Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, Vol.3, No.1, Spring 1995

Creeping up in Growth of Crystal from Solution

Shooshtarian, M.A.

Material Sci. Dep., School of Engineering, Shiraz University, Shiraz, IRAN

Key Words: *Crystal Growth, Growth from Solution, Creeping up*

Abstract: Single crystals have been grown from ancient Egypt. Crystal growth started in the [illegible] 1940 until now. Four methods have been used to prepare single crystals: growth from solution, melt, vapour, and solid. Every method has its own advantage, disadvantage and problems. One of the problems in growth from solution is creeping up.

Creeping up is undesirable growth of thin layer on the wall of crystal growth bath. Sometimes this layer grows very rapid and so fills the bath, and prevents growth. In this paper, these subjects are considered

1. Why does creeping up occure?
2. What parameter affect on it?
3. What in the best way for its prevention?

Experiments show that creeping up is affected by wetting angle between solution and bath wall, viscosity of solution, agitation, additives, and shape of bath.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

مجلهٔ بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران، سال سوم، شمارهٔ اول ، بهار ۱۳۷۴ از صفحهٔ ۵۷ تا ۶۴

پژوهشی

خزش به سمت بالا در رشد تک بلور از محرا ، ابر اشباع و راه پیشگیری آن

محمد علی شوشتریان
دانشگاه شیراز، دانشکدهٔ مهندسی، بخش مهندسی مواد

چکیده: استفاده از تک بلورها به عهد مصریان باستان برمی‌گردد. رشد تک بلورها از اوایل قرن نوزدهم آغاز و بیشترین پیشرفت آن از سالهای ۱۹۴۰ به بعد بوده است. رشد تک بلورها از ۴ طریق صورت می‌گیرد: رشد از مذاب، محلول، گاز، و جامد. هریک از این روشها مزایا و مشکلاتی به همراه دارند. یکی از مشکلات موجود در رشد از محلول، خزش به سمت بالاست. رشد ناخواستهٔ لایه جامد در جدارهٔ ظرف را خزش به سمت بالا گویند. در این مقاله سه مورد زیر مورد بررسی قرار می‌گیرند، ۱) علت خزش به سمت بالا ۲) پارامترهای موثر بر خزش به سمت بالا ۳) بهترین راه برای پیشگیری از خزش به سمت بالا

واژهای کلیدی: رشد تک بلور ،خزش به سمت بالا ،پارامترهای موثر به خزش

مقدمه

مصریان باستان چگونگی استفاده از تک بلورها را می‌دانستند. آنها در ساخت اهرام از تک بلور یاقوت استفاده می‌کردند (در نوک اهرام)، زیرا معتقد بودند که اینگونه بلورها

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

در جذب نیروهای ماوراء طبیعی توانایی زیادی دارند[۱]. از چند سال قبل از جنگ جهانی دوم به اینطرف بررسیهایی روی چگونگی ساخت تک بلورها آغاز شد، ولی بیشتر این بررسیها در اواخر جنگ جهانی دوم و پس از آن صورت گرفت. علت آن نیاز روز افزون به تک بلورها در الکترونیک حالت جامد و علم مواد بوده است.

تک بلورها در موارد بسیاری از جمله: تعیین ساختار مواد، موضع نگاری[۱]، تعیین ویژگیهای تنسوری مواد (آلی و غیرآلی)، تهیه دیودها، مدارهای مجتمع و تولید لیزر، تهیهٔ پیزوالکتریکها و غیره کاربرد وسیعی پیدا کرده‌اند. بنابراین بهبود کیفیت تک بلورها اثر بسیار زیادی در زندگی مدرن امروزی خواهد داشت.

چگونگی تهیهٔ تک بلور

تهیه تک بلور شامل دو مرحله اصلی است: ۱) تهیه هسته[۲] ۲) رشد تک بلور.

رشد تک بلور به چهار روش اصلی زیر امکان پذیر است:

۱) رشد از مذاب [۲].

۲) رشد از جامد [۳، ۸].

۳) رشد از بخار [۲، ۳].

۴) رشد از محلول [۲، ۳، ۴، ۵، ۶، ۷، ۸].

به دلیل پدیدهٔ خزش به سمت بالا در روش چهارم مشکلی به وجود می‌آید که نیاز به توضیحی اجمالی دارد. در این روش نخست یک تک بلور از یک محلول اشباء شده تهیه می‌شود، و سپس آن را درون محلولی ابر اشباع قرار می‌دهند. با افزایش ابر اشباعی (با کاهش دما [۵]، تبخیر حلال [۴]) ذرات جامد روی بلور، آغاز به رشد می‌کنند. زمان این رشد معمولاً طولانی است (چندهفته). در طول این زمان طولانی مسائل مختلفی از قبیل خزش به سمت بالا، دوقلوئی، برفکی شدن و غیره پیش می‌آید، و از این رو بیشترین تحقیقات در زمینهٔ رفع این مشکلات انجام گرفته است [۷].

خزش به سمت بالا بزرگترین مشکل در راه تولید یک تک بلور مرغوب است [۷] و این پژوهش کاری است در جهت پیشگیری از آن.

1-Topography 2-Seed

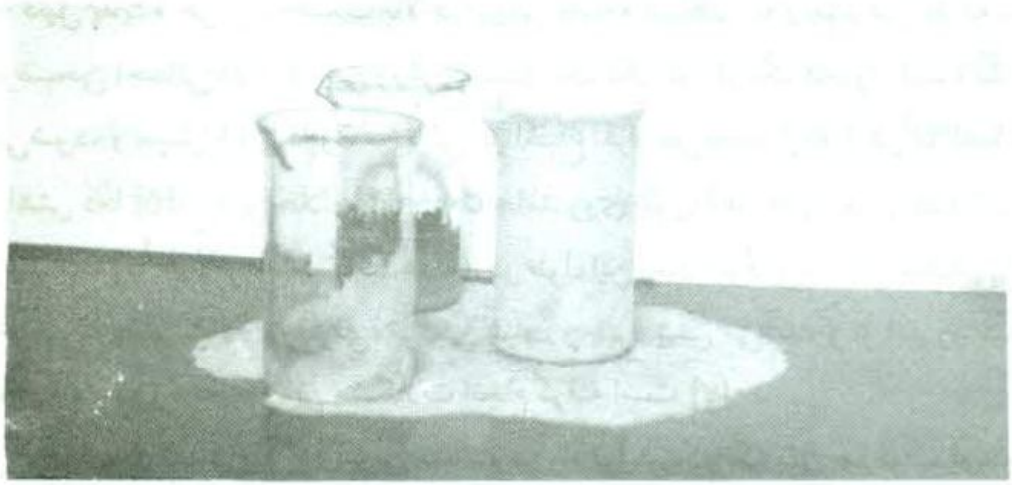
[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

تحقیق

به پدیدهٔ رشد ناخواستهٔ جامد در جدار ظرفی که تک بلور در آن رشد می‌یابد خزش به سمت بالا گفته می‌شود. در این حالت لایه‌ای جامد از کناره ظرف (گاهی از روی میلهٔ نگهدارندهٔ تک بلور) به بالا کشیده می‌شود، و به صورت توده‌ای برفکی شکل رشد می‌کند. این لایهٔ برفکی، بسته به طول زمان رشد، ممکن است در تمام حجم ظرف و حتی بر جدارهٔ خارجی نیز گسترش یابد. این گسترش برحسب نوع ماده فرق می‌کند، و گاهی آنچنان پیش می‌رود که تمام محیط را می‌پوشاند. در شکل ۱ نمونه‌ای از یک چنین گسترش را نشان می‌دهد، که از ظرف سمت راست سربرآورده و علاوه بر اینکه میز را پوشانده به سمت ظرفهای دیگر کشیده شده است.

چرا خزش به سمت بالا رخ می‌دهد؟

بطور کلی این پدیده در محلولهایی بوجود می‌آید که جدارهٔ ظرف را تر[1] می‌کنند. سطح اینگونه محلولها در ظرف شکل مقعری به خود می‌گیرد. بدین ترتیب لایهٔ نازکی از محلول بر جداره ظرف به بالا کشیده می‌شود. در این ناحیه بعلت اینکه حجم محلول نسبت به سطح تبخیر، بسیار ناچیز است، تبلور با سرعت زیادی اتفاق می‌افتد. بنابراین روی جدارهٔ ظرف، و در بالاترین نقطهٔ تماس مایع با جداره، لایه‌ای جامد و بلوری شکل



شکل ۱ گسترش خزش بسوی ظرفهای مجاور.

1- Wetting

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

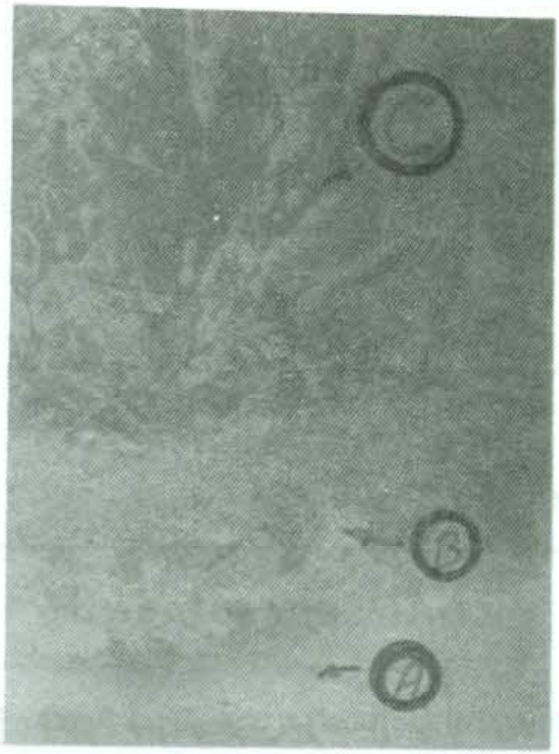
می‌گیرد، البته به شرطی که دهانهٔ ظرف باز باشد. پس از آن بواسطهٔ خاصیت موئینگی، محلول از درون لایهٔ جامد شکل گرفته، به بالا مکیده شده، و رشد لایه ادامه می‌یابد. شکل ۲ تصویری است از لایهٔبالا خزیده از مادهٔ ($CuSO_4$) بر جدار ظرف. در این شکل ناحیهٔ A سیال مورد استفاده را نشان می‌دهد. بخش پایینی B پیوندگاه سیال با جامد است که روی آن حجم گسترده‌ای از بلور شکل گرفته اشغال کرده و به بالا کشیده شده است. در ناحیهٔ C رشد درختی بلور به خوبی دیده می‌شود.

نتایج این تجربه

چون خزش بالا رو در بیشتر موارد موجب مختل شدن روند رشد می‌شود، از این روباید عواملی وابسته به آن را بررسی کرد تا بتوان به روش کنترل آن دست یافت.

۱) اثر تغییر سطح تبخیر بر خزش

اگر بخشی از دهانهٔ ظرف محلول را بپوشانیم، مشاهده می‌شود که در آن بخش خزش رخ نمی‌دهد. ولی در بخش باز دهانه، نه تنها خزش صورت می‌گیرد بلکه به سمت سر پوشیده حرکت می‌کند. این حرکت برخاسته از خاصیت موئینگی است.



شکل ۲ گسترش خزش بسوی بالای محلول.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

۲) اثر شکل ظرف

بنابر آزمایشهایی که با ظروف با اشکال مختلف A [با دیوارهٔقائم] ، B [با دیوارهٔمایل به سمت بیرون] و C [با دیوارهٔمایل به سمت درون] انجام گرفت، معلوم شد که کمترین خزش در C و سپس در A و بیشترین خزش در ظرف B رخ می‌دهد. دلیل این امر کشیدگی بیشتر محلول روی جدارهٔ ظرف B است.

۳) اثر جنس ظرف

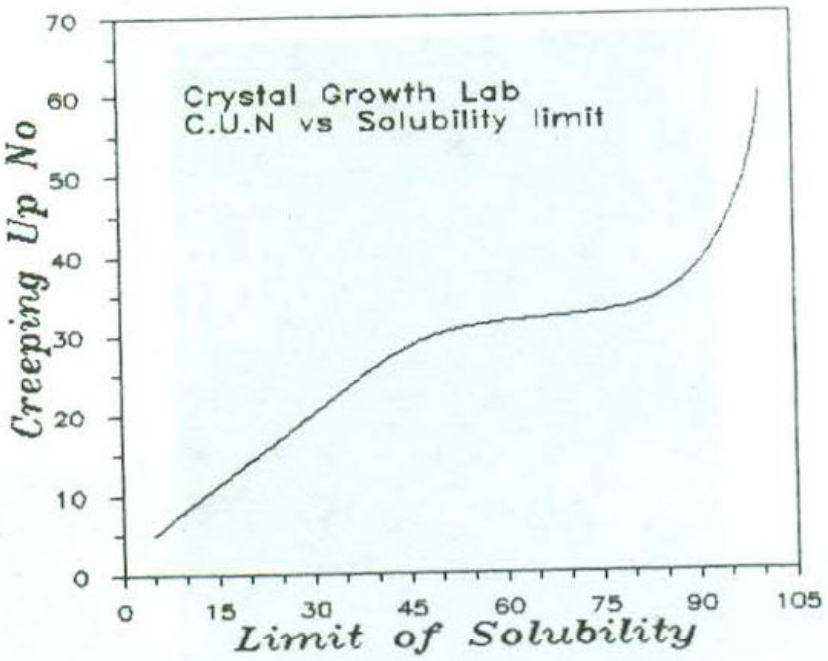
ظرفهایی که محلول جداره آنها را بیشتر تر می‌کند موجب خزش بیشتری می‌شود (مانند شیشه معمولی و پیرکس).

۴) اثر همزدن

همزدن اثر زیادی روی خزش نمی‌گذارد مگر اینکه سرعت همزدن آنقدر زیاد باشد که لایهٔ اولیه بوجود آمده را نابود کند و ارتباط بین محلول و لایه جامد قطع شود.

۵) نوع مادهٔ اولیه برای تولید بلور

جنس بلور بر حسب ساختار و خصوصیات تبلور اثر زیادی روی خزش می‌گذارد. مثلاً



شکل ۳ نمودار خزش در مقابل حلالیت.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

KNT[1] کمترین خزش و KBr[2] بیشترین خزش را نشان می‌دهد.

۵-۱) اثر حد حلالیت در آب

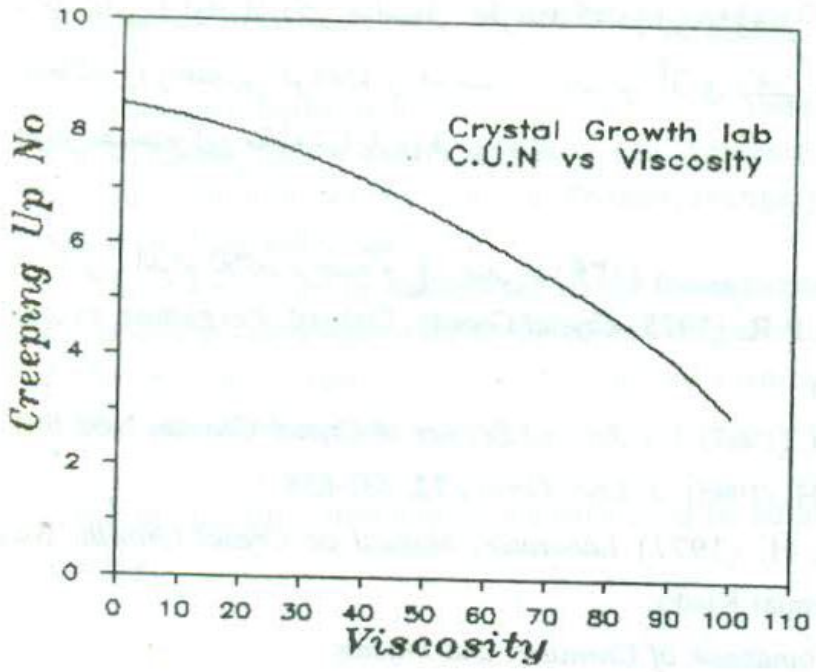
بنابر نمودار شکل ۳ با افزایش حد حلالیت، خزش زیاد می‌شود (جز در KNT)

۵-۲) اثر چسبندگی[3]

چسبندگی محلول بر حسب نوع بلور حل شده متفاوت خواهد بود. مطابق نمودار شکل ۴ خزش با افزایش چسبندگی، به شدت کاهش می‌یابد.دلیل آن کاهش توانایی نفوذ محلول به درون لایهٔ جامد تولید شده است.

۶) اثر فزودنیها[4]

معمولاً برای تسریع در رشد یا رشد در جهتی خاص ازافزودنی‌هایی در حد PPM استفاده می‌شود. در این پژوهش اثر $FeCl_3$, $AlCl_3$ بررسی شد. به طور کلی می‌توان



شکل ۴ نمودار خزش در مقابل چسبندگی.

1-Sodium Potasium Tartarat

2-Potasium Boramide

3-Viscosity

4- Additives

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]

گفت اضافه کردن این اجزاء به محلولهائی که خزش نشان می‌دهند باعث افزایش خزش می‌شود.

کنترل خزش

با توجه به آزمایشهای انجام شده روشهای زیر برای کنترل خزش پیشنهاد می‌شود:

۱) از بین بردن ترکنندگی ظرف به وسیلهٔ محلول (استفاده از پوشش روغنی در سطح ظرف)

۲) انتخاب دهانهٔ ظرف به شکل C

۳) افزایش چسبندگی محلول با استفاده از فزودنیها

قدردانی

با تشکر و قدردانی فراوان از دکتر عباسعلی نظربلند که در این پژوهش و دیگر مراحل تحصیل اینجانب را راهنمایی کرده‌اند و همچنین از جناب آقای دکتر محمد حسین شریعت که در تصحیح این مقاله مرا یاری فرموده‌اند.

مراجع

۱ - شارپ،ا. ر. ، اهرام ثلاثه، ترجمهٔ م.ع. رفیعی (۱۳۶۱).

2 - Pamplin, P.R. (1975) *Crystal Growth*, Oxford, Pergamon press, second edition.

3 - Gilman, J. (1963) *The Art and Science of Crystal Growth*, New fork, Wiley.

4 - Takubo, H. (1985) *J. Crys. Grow.*, **72**, 631-638.

5 - Targan, H. (1972) *Laboratory Manual on Crystal Growth*, Budapest, Akademiai Kiado.

6 - (1985) *Handbook of Chemistry and Physics.*

۷ - نتایج عملی حاصل از آزمایشات انجام شده در دانشگاه شیراز بر روی رشد تک بلور ADP (۱۳۷۱).

۸ - نظر بلند، ع.ع. (۱۳۶۵) رسالهٔ کارشناسی ارشد، دانشگاه شیراز.

[Downloaded from ijcm.ir on 2025-06-08]