjunto rodeado de un tubo de espuma de sílice forrado con una placa de asbesto cemento y relleno de asbesto en polvo.

Por la parte superior del tubo se introduce el termopar conectado a un circuito controlador y programador de temperatura mientras que por abajo entra el soporte enfriador así como los tubos de control de atmósfera conectados al sistema de vacío y al tanque de argón.

Debido a que el controlador de temperatura es del tipo de reactor saturable y trabaja contra carga fija, lo que es contrario al funcionamiento del horno puesto que éste va disminuyendo su potencia al ir desconectando las secciones inferiores,



se vió la necesidad de introducir una carga exterior que sustituya la eliminada. Para este fin se dispone de una resistencia enfriada por agua, similar al elemento térmico del horno, manteniendo así una carga constante mediante el circuito mostrado en la fig. 2.

OPERACION Y RESULTADOS

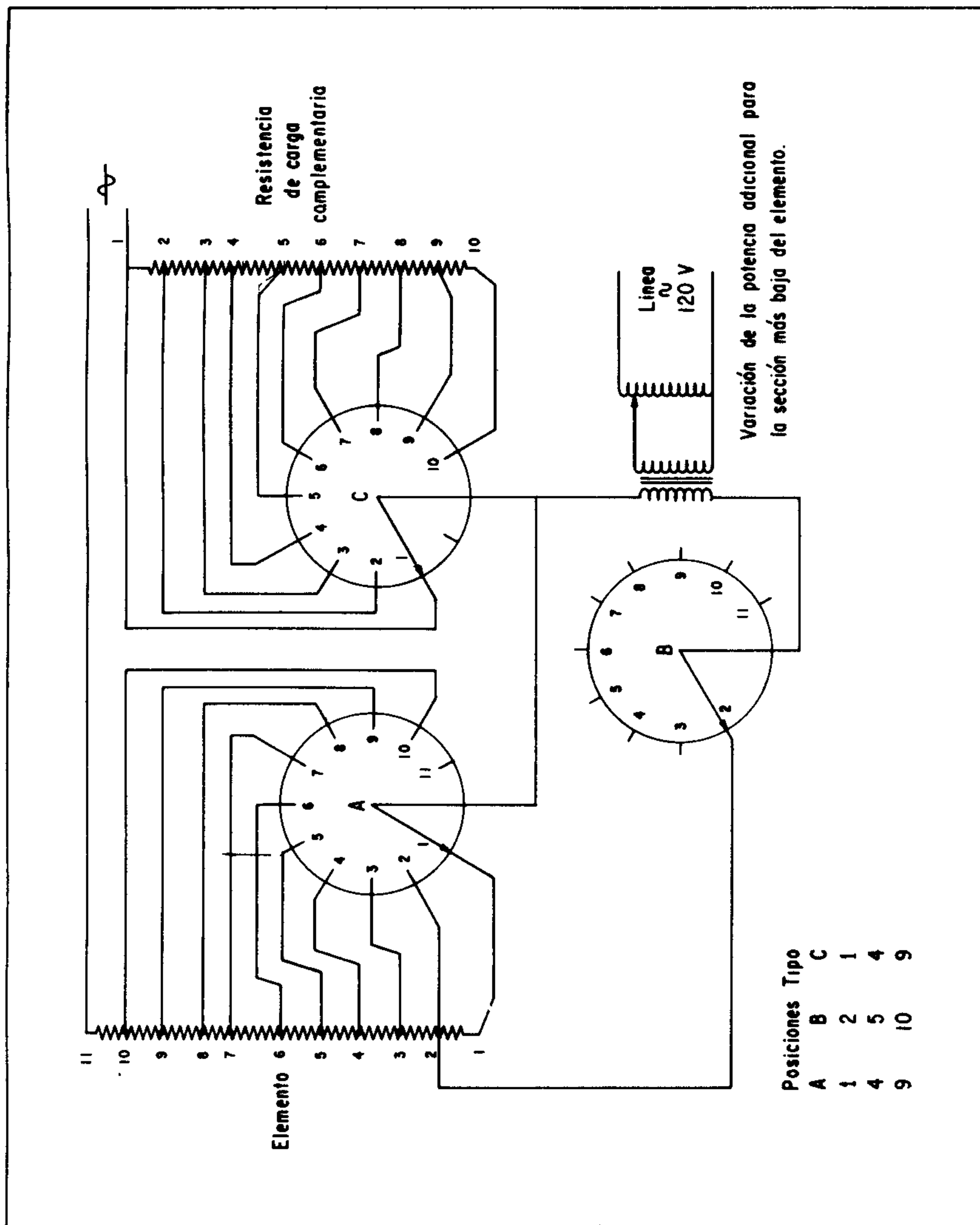
Se introduce el crisol con la sal en la zona caliente, utilizándose la máxima potencia del horno para fundir la sal y disminuyendo ésta al llegar al punto de fusión, tratando de no sobrepasar éste de 10 grados. Se sube lentamente el enfriador en un tiempo del orden de una hora hasta hacer contacto con el crisol y se apaga la primera sección del elemento del horno, pasando la potencia adicional a la siguiente y así sucesivamente. Se hicieron pruebas cambiando secciones del elemento cada dos o tres horas hasta haber recorrido el crisol completamente.

Desde un principio se trabajó con crisol de grafito comprimido, cónico en la parte inferior, apoyándose el extremo del cono en el soporte enfriador. Los primeros intentos se hicieron con crisoles pequeños (4 cm de diámetro), obteniéndose varios monocristales, no perfectos pero satisfactorios para iniciar las pruebas con el crisol normal de 10 cm de diámetro. Con este crisol se han obtenido ya varios monocristales, los cuales distan mucho de ser satisfactorios por presentar fuertes concentraciones de estructura granular en diversas regiones.

El principal inconveniente que se tiene es que si se sobrecalienta la sal, ésta se pega al crisol, y al enfriarse se rompe el cristal por diferencia de coeficientes de dilatación. Si no se sobrecalienta la sal se obtiene un cristal que se despega fácilmente pero aparece con graves fallas por falta de fusión, lo cual ha planteado un tema de investigación.

Se están probando varios tipos de crisoles, siendo el último también de grafito formado por dos cuerpos cónicos. También se está trabajando para controlar la temperatura con mayor precisión, evitar que pase de 5°C por encima del punto de fusión y variar las velocidades de crecimiento en un intervalo amplio.

Se considera que una solución para evitar la ruptura de los cristales podría ser la de utilizar un crisol de platino similar al de grafito en cuanto a forma y di-



mensionen, teniendo éste como ventaja sobre el de grafito, que debido a su gran maleabilidad, aunque se pegue el cristal a las paredes, éstas se contraen, impidiendo así que se rompa el cristal.

AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al M. en C. José Mireles Malpica, por haber leído críticamente este artículo.

REFERENCIAS

1. P.W. Bridgman, Proc. Am. Acad. Arts & Sciences, **60**, 305 (1925).
2. D.C. Stockbarger, Rev. Sci. Instr., **7**, 133 (1936).
3. I.V. Stepanov y M.A. Vasil'eva, Growth of crystals, Vol. III p. 163 (A.V. Shubnikov y N.N. Sheftal', Editores) Consultants Bureau, New York 1963.