

В заключение отметим, что фотоэлектрическое определение удельной поверхности позволяет значительно сократить время анализа. Для повышения точности анализа желательно использовать излучение с возможно меньшей длиной волны или стабилизировать значение коэффициента Q (a) другими способами. Отсутствие седиментации частиц снижает требования к быстрдействию измерительной системы и позволяет с успехом использовать рентгеновское или радиоактивное излучения.

Литература:

1. Б. В. Дерягин, Н. Н. Захаваева, М. В. Талаев. Определение удельной поверхности порошкообразных тел по сопротивлению фильтрации разряженного воздуха. Изд-во АН СССР, М., 1957.
2. Д. С. Соминский, Г. С. Ходаков. Научное сообщение ВНИИТИСМ, № 29, 1957.
3. И. С. Израилевич, С. Н. Новиков. Порошковая металлургия, 1966, № 5, 49.
4. Brunauer S., Emmett P. H., Teller E. J. Amer. Chem. Soc., V. 60, 1938, p. 309.

С. Е. САВИЦКИЙ, А. Е. САВКИН, В. И. УРОДОВ, С. Г. КОВЧУР

ВЫРАЩИВАНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Вопросы выращивания кристаллов, хотя и не являются новыми, тем не менее сохранили свою актуальность и сейчас. В последние годы особенно повысился интерес к электрооптическим кристаллам типа KDP и ADP ввиду новых технических применений последних. Кристаллы KDP и ADP в последнее время, например, находят широкое применение в качестве затворов, модуляторов и преобразователей лазерного излучения. В связи с новыми областями применения этих кристаллов резко повысились требования к ним по однородности, что можно достичь совершенствованием технологии выращивания. Впервые поставлена проблема получения крупных оптических однородных кристаллов из водных растворов.

В литературе описано много предлагаемых методик по выращиванию монокристаллов из растворов. Как правило, в них используются статический или динамический методы. При статическом методе выращивания как маточный раствор, так и затравки, из которых начинают расти кристаллы, во время роста остаются неподвижными. Путем медленного снижения температуры создается пересыщение в растворе, за счет которого и происходит рост кристалла. Выращивание монокристаллов таким методом — процесс медленный, тре-

бующий полгода и больше времени. Динамический метод характеризуется активным перемешиванием раствора, а иногда и одновременным вращением затравки в растворе. Такой метод дает возможность сократить сроки роста кристаллов. Наша методика выращивания монокристаллов KDP (KH_2PO_4) и ADP ($\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$) из раствора использует динамический метод. В этом случае рост кристаллов происходит при активном перемешивании раствора. Дело в том, что при росте кристалла вокруг него образуются слои, обедненные веществом. Обладая меньшей плотностью, эти слои поднимаются вверх. На их место подходят новые слои с большей концентрацией вещества и т. д. Так образуются естественные потоки, омывающие кристалл и способствующие его росту. При перемешивании раствора увеличивается скорость обмена растущего кристалла с веществом, а следовательно, увеличивается и скорость роста кристалла. Таким методом в течение двух месяцев удается выращивать монокристаллы весом в 150—200 г.

Монокристаллы выращивались в специальной установке. Наружный цилиндрический стеклянный бак емкостью 15—20 литров заполняется дистиллированной водой и служит термостатом. Сверху термостат герметично закрывается специальной крышкой из оргстекла. В крышке имеется отверстие диаметром 18 см, сквозь которое в термостат опускается также герметично закрытый крышкой цилиндрический стеклянный сосуд (кристаллизатор) емкостью 4—5 литров с раствором KH_2PO_4 или $\text{N}_4\text{H}_2\text{PO}_4$. Перемешивание раствора в кристаллизаторе и дистиллированной воды в термостате производится мешалками. Нагрев и поддержание нужной температуры осуществляется двумя последовательно включенными кинолампами, питаемыми переменным током с напряжением 40—45 вольт. Нужная мощность для нагрева воды в термостате обеспечивается при низком напряжении на лампах, при этом увеличивается срок службы самих ламп. Кроме того, такой нагрев по сравнению с другими нагревателями (кипятильниками, спиралями и т. д.) имеет большое преимущество — он практически безынерционен, что облегчает поддержание температуры в термостате с точностью до $\Delta t = \pm 0,05^\circ\text{C}$. В то же время кипятильники, проявляя инертность в моменты включения и выключения, приводят к колебаниям температуры в термостате до $\pm 0,2^\circ\text{C}$. Такое изменение температуры сравнимо иногда с суточным снижением (до $0,2—0,3^\circ\text{C}$) температуры раствора, обеспечивающим суточный прирост кристаллов. Включение и выключение киноламп осуществляется контактным термометром и специальным электронным реле.

Второй особенностью применяемой методики выращивания монокристаллов является правильно подобранный и выдерживаемый в процессе роста ph раствора. Как показали проведенные эксперименты, монокристаллы KDP и ADP растут опти-

чески однородными и правильной формы (без выклинивания) при $ph=4,5$. Также не менее важным является чистота вещества KH_2PO_4 и $NH_4H_2PO_4$, применяемого для приготовления раствора, и методика приготовления маточного раствора, способствующая устранению примесей и кристаллов-паразитов в растворе. Приготавливают 4—5 литров раствора KH_2PO_4 или $NH_4H_2PO_4$ в расчете на определенную температуру насыщения (например, $65^\circ C$). Чтобы избавиться от примесей (соли Ca , Fe , Cr и др.), в раствор добавляется КОН. Несколько дней раствор перемешивается при более высокой температуре (на $10—15^\circ$ больше температуры насыщения). После этого температура доводится до расчетной, соответствующей температуре насыщения. Затем в раствор добавляется ортофосфорная кислота до установления ph раствора 4,5. Затем раствор опять перемешивается в течение 3—4 суток при температуре насыщения и заливается в кристаллизатор, где расположены затравки в виде пластинок толщиной 3—4 мм. Во избежание образования кристаллов-паразитов рекомендуется при переливании в кристаллизатор раствор заливать при температуре на $2—5^\circ$ выше температуры насыщения, а затем быстро охладить до температуры насыщения и включить реле и нагреватель.

И, наконец, дальнейший процесс роста монокристалла сводится к тщательному контролю за режим снижения суточной температуры—по $0,2—0,3^\circ C$ в сутки в зависимости от величины затравки. В процессе роста кристаллов ph должен оставаться постоянным и равным 4,5. Отклонение ph на $\pm 0,1$ приводит к выклиниванию по направлению оптической оси выращиваемого кристалла.

А. Е. САВКИН, В. И. УРОДОВ, С. Е. САВИЦКИЙ, С. Г. КОВЧУР

ИССЛЕДОВАНИЯ ОПТИЧЕСКОЙ ОДНОРОДНОСТИ КРИСТАЛЛОВ

Оптическая неоднородность проявляется в том, что в направлении оптической оси Z естественное двупреломление не равно нулю, а варьирует от точки к точке в объеме кристалла, т. е. наличие такого аномального двупреломления в кристалле, обусловленного условиями его роста, ухудшает качество будущего изделия из кристалла. В связи с этим возникла необходимость в разработке методики исследования распределения оптической неоднородности в z -срезах кристаллов KDP и ADP с целью оценки их пригодности и выбора наибо-