

# Renovación de un horno para crecimiento de monocristales

## Renovation of a furnace for growth of monocrystals

Presentación: 20/10/2023

### **Axel Kevin Fariñas Capra**

Daño por Radiación, Comisión Nacional de Energía Atómica, Centro Atómico Constituyentes, Buenos Aires, Argentina.  
Axelfarinas@cnea.gov.ar

### **Carlos Daniel Anello**

Daño por Radiación, Comisión Nacional de Energía Atómica, Centro Atómico Constituyentes, Buenos Aires, Argentina.  
Anello@cnea.gov.ar

### **Luciano Attorresi**

Daño por Radiación, Comisión Nacional de Energía Atómica, Centro Atómico Constituyentes, Buenos Aires, Argentina.  
Lucianoattorresi@cnea.gov.ar

### **Ricardo Sanabria**

Daño por Radiación, Comisión Nacional de Energía Atómica, Centro Atómico Constituyentes, Buenos Aires, Argentina.  
Ricardosanabria@cnea.gov.ar

### **Horacio Yevara**

Universidad Nacional de Lomas de Zamora, Juan XXIII y Ruta Prov. 4, Lomas de Zamora, Buenos Aires, Argentina.  
Horacioyevara10@gmail.com

### **Franco Saldaña**

Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires, Av. Paseo Colón 850, Buenos Aires, Argentina.  
Francosaldana45@gmail.com

### **Candela Rivero**

Universidad Nacional de San Martín, Av. 25 de mayo 1169, San Martín, Buenos Aires, Argentina.  
Candelariverojac@gmail.com

## Resumen

Parte de las actividades que se realizan en la división Daño por Radiación en CNEA incluyen el estudio del endurecimiento por irradiación, el cual se lleva a cabo mediante el uso de monocristales. Debido a que el equipo para fabricarlos se encontraba sin uso desde hace un tiempo y, al no respetar la curva de secado antes de utilizarlo, se produjo un corto en la bobina. Se presentó, entonces, como proyecto para la pasantía de verano 2023, la tarea de re-diseñar y reparar el horno. Como continuidad del trabajo, finalizada la pasantía, se realizaron las primeras crecidas de monocristales para dar paso a los subsiguientes estudios de endurecimiento por irradiación en el Reactor RA-1. En esta experiencia de fabricación de monocristales se utilizó cobre y una variación del método Bridgman-Stockbarger.

**Palabras clave:** CNEA, monocristales, horno, Bridgman-Stockbarger.

## Abstract

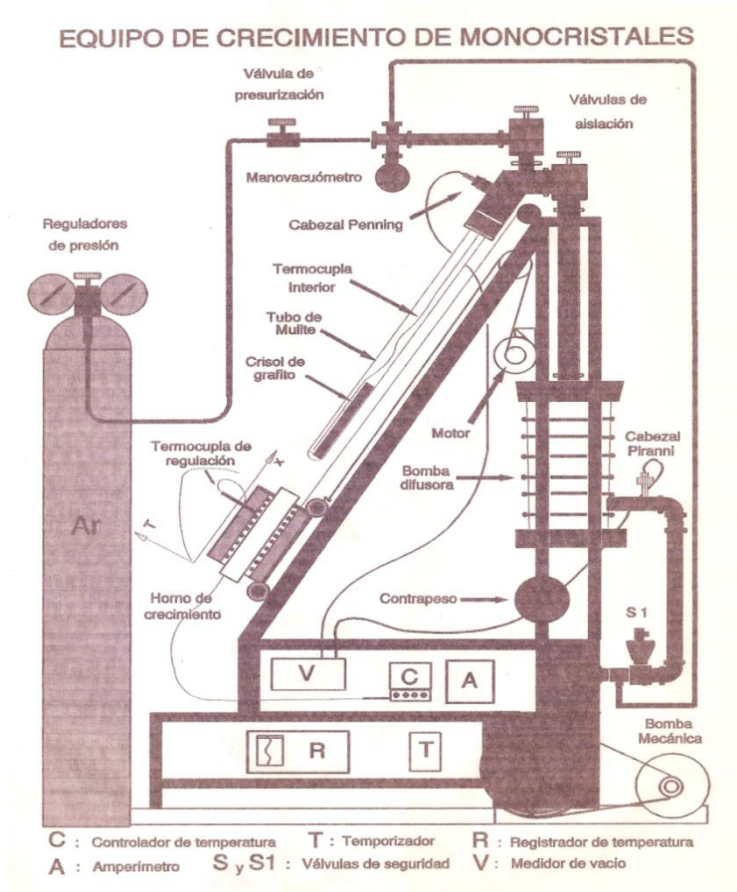
Part of the activities carried out in the Radiation Damage division at CNEA includes the study of radiation hardening, which is conducted using single-crystals. Due to the equipment for their fabrication having been unused for some time and not adhering to the drying curve before usage, a short circuit occurred in the coil. Subsequently, the task of redesigning and repairing the furnace was presented as a project for the summer internship of 2023. As a continuation of the work, after the internship was completed, the first single-crystal growths were conducted to pave the way for subsequent irradiation hardening studies at the RA-1 Reactor. Copper was used in this single-crystal manufacturing experience, employing a variation of the Bridgman-Stockbarger method.

**Keywords:** CNEA, single-crystal, furnace, Bridgman-Stockbarger.

## Introducción

Como puede observarse en la Figura 1, el equipo está integrado por las siguientes partes:

1. Un circuito de bombeo y atmósfera inerte: Tubo de mulite, bomba mecánica de vacío, bomba difusora de vacío, un tubo de Ar (argón), elementos medidores y tuberías de conexión.
2. Un circuito de calentamiento: Horno y regulador de temperatura que mantiene la temperatura estipulada.
3. Un circuito de tracción: Cuenta con un carro que soporta al horno en movimiento ascendente o descendente. Un motor transmite el movimiento del carro mediante un alambre solidario a ambos.



**Figura 1:** Esquema del equipo de crecimiento de monocristales.

En la fabricación de monocristales se utilizó cobre mediante una variación del método Bridgman-Stockbarger. Este método de crecimiento de monocristales implica calentar el material policristalino contenido en un crisol sobre su punto de fusión y, lentamente, enfriarlo a partir de un extremo donde se coloca un cristal o semilla de orientación conocida o desconocida con orientación al azar. El material de un solo cristal se forma progresivamente a lo largo de la longitud del crisol. Como se puede apreciar en la Figura 2, el proceso Bridgman-Stockbarger se realiza en una geometría horizontal o vertical. El método modificado de Bridgman-Stockbarger contempla una geometría inclinada  $30^\circ$  respecto de la vertical, como se observa en la Figura 1.

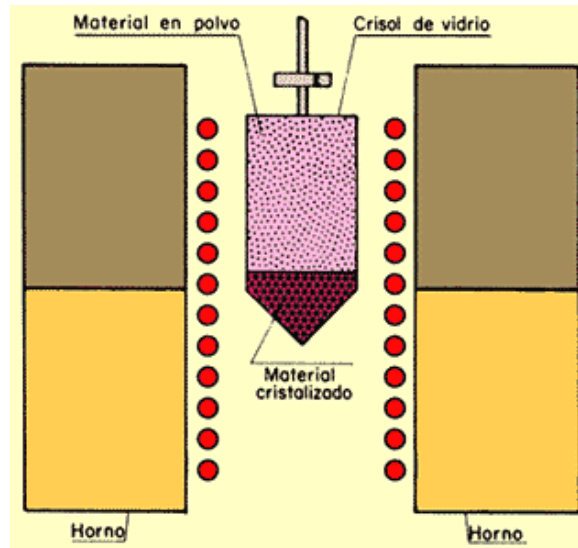


Figura 2: Esquema del método Bridgman-Stockbarger.

## Desarrollo

La primera tarea fue retirar el horno para poder realizar el desarmado. Inmediatamente se realizó la limpieza del tubo de alúmina. Para ello se hizo un pulido mecánico (con lijas granuladas de 220 y 120), seguido de un decapado con ácido clorhídrico y ácido nítrico para eliminar el metal fundido adherido al tubo. Luego, se lo colocó en una mufla a  $175^\circ$  para eliminar la humedad.



Figura 3: Foto del tubo de alúmina sinterizada dañado.

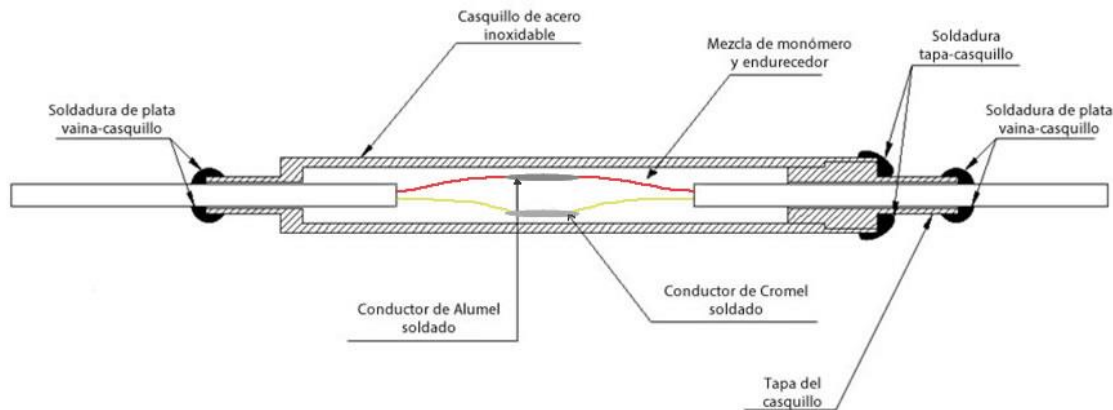
Mientras se secaba el tubo de alúmina, se realizó un prebobinado en un cilindro de dimensiones similares, para facilitar el nuevo bobinado en dicho tubo. El bobinado final quedó formado por dos tramos, cada uno de diferente espaciado entre espiras. El tramo 1, de máxima temperatura, tiene 160 mm de longitud y un espaciado entre espiras menor que en el tramo 2. En el tramo 2, de baja temperatura, hay una ranura de por medio, completando los 160 mm restantes. Para su fijación se utilizó cemento de alúmina.

#### Características del tubo de alúmina:

Núcleo: Alúmina sinterizada.  
Ranurado: 8 ranuras por pulgada.  
Diámetro interior: 51 mm.  
Diámetro exterior: 67 mm.  
Largo: 360 mm.  
Longitud efectiva total: 320 mm

A continuación, una vez bobinado, se instaló el tubo en su compartimiento y se centró y ajustó el horno para que, al pasar una termocupla por su interior, esta no dañe al tubo de mulite que aloja el crisol. Además, se maquinó una pieza de aluminio para corregir la posición del interruptor que apaga el horno cuando el carro lo presiona al subir.

Al medir la temperatura con la termocupla dentro del tubo de mulite, se detectó que no medía correctamente, por lo cual se desarmó la parte superior del horno para retirar este tubo y extraer la termocupla. Dado que no había una termocupla apta para esa ubicación, se decidió armar una nueva. De este modo, luego de practicar la forma de pelar una termocupla, se realizó el procedimiento en la termocupla tipo K a utilizar y, dado que la extensión no era suficiente, se realizó una soldadura en el extremo opuesto, uniendo los cables de la termocupla con sus correspondientes en la otra termocupla del mismo tipo. Luego, se colocó el casquillo en la zona de unión de los cables y, utilizando un soplete, se realizó una soldadura de plata con fundente en el extremo de menor diámetro. Se realizó una mezcla con monómero y endurecedor y se colocó en el otro extremo hasta estar completamente lleno y se dejó reposar durante 14 horas.



**Figura 4:** Esquema de casquillo para termocupla tipo K.

Se comprobó, con el multímetro, la continuidad y la resistencia de la termocupla. Además, se realizó una prueba de medición de temperatura ambiente para comprobar su correcto funcionamiento. Finalmente, se instaló en la parte superior del horno y se hizo una última comprobación de medición de temperatura.

Se diseñó un circuito para energizar el horno y, utilizando una termocupla fija y otra que se desplazaba cada 2 cm al obtener el valor de la temperatura en esa posición, se obtuvo la variación de la temperatura en función de la posición del cilindro a diferentes valores de tensión. Con estos valores se trazaron las curvas de potencia y los perfiles de temperatura.

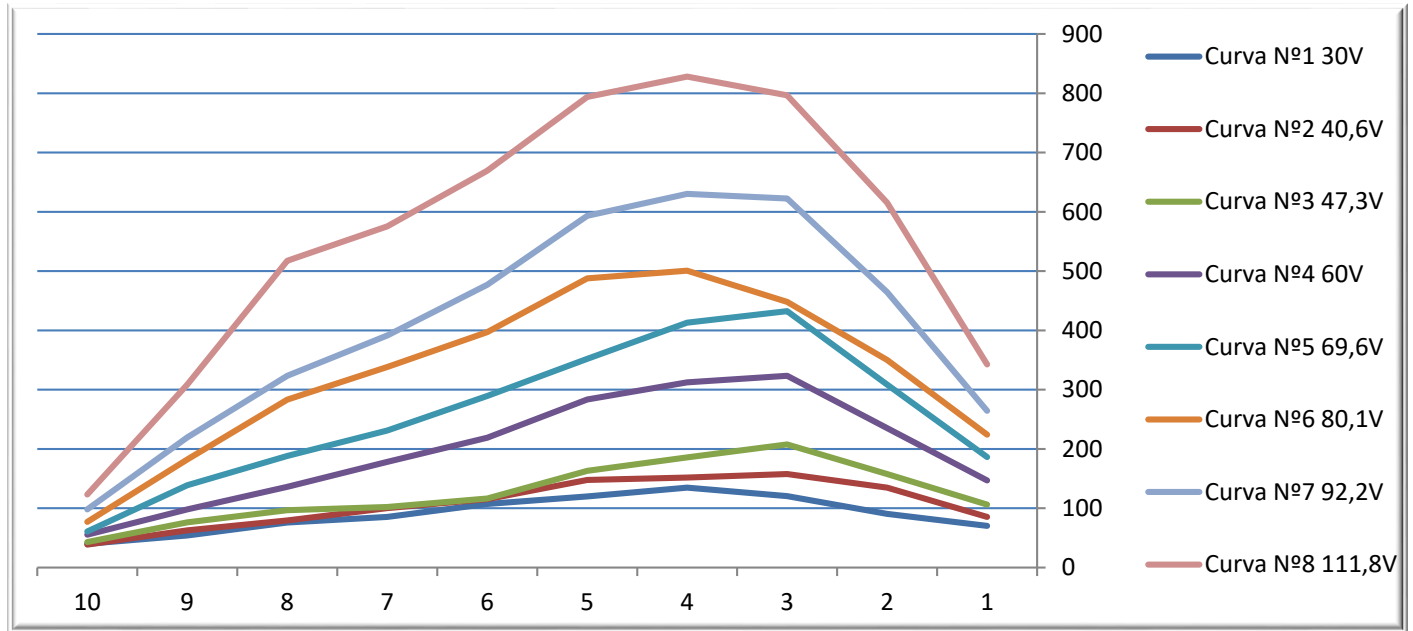


Figura 5: Gráfico de la temperatura del horno en función de la posición a distintas tensiones.

El cobre, en forma de varilla enrollada, se encontraba almacenado hasta el momento de su preparación para el proceso de crecimiento de monocristales. Se requiere, ineludiblemente, que el cobre sea de extra alta pureza, de alrededor de 99,999%, para reducir la probabilidad de existencia de impurezas que impidan el crecimiento de monocristales. Además, la cantidad de material a utilizar está limitada por el tamaño de la cavidad interna del crisol, por lo que se enderezó una varilla que luego fue cortada en muestras de 10 cm de largo, se las dejó reposar en una solución de agua y ácido nítrico para eliminar las impurezas y luego se las introdujo dentro del crisol.

Una vez cargado con el material a fundir, se introdujo el crisol en el tubo de mulite y se le practicó vacío. Mediante las bombas mecánica y difusora se cumple con el objetivo de eliminar el oxígeno, la humedad ambiente y realizar finalmente un desgasado del crisol y de la carga metálica de alta pureza. Se aisló la conexión de las bombas con el tubo y se inyectó gas argón para después hacer vacío nuevamente con la difusora, esto permitió un mejor nivel de vacío. Se llenó nuevamente de gas y se puso en marcha el horno a tensiones cada vez mayores hasta llegar a una temperatura adecuada, respetando la curva de secado propuesta por el fabricante. Se hizo desplazar el carro automáticamente a 2 cm por hora hasta que el equipo apague de forma automática por el interruptor o por el tiempo programado en el temporizador. Se dejó reposar hasta que estuviera a una temperatura segura para extraer el crisol del tubo de mulite, para luego extraer las muestras.

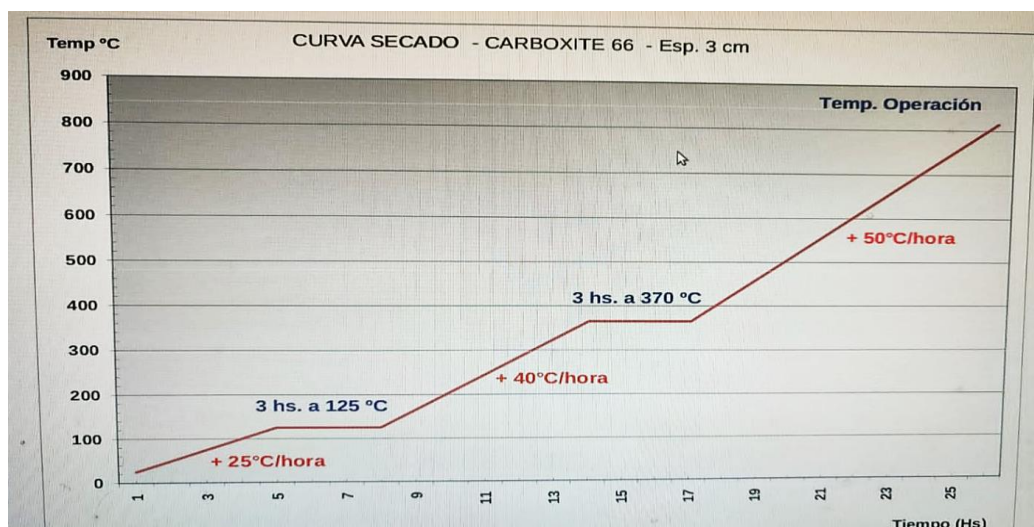


Figura 6: Foto de gráfica de curva de secado para el horno.

Al extraer las muestras, se preparó la máquina de corte con hilo embebido en ácido nítrico ya que, de esta manera, se puede hacer un corte a las muestras sin producir deformaciones mecánicas.

Estas muestras ya cortadas serán irradiadas en el reactor para luego realizar los ensayos de tracción y tratamientos térmicos necesarios para el análisis del daño por radiación.

## Conclusiones

La renovación del horno fue satisfactoria al lograr la correspondiente reparación del bobinado, su instalación y la correcta funcionalidad del horno de monocristales. Es importante respetar las indicaciones del fabricante del horno, con respecto a su curva de secado, para evitar daños al mismo.

## Referencias

Universidad Nacional de Educación a Distancia (UNED). Método Bridgman–Stockbarger.  
<https://www.uned.es/cristamine/gemas/sintesis/bridgman.htm>