

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ЗАВОД НАУЧНОГО ПРИБОРОСТРОЕНИЯ
СО СПЕЦИАЛЬНЫМ КОНСТРУКТОРСКИМ БЮРО
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

На правах рукописи

Юдин Михаил Викторович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ
КРУПНОГАБАРИТНЫХ ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ
САПФИРА**

01.04.07 – Физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:

доктор технических наук

А.В. Бородин

Черноголовка – 2017

Актуальность темы.....	4
Цель работы.....	5
Новизна и научная значимость работы	6
Апробация работы	8
Структура и объем диссертации	9
1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР	10
1.1 Применение сапфировых изделий в современной технике	10
1.2 Математическое моделирование тепломассопереноса при выращивании кристаллов методом Степанова.....	13
1.3 Выращивание из расплава кристаллов сапфира в виде полых фигур вращения методом локального формообразования.....	18
2. ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ И ТЕРМИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В САПФИРОВОЙ ТРУБЕ И ПОЛУСФЕРЕ, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБАМИ СТЕПАНОВА И ЛОКАЛЬНОГО ДИНАМИЧЕСКОГО ФОРМООБРАЗОВАНИЯ.....	25
2.1 Постановка задачи, граничные условия и алгоритм численного решения ..	26
2.2 Результаты исследования температурных полей и температурных напряжений	33
2.2.1 Температурные поля в тепловом узле и кристаллизационной камере	33
2.2.2 Поля температур и термических напряжений в кристалле сапфира в форме трубы.....	36
2.2.3 Поля температур и термических напряжений в кристалле сапфира, выращиваемого методом локального динамического формообразования	43
2.3 Исследование влияния основных технологических параметров на распределение температуры вблизи межфазной границы при выращивании кристалла способом локального динамического формообразования	48
2.4 Практическое применение результатов математического моделирования..	51
2.5 Выводы	57

3. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ МЕНИСКА РАСПЛАВА И СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УСЛОВИЙ ЕГО ФОРМИРОВАНИЯ И ПАРАМЕТРОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ В ФОРМЕ ТЕЛ ВРАЩЕНИЯ.....	59
3.1 Методика исследования механической устойчивости мениска и структуры кристаллов.....	61
3.2. Конструкция формообразующих устройств и методики выращивания кристаллов с изменяемой формой боковой поверхности с их применением	62
3.3. Результаты исследования.....	67
3.5 Выводы	73
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ УСТОЙЧИВОСТИ МЕНИСКА РАСПЛАВА ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ ДЛИННОМЕРНЫХ САПФИРОВЫХ ТРУБ С МАЛЫМ ВНУТРЕННИМ ДИАМЕТРОМ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА	74
4.1 Постановка задачи, граничные условия и алгоритм численного решения ..	75
4.2 Результаты исследования.....	78
4.3 Практическая реализация результатов исследования.....	82
4.2 Выводы	83
5 ПРИМЕНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ДЛЯ ОПТИМИЗАЦИИ ПРОЦЕССА ПРОМЫШЛЕННОГО ВЫРАЩИВАНИЯ САПФИРОВЫХ ПЛАСТИН	84
ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ.....	91
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	94

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы

Монокристаллы сапфира, благодаря уникальному сочетанию физико-химических свойств, применяются в различных областях науки и техники – микроэлектронике, приборостроении, оптике и оптоэлектронике, машиностроении, в химических технологиях, медицине и военной технике. Продукция из сапфира приходит на смену изделиям из стекла, кварца и керамики. Трубки, изготовленные из сапфира, обладающего широким спектром оптического пропускания и выдерживающего высокие механические и термические нагрузки, используются в качестве элементов конструкции ламповых узлов для устройств ультрафиолетовой дезинфекции питьевой воды и газоразрядных ламп. Кристаллы сапфира полусферической формы применяются для устройств специального назначения, оснащенных видеосистемами наблюдения и обнаружения объектов, в которых сапфир используется в качестве защитного стекла оптического элемента. Сапфир широко используется для изготовления часовых стекол, и в настоящее время происходит замещение материала защитных экранов современных смартфонов и устройств сканирования штрих-кодов с традиционного химически упрочненного стекла на сапфир. Рост потребности в кристаллах сапфира связан, прежде всего, со снижением их себестоимости. Технология выращивания профилированных кристаллов сапфира способом Степанова (EFG) с экономической точки зрения весьма конкурентна по сравнению с широко освоенным промышленностью методом Киропулоса при условии увеличения габаритов кристаллов, выращиваемых одиночно, а также значительного увеличения производительности процессов выращивания кристаллов в группе. Таким образом, актуальной проблемой является оптимизация соответствующих тепловых узлов (зон кристаллизации) и технологических процессов.

Приоритетную задачу представляет изучение влияния конструктивных особенностей теплового узла и оборудования на распределение температуры и величину термических напряжений в кристаллах. Численное моделирование, применяемое в работе, основано на рассмотрении основных взаимосвязанных физических явлений, сопровождающих процесс выращивания, что позволяет сократить материальные затраты и время поиска конструкторских решений.

Цель работы

Целью диссертационной работы является исследование температурных полей и термических напряжений в крупногабаритных профилированных кристаллах сапфира сложной формы, численное моделирование процессов кристаллизации для оптимизации технологических процессов выращивания сапфировых труб, полусфер, пластин.

В работе решаются следующие задачи:

1. Численное моделирование процесса выращивания сапфировой трубы и полусферы, включающее решение задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости.
2. Исследование температурных полей в тепловом узле и кристалле, исследование термоупругих напряжений в кристалле в зависимости от различных вариантов радиационных экранировок, геометрии формообразующей поверхности и давления защитного газа в ростовой камере установки при выращивании сапфировой трубы способом Степанова.
3. Изучение влияния конструктивных особенностей теплового узла на распределение температуры и величину термических напряжений в сапфировой полусфере, выращиваемой из расплава способом локального динамического формообразования.
4. Исследование влияния основных технологических параметров на распределение температуры в кристалле с изменяемой формой боковой

поверхности, выращиваемого способом локального динамического формообразования. Определение оптимального сочетания скоростей вращения, вытягивания кристалла и размера формообразующего устройства, позволяющего снизить неоднородность температурного поля и уменьшить температурные напряжения в кристалле.

5. Создание методов управления размером мениска расплава с целью увеличения потока расплава к межфазной границе для выращивания крупногабаритных кристаллов сапфира с изменяемой геометрией боковой поверхности, экспериментальное исследование механической устойчивости мениска расплава, разработка способов выращивания крупногабаритных изделий сложной формы, определение параметров кристаллизации этих процессов и изучение структуры кристаллов.

6. Разработка расчетной методики оптимизации конструкции формообразователя для группового процесса выращивания сапфировых лент.

7. Исследование температурной устойчивости мениска расплава при выращивании длинномерных сапфировых труб с малым внутренним диаметром из расплава способом Степанова.

8. Практическое применение результатов математического моделирования для оптимизации технологических процессов выращивания кристаллов сапфира в форме труб, полусфер и пластин.

Новизна и научная значимость работы

1. Впервые проведено численное моделирование процесса выращивания, включающее комплексное решение задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости.

2. Исследовано влияние основных технологических параметров на распределение температуры и термических напряжений сапфировой трубе и полусфере. Впервые определены скорости течения защитного газа в зоне кристаллизации и рабочей камере ростовой установки.

3. Впервые исследована механическая устойчивость мениска расплава в кристалле, получаемом из расплава способом локального динамического формообразования, для нескольких вариантов систем формообразователь-мениск-кристалл и реализованы условия контролируемого увеличения продольного размера мениска и потока расплава к межфазной границе с увеличением диаметра кристалла в ходе процесса выращивания.

4. На основании предложенной математической модели проведены исследования процесса роста сапфировой трубы с внутренним диаметром менее 1 мм и впервые определены максимально возможные колебания температуры нагревателя, при которых наблюдается стабильный процесс выращивания кристалла.

5. Проведено исследование температурных полей теплового узла для группового выращивания сапфировых лент. Определены условия устойчивого роста полного пакета кристаллов.

Положения, выносимые на защиту

1. Двумерная осесимметричная расчетная модель теплового узла индукционного нагрева для выращивания профилированных кристаллов сапфира, включающая решение задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики и термоупругости.

2. Результаты исследования влияния конструкции радиационных экранов теплового узла, геометрии рабочей поверхности формообразующего устройства и давления инертного газа в рабочей камере ростовой установки на распределение температуры и величину термических напряжений в сапфировой трубе и полусфере, выращиваемых из расплава способами Степанова и локального динамического формообразования.

3. Новое формообразующее устройство для выращивания профилированных кристаллов сапфира в виде полых тел вращения,

позволяющее увеличивать поток расплава к межфазной границе при выращивании крупногабаритных кристаллов.

4. Полученные результаты математического моделирования технологических процессов выращивания позволили снизить процент отбраковки сапфировых труб 33% до 15% и повысить производительность выращивания монокристаллов сапфира из расплава способом Степанова с применением технологии группового выращивания до 24 сапфировых лент в одном ростовом процессе.

Практическая значимость

1. На основе численного моделирования создан виртуальный тепловой узел для выращивания профилированных кристаллов сапфира, что позволяет проводить различные расчетные эксперименты.

2. Разработана конструкция теплового узла, позволяющая минимизировать температурные напряжения в сапфировых трубах и кристаллах полусферической формы, выращиваемых из расплава способами Степанова и локального динамического формообразования.

3. Кристаллы сапфира в форме труб, выращенные с учетом результатов проведенных исследований, прошли успешные испытания в качестве элементов конструкции ламповых узлов в устройствах УФ обеззараживания питьевой воды.

4. Полученные результаты теоретических и экспериментальных исследований легли в основу разработки эффективных тепловых узлов для производства профилированных кристаллов сапфира.

Апробация работы

Результаты исследований докладывались на XV совещании по получению профилированных кристаллов и изделий способом Степанова и их применению в народном хозяйстве в Санкт-Петербурге (2003), XI и XII национальных конференциях по росту кристаллов в Москве (2004, 2006), XV и XVI международных конференциях по росту кристаллов в США и Китае

(2007, 2010), конференции «Информационные технологии в системах автоматизации технологических процессов, связи и приборостроении» в г.Черноголовка (2015).

По теме диссертации опубликовано 9 печатных работ [85-88, 97, 99-101], из них 7 в российских и международных реферируемых журналах ВАК и Web of science. Получен патент на изобретение [90].

В диссертации изложены результаты работ, выполненные автором в течение 15 лет. Личный вклад соискателя состоит в выполнении численного моделирования и анализе его результатов. Автор лично принимал участие в проведении всех экспериментальных исследований, организации и проведении экспериментальных процессов выращивания кристаллов и обработке экспериментальных данных.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы из 101 наименования. Работа содержит 105 страниц, включая 44 иллюстрации и 2 таблицы.

1. ЛИТЕРАТУРНЫЙ ОБЗОР

1.1 Применение сапфировых изделий в современной технике

Благодаря уникальному сочетанию физико-химических свойств монокристаллического сапфира, изделия из этого материала находят применение в широких областях науки и техники. В последнее время наблюдается устойчивый рост потребности в кристаллах сапфира полусферической формы для устройств специального назначения, оснащенных видеосистемами наблюдения и обнаружения объектов, в которых сапфир, как материал, обладающий широким спектром оптического пропускания и выдерживающий высокие механические и термические нагрузки, используется в качестве защитного стекла оптического элемента.

На основе сапфировых труб созданы новые лампы накачки лазеров, газоразрядные лампы на парах щелочных металлов [1]. Кристаллы сапфира в форме труб используются в качестве реакторов в установках плазмохимического травления, в газоразрядных высокотемпературных лампах высокого давления от ультрафиолетового до инфракрасного диапазона [2-7], а так же в качестве элементов конструкции в химических и биологических аналитических приборах [8-10]. Одним из наиболее перспективных направлений применения оптического сапфира является его использование в устройствах для обеззараживания питьевой воды. При использовании вместо кварцевых защитных кожухов, установленных в УФ стерилизаторах, сапфировых труб, значительно повысится производительность и экономичность установок. Защитные кожуха подвержены химическому воздействию агрессивных веществ и постоянным соударениям с микрочастицами загрязненной воды. Химическая стойкость и твердость оптического сапфира позволяют решить эту проблему [11-13]. Кроме того, в отличие от кварца, оптический сапфир длительное время не мутнеет при воздействии УФ излучения, которое используется в устройствах обеззараживания питьевой воды. Поэтому интенсивность

излучения в таких приборах можно значительно увеличить и заменить ультрафиолетовые лампы на более компактные светодиодные блоки, что приводит к увеличению эффективности работы стерилизатора и при этом резко сокращается энергопотребление прибора. Низкая энергоемкость и компактность УФ стерилизаторов с сапфировыми трубами и светодиодами позволяют создать портативные переносные стерилизаторы с автономными аккумуляторными источниками питания, что необходимо для оперативного обеспечения чистой питьевой водой, например, в полевых условиях [14, 15] .

Для указанных применений исключительно важным фактором наряду с оптической прозрачностью сапфировой трубы важнейшей характеристикой материала является его механическая прочность. Однако наличие в кристалле остаточных напряжений приводит к снижению его прочностных характеристик и образованию трещин, что недопустимо в ряде случаев использования сапфира, например в качестве реакторов установок плазмохимического травления, рис 1.1, и приводит к выходу из строя дорогостоящего оборудования.

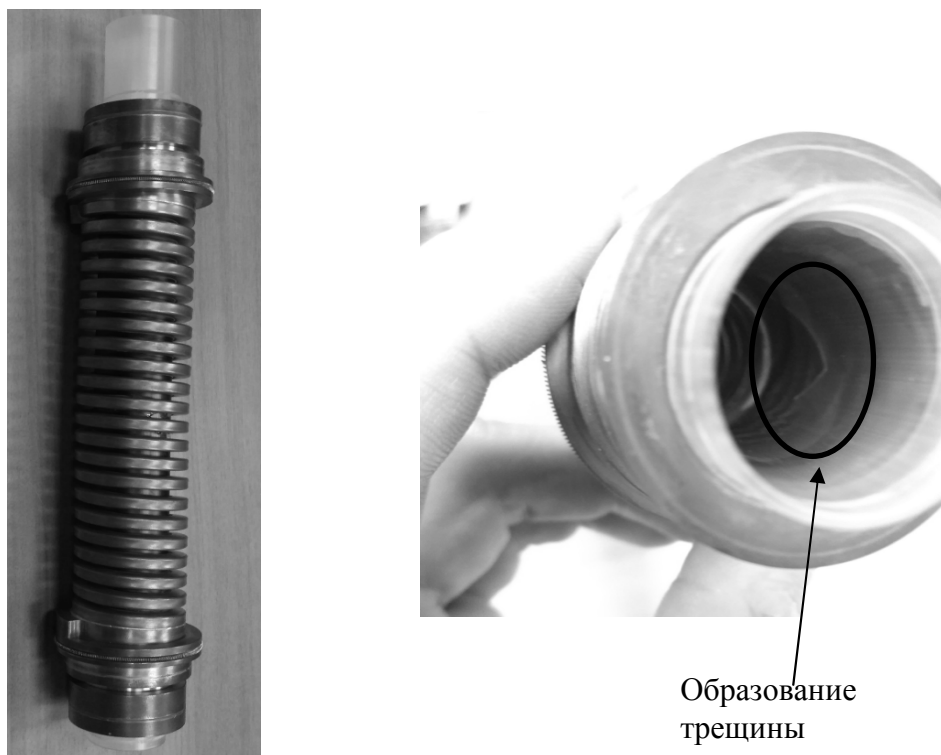


Рис. 1.1. Реактор установки плазмохимического травления, изготовленный с использованием сапфировой трубы.

Прочностным характеристикам сапфировых труб посвящен ряд исследований. В работе [16] установлено, что в сапфировых трубках с внутренними напряжениями от 50 до 250 МПа и разориентацией блоков до 25° механическая прочность повышается с уменьшением числа блоков и достигает максимума для безблочных труб. В [17] показано, что соединения углерода, кислорода и азота в расплаве приводят к повышенной блочности выращиваемых труб и одним из способов борьбы с блочной структурой в кристаллах является исключение этих элементов из газовой среды ростовой камеры. В [18] обнаружено, что высокотемпературный отжиг сапфировой трубки значительно снижает уровень напряжений в кристалле. Влияние экранировки зоны кристаллизации на развитие блочной структуры при выращивании сапфировой трубки показано в работе [19]. Однако все имеющиеся исследования проведены для сапфировых трубок с малым внешним диаметром, до 10 мм, при этом практический интерес, например для устройств УФ очистки воды, представляют трубы большего диаметра, до 50 мм, выращивание которых сопряжено со значительными трудностями по сравнению с кристаллами малого диаметра. Развитая блочная структура, возникающая в результате действия термических напряжений, и большие углы разориентации между блоками снижают прочность труб до такой степени, что достаточно часто их разрушение (появление трещин) происходит непосредственно в ходе процесса роста, что, в свою очередь, снижает процент выхода годной продукции и приводит к увеличению себестоимости изделий.

Аналогичная проблема характерна и для кристаллов сапфира сложной формы, выращиваемых из расплава методом динамического формообразования. В исследовании [20] авторы указывают, что трещины возникают над формообразователем, где имеет место локальное искривление температурного поля и связанный с этим повышенный уровень напряжений, и для недопущения их образования необходимо, чтобы скорость пластической деформации была выше скорости нарастания упругих

напряжений по мере увеличения размера кристалла. В работ [21] установлено, что блочная структура интенсивно формируется в кристалле, выращиваемого в форме полусферы, начиная с диаметра сечения 50-60 мм, при этом увеличение скорости вращения кристалла позволяет уменьшить углы разориентации между блоками и предотвратить образование трещин в кристаллах вплоть до диаметра 120 мм. Вместе с этим, к настоящему времени влияние остальных факторов, определяемых в основном конструкцией теплового узла, остается не изученным.

Численное моделирование влияния конструктивных особенностей теплового узла на распределение температуры и величину термических напряжений в кристалле является эффективным инструментом исследования при условии рассмотрения основных взаимосвязанных физических явлений, сопровождающих процесс выращивания.

1.2 Математическое моделирование тепломассопереноса при выращивании кристаллов методом Степанова

Наличие дефектов в кристаллах зависит от многих факторов. Например, образование дислокаций и блочной структуры во многом определяется пластической деформацией, образующейся под воздействием температурных напряжений, которые, в свою очередь, возникают из-за нелинейностью температурного поля в выращиваемом кристалле. С одной стороны, для процесса кристаллизации необходимо отведение тепла от межфазной границы и, соответственно, в кристалле образуется температурный градиент. Но с другой стороны, при значительном температурном градиенте увеличиваются и термические напряжения и возрастают остаточные напряжения в кристалле. Развитие технологии выращивания нового вида кристалла тесно связано с экспериментальными исследованиями оптимального температурного градиента в растущем кристалле и связанное с ним распределение температуры в расплаве, на элементах теплового узла и радиационных экранах. Технологический дизайн

теплового узла, состоящего из нагревательного элемента, тигля с расплавом, радиационные и теплоизоляционные экраны создаются и совершенствуются в течение многих лет и требует модификации для повышения производительности процесса за счет увеличения массы и размеров выращиваемого кристалла. С целью минимизации затрат на отработку технологических особенностей новых тепловых узлов было проведено множество работ по математическому моделированию тепломассопереноса в системе кристалл-расплав, температурных полей, полей термоупругих напряжений в кристалле.

С увеличением быстродействия вычислительных машин значительно возрастает сложность и размерность математических моделей. Для решения задач тепломассопереноса применялся метод конечных разностей, что позволило перейти к двумерным математическим моделям и более детально изучить влияние различных явлений на теплоперенос в кристалле. Стало возможным определение формы межфазной границы в системе расплав-кристалл с учетом теплопереноса излучением внутри прозрачного кристалла [22]. Было показано его влияние на форму фронта кристаллизации. Сотрудниками Физико-технического института им. А.Ф. Иффе был проведен большой цикл работ по расчетам тепловых полей [23-31] и термонапряжений в профилированных кристаллах, в том числе с учетом их анизотропии [32 - 34]. Полученные результаты позволили целенаправленно подходить к развитию технологии. В восьмидесятых годах 20-го века широкое распространение получили вариационные методы решения дифференциальных уравнений, что отразилось на численных моделях роста кристаллов. Метод конечных элементов Галеркина (МКЭ), который позволил проводить численное моделирование для расчетных областей сложных форм и снизить нелинейность систем алгебраических уравнений, стал базовым методом численного моделирования. Значительный вклад в развитие алгоритмов для численного решения задач тепломассопереноса процесса кристаллизации с помощью МКЭ был сделан в Массачусетском

Технологическом Институте. Для кристаллов, получаемых из расплава способом Степанова (или EFG), с использованием МКЭ были проведены расчеты формы фронта кристаллизации, распределения примесей в кристаллах и допустимый диапазон вариации технологических параметров. В работах [38, 39] был проведен расчет распределения температуры вблизи межфазной границы и анализ влияния скорости вытягивания кристалла и температуры формообразователя на толщину пластины. Дано сопоставление экспериментальных и расчетных данных. При дальнейшем развитии МКЭ математическая модель процесса была дополнена уравнениями Навье-Стокса, которые описывают течение расплава [40]. В работе [41] был рассмотрен радиационный теплообмен между диффузно-серыми поверхностями кристалла, расплава и тигля, что значительно приблизило моделируемые условия теплообмена к реальным. Математическая модель стала в необходимой степени законченной, что позволило говорить о практической ценности результатов моделирования. К началу 90-х годов численное моделирование процессов роста кристаллов для двумерных расчетных областей умеренно сложной геометрии становится типовым инструментом исследования. В середине 90-х годов численное моделирование роста кристаллов для двумерных расчетных областей было освоено в Физико-техническом институте имени А. Ф. Иоффе РАН [42-51]. Для полупрозрачных кристаллов, к которым авторы относили и профилированный сапфир, была разработана математическая модель и численные методы решения задач теплопереноса за счет излучения внутри кристалла [42, 43]. В работе [44] проведено моделирование процессов теплообмена с учетом тепловыделения на нагревателе при радиационном переносе тепла в кристаллах сапфира в форме трубок. В [45-48] с помощью МКЭ проведен расчет температурных напряжений в сапфировой ленте различной ориентации при заданных распределениях температуры. Остаточные напряжения в сапфировой ленте, вычисленные для экспериментально измеренных значений смещения оптических осей,

представлены в [49]. Моделирование влияния радиационного переизлучения на форму фронта кристаллизации для сапфировой ленты проведено в работе [50].

Моделирование процесса выращивания профилированных кристаллов проводилось так же и в Институте физики твердого тела РАН. В работе [51], рассмотрена двухмерная задача с учетом ламинарного движения расплава в канале формообразователя и мениске и условием Стефана на фронте кристаллизации. Поле температуры в кристалле и жидкой фазе, форма и положение фронта кристаллизации, поля скоростей течения расплава были получены из совместного решения уравнений Навье-Стокса, капиллярного уравнения Лапласа и дифференциального уравнения теплопроводности в жидкой и твердой фазах. В работе [52] в двухмерном приближении предложена модель распределения примеси в мениске расплава при росте сапфировой ленты методом Степанова. Выполнено моделирование распределения примесей вблизи границы раздела фаз на основании решения стационарного уравнения Навье-Стокса, которое используется для описания течения жидкости. По результатам проведенных расчетов даны рекомендации по оптимизации технологического режима при выращивании профилированного сапфира и выбору конструкции формообразующего устройства. Результаты математического моделирования согласуются с известными экспериментальными данными по образованию слоев скоплений газовых включений в приповерхностной области в сапфировых лентах и трубах. Подобный с расчет с учетом конвекции Марангони в расплаве мениска выполнен в [53]. Но в существующих работах авторы рассматривают задачу в некой локальной области и зачастую прибегают к искусственно создаваемым граничным условиям и допущениям, искажающих решение. Например, задаются граничные условия по температуре в расчетной области, которые довольно сложно экспериментально измерить.

В настоящее время все чаще применяются трехмерные математические модели, позволяющие осуществлять наиболее адекватное моделирование различных методов кристаллизации из расплава и непосредственную визуализацию результатов вычислений [54-56]. Но и здесь не рассматривается решение задач в глобальной области, которой является вся рабочая камера ростовой установки.

На сегодняшний день для способа Степанова математическое моделирование тепло и массопереноса выполнено в основном в двухмерном приближении и только для случая получения единичного кристалла. Групповой рост фактически не рассматривался. Можно указать, например, на работу [57]. Здесь предложена одномерная математическая модель для вычисления температуры и оценки температурных напряжений в лентах, получаемых групповым методом. К сожалению, чрезвычайное упрощение рассматриваемой модели (ее одномерность) не позволяет использовать полученные результаты для целенаправленной оптимизации технологии и теплового узла ростовой машины. Для практики же особый интерес представляет моделирование группового выращивания, в частности, пакета сапфировых пластин. В настоящий момент групповой процесс роста профилированных лент является основой производства. Кристаллы-заготовки прямоугольного размера, полученные из лент выращенных в группе из до 14 пластин составляют 70 - 80 % всего объема продукции. Габариты кристалл-заготовок определяются номенклатурным рядом и возможностями технологии, обычно толщина кристалла составляет от 1,5 до 6 мм, ширина от 30 до 110 мм, длина от 30 до 400 мм. Наличие формообразующего устройства и присутствие нескольких кристаллов в зоне кристаллизации, их радиационное взаимодействие между собой, эффект экранирования внутренних кристаллов пакета внешними, различная удаленность кристаллов от активного нагревателя - все это вызывает значительные трудности подбора конструкции формообразующего устройства, экранов зоны кристаллизации, их размещения относительно

нагревателя и друг друга. В Лаборатории управляемого роста кристаллов ИФТТ РАН были разработаны математическая модель процесса для расчета с помощью МКЭ тепломассопереноса в кристаллах, выращиваемых в группе, что дало возможность приступить к дальнейшим исследованиям по оптимизации процесса [58].

Таким образом, на сегодняшний день развитие и оптимизацию промышленных процессов выращивания кристаллов невозможно представить без их глобальных целостных численных моделей. Совместный анализ математической модели и реальных процессов позволяют совершенствовать технологический процесс, а виртуальная модель становится банком технологических знаний. К настоящему времени такая целостная численная модель для метода Степанова отсутствует.

1.3 Выращивание из расплава кристаллов сапфира в виде полых фигур вращения методом локального формообразования

Метод локального формообразования позволяет получать полые кристаллы в виде труб, конусов или полусферической формы. В этом методе, в отличие от традиционного способа Степанова, формообразователь создает только локальный мениск расплава, но целостная форма изделия формируется при вращении кристалла (рис.1.2). Впервые этот способ описывается в работе [59], где проводится выращивание трубок фтористого лития. Авторы называли его «методом выращивания из элемента формы». Сапфировые трубы методом локального формообразования были впервые выращены в Институте физики твердого тела АН СССР [60 - 62].

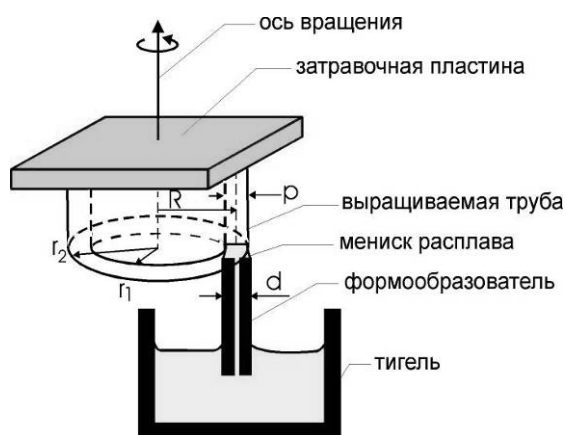


Рис. 1.2. Схема метода локального формообразования (выращивание из элемента формы)

Авторами этих работ был изучен процесс выращивания сапфировых трубок, исследована структура полученных кристаллов и описывается модель процесса роста. Для описания метода впервые был использован термин «локальное формообразование» и было предложено развить этот метод для получения кристаллов сапфира с непрерывно изменяемой формой боковой поверхности полого или сплошного тела вращения по заданному алгоритму. Это достигалось за счет горизонтального перемещения локального формообразователя относительно оси вращения кристалла либо вращаемого кристалла относительно формообразователя (рис. 1.3). Технология получила название метода локального динамического формообразования. В работе получены кристаллы сапфира сложной формы: полые конуса, замкнутые полые тела вращения и полусферы [63].

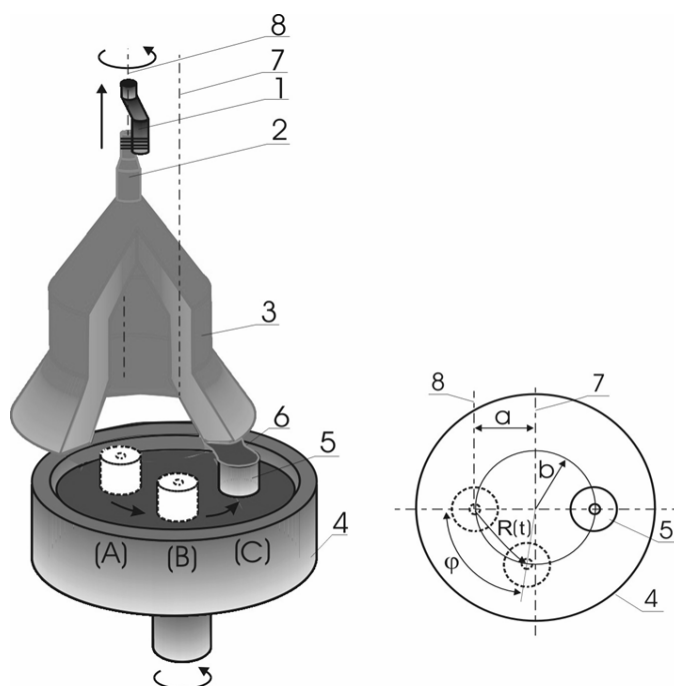


Рис. 1.3. Схема метода локального динамического формообразования (вариант с горизонтальным перемещением формообразователя с помощью поворота тигля)

Но кристаллы, полученные как в этих работах, так и в исследованиях [64-67] не нашли практического применения в основном из-за малых габаритов - максимальный диаметр основания кристалла составлял не более 50 мм.

Для современных устройств, оснащенных видеосистемами наблюдения и обнаружения объектов, в которых сапфир может быть использован в качестве защитного полусферического стекла оптического элемента, требуются сапфировые заготовки габаритом не менее 100 мм. Наиболее распространенная технологическая цепочка получения крупногабаритных сапфировых изделий сложной формы, применяемая сегодня и за рубежом и в России, состоит из следующих операций [68-70]: выращивание объемного слитка монокристаллического сапфира способом Киропулоса (продолжительность ростового цикла 15-20 суток), вырезание заготовки требуемой формы и размера, шлифовку и финишную полировку. Особенно

трудоемкой операцией из-за высокой твердости монокристаллического сапфира является вырезание заготовки будущего изделия.

Для уменьшения трудоемкости ряд зарубежных компаний проводили исследования, направленные на создание технологий, позволяющих получать монокристаллический сапфир требуемой формы и габарита непосредственно из расплава. Компания Crystal Systems (США) разработала технологию на основе НЕМ (Heat Exchanger Method) метода, в которой используются молибденовые изложницы близкие по форме к готовому сапфировому изделию в виде полусферы (рис.1.4) [71].



Рис. 1.4. Молибденовые изложницы и заготовки сапфировых обтекателей, полученные компанией Crystal Systems с помощью модифицированного НЕМ метода

Rotem Industries (Израиль) для получения сапфировых заготовок полусферической формы применяет аналогичную схему, а именно, направленную кристаллизацию расплава (снизу - вверх), находящегося между молибденовыми полусферами (рис. 1.5), [72, 73].

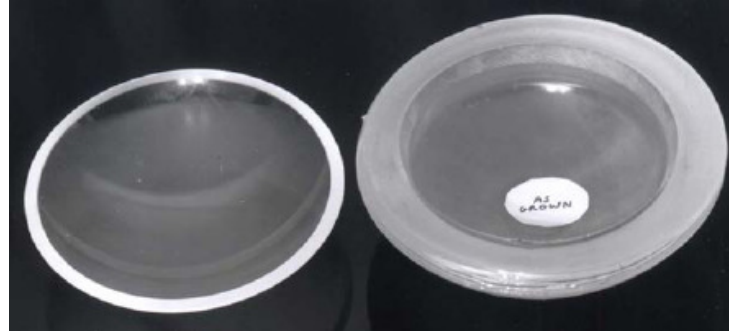
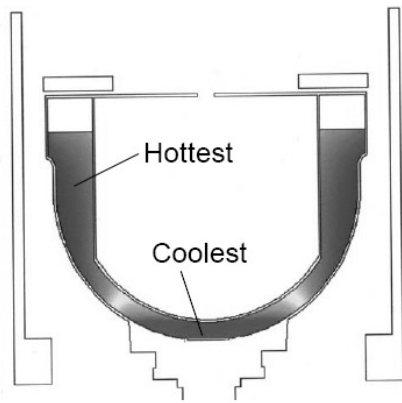


Рис. 1.5. Схема процесса получения заготовок обтекателей, разработанная компанией Rotem Industries, полированный обтекатель и «as-grown» кристалл

Эти технологии уменьшают затраты на вырезание заготовки, но практически не уменьшают время необходимое для выращивания заготовок по сравнению НЕМ технологией и методом Киропулоса.

Компания Saphikon (США) (Saint-Gobain) разработала прототип технологии получения окон сложной формы модифицированным методом Степанова (EFG). Кристалл в форме сегмента сферической поверхности выращивали с использованием формообразователя, рабочая поверхность которого представляла собой дугу окружности. Перемещающийся также по дуге, но лежащей в плоскости перпендикулярной рабочей поверхности формообразователя, затравочный кристалл формировал второй радиус кривизны поверхности. Были получены заготовки полусферической формы с максимальным размером основания 80 мм [74, 75], (рис. 1.6). Недостаток этой технологии состоит в том, что она позволяет выращивать сегменты сферической поверхности незначительной кривизны. С увеличением диаметра основания кристалла увеличивается отклонение его геометрии от сферической поверхности.

В работе [76] была продемонстрирована возможность использования метода, названного авторами «способом некапиллярного формообразования», для выращивания из расплава сапфировых полусфер. Но габарит изделия остается не большим.

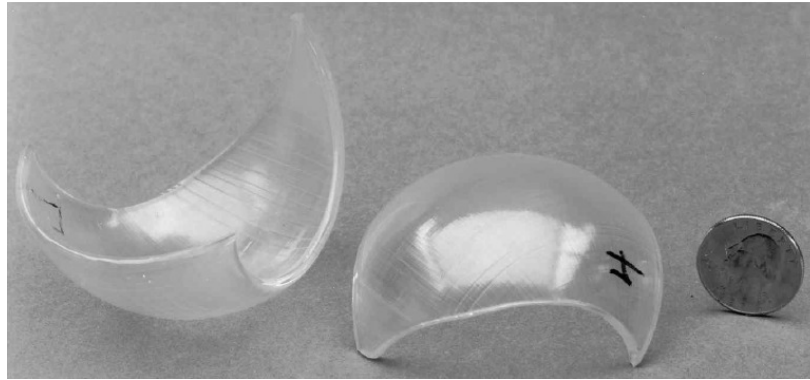


Рис. 1.6. Заготовки сапфировых обтекателей, полученные компанией Saphikon модифицированным методом Степанова (EFG)

Метод локального формообразования является перспективным способом получения сапфировых окон полусферической формы. По сравнению с технологиями, развиваемыми за рубежом, он обладает следующими преимуществами:

- цикл выращивания сапфировой заготовки в 5-10 раз меньше, чем в случае применения НЕМ метода или метода Киропулоса;
- позволяет получить монокристаллическую заготовку максимально близкую к габаритам конечного изделия;
- по сравнению с технологией компании Saphikon позволяет получать не только сегменты полусфер, а также сапфировые изделия в форме конусов и параболоидов.

Основными технологическими факторами, ограничивающими возможность кристаллизации крупногабаритных тел вращения из расплава способом локального динамического формообразования, являются:

- механическая неустойчивость мениска малого объема, расположенного между малой рабочей поверхности формообразователя и кристаллизуемым слоем, движущимся в результате вращения кристалла. Увеличение диаметра кристалла сопровождается ростом линейной скорости кристаллизуемого слоя, что приводит к потере устойчивости мениска расплава и вариации толщины стенки изделия;

– чрезвычайно малая скорость кристаллизации, являющаяся следствием недостаточного потока расплава через капиллярный канал «локального» формообразователя. Поэтому необходимо значительно снизить скорость вытягивания кристалла (до 1-2 мм/час) с увеличением его диаметра, что увеличивает время процесса роста, энергозатратность технологии и вероятность коллапса мениска расплава.

Таким образом, с целью оптимизации технологических процессов выращивания крупногабаритных профилированных кристаллов сапфира необходимо провести исследование влияния основных технологических параметров процесса выращивания на распределение температуры и термических напряжений в кристалле. Для этого следует решить следующие основные задачи:

1. На основании решения задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости провести моделирование процесса выращивания сапфировой трубы и полусферы.

2. Провести исследование температурных полей в тепловом узле и кристалле в зависимости от различных вариантов радиационных экранировок, геометрии формообразующей поверхности и давления защитного газа в ростовой камере установки.

4. Исследовать влияние основных технологических параметров на распределение температуры и термических напряжений в кристалле с изменяемой формой боковой поверхности, выращиваемого способом локального динамического формообразования.

5. Исследовать механическую устойчивость мениска расплава при выращивании крупногабаритных изделий сложной формы, определить способы управления размером мениска с целью увеличения потока расплава к межфазной границе.

6. Исследовать температурную устойчивость мениска расплава при выращивании длинномерных сапфировых труб с малым внутренним

диаметром из расплава способом Степанова. Определить условия их устойчивого роста.

2. ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ И ТЕРМИЧЕСКИХ НАПРЯЖЕНИЙ В САПФИРОВОЙ ТРУБЕ И ПОЛУСФЕРЕ, ВЫРАЩИВАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБАМИ СТЕПАНОВА И ЛОКАЛЬНОГО ДИНАМИЧЕСКОГО ФОРМООБРАЗОВАНИЯ

Практика показывает, что удачное сочетание различных конструкций радиационных экранов зоны кристаллизации, выбор геометрии рабочей поверхности формообразователя и изменение давления защитного газа в камере являются наиболее удобными и наименее затратными, с практической точки зрения, способами управления температурным полем в тепловом узле и кристалле и позволяет добиться выращивания кристаллов приемлемого качества. Однако без досконального понимания их влияния на распределение температуры и напряжений в кристалле, технолог часто вынужден ходить по порочному кругу проб и ошибок. Численное моделирование, осуществляемое для действительной геометрии теплового узла с учетом свойств его материалов, позволяющее не прибегать к «искусственным» граничным условиям, обеспечивает сопоставление результатов моделирования с практически наблюдаемыми параметрами процесса. Моделирование влияния конструктивных особенностей теплового узла на распределение температуры и величину термических напряжений в кристалле является эффективным инструментом исследования при условии рассмотрения основных взаимосвязанных физических явлений, сопровождающих процесс выращивания. В настоящей работе мы рассматривали задачи индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле,

жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости. Указанные задачи решались численно методом конечных элементов, используя программный пакет для мультифизического моделирования COMSOL Multiphysics.

2.1 Постановка задачи, граничные условия и алгоритм численного решения

Исходной задачей является определение напряженности электромагнитного поля, создаваемого индуктором, омических потерь и тепловыделения элементов теплового узла. На втором этапе совместно решаются задачи теплопереноса, гидродинамики в расплаве и газовой динамики в рабочей камере ростовой установки, находится распределение температуры, поля скоростей в жидкой и газовой фазе, положение и форма межфазной границы. На третьем заключительном этапе рассчитывается поле температурных напряжений в кристалле.

Выраженная осевая симметрия цилиндрической камеры установки, индуктора и основных элементов теплового позволяет использовать двумерную осесимметричную модель. На рис. 1 представлен тепловой узел индукционного нагрева для профилированных кристаллов сапфира, его геометрическая модель и разбиение расчетной области на сетку конечных элементов.

Тепловой узел, установленный в водоохлаждаемой камере (1), коаксиально проходит через индуктор (2) и включает в себя графитовый цилиндрический нагреватель (концентратор индукционных токов) (3), теплоизоляцию (4), формообразующее устройство (5), тепловые пластинчатые экраны (6), тигель (7), установленный на опору (11), соединенную с водоохлаждаемым штоком (10), расплав (8), выращиваемый кристалл (9), юстировочную платформу (12). Процесс выращивания происходит в атмосфере аргона.

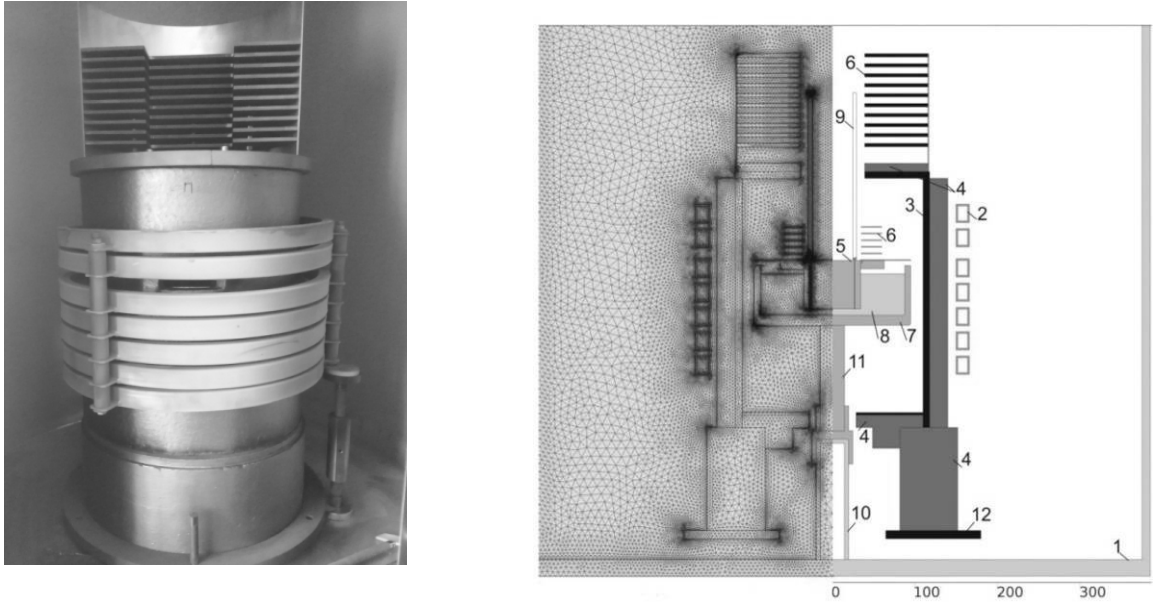


Рис. 2.1. Тепловой узел индукционного нагрева (а) и разбиение расчетной области на сетку конечных элементов (б). 1- водоохлаждаема камера, 2- индуктор, 3- концентратор индукционных токов, 4 – теплоизоляция, 5 – формообразующее устройство, 6 – тепловые экраны, 7 – тигель, 8 – расплав сапфира, 9 – выращиваемый кристалл, 10 – нижний шток ростовой камеры, 11 – опора тигля, 12 – юстировочная платформа теплового узла.

Расчет электромагнитного поля, создаваемого индуктором, проводили в квазистационарном приближении, используя азимутальную составляющую вектора магнитного потенциала и пренебрегая величиной тока смещения. В цилиндрической системе координат уравнение, описывающее электромагнитное поле, создаваемое витком индуктора, имеет вид:

$$\frac{1}{\mu_0 \mu_r} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial A_\varphi}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 A_\varphi}{\partial z^2} \right) - i\omega \sigma A_\varphi = \frac{\sigma_{coil} U_{coil}}{2\pi R_{coil}}, \quad (1)$$

где A_φ – комплексное значение амплитуды азимутальной составляющей вектора магнитного потенциала, σ_{coil} – удельная электрическая проводимость материала индуктора, U_{coil} – амплитуда напряжения на витке индуктора, R_{coil} – радиус индуктора, μ_0 – магнитная проницаемость вакуума, μ_r – относительная магнитная проницаемость, $\omega = 2\pi f$ – угловая частота (f –

частота источника индукционного нагрева), r и z – пространственные координаты.

В качестве граничного условия задаем нулевое значение величины азимутальной составляющей вектора магнитного потенциала на границе расчетной области, которой является внешняя стенка ростовой камеры установки. Также полагаем, что магнитный поток обладает круговой симметрией относительно центральной оси и выполняется условие непрерывности магнитного потока на внутренних границах элементов теплового узла.

Плотность наведенных токов J_{ind} в элементах теплового узла и соответствующее им тепловыделение Q_{ind} определяется согласно уравнениям (2) и (3):

$$J_{ind} = -i\omega\sigma A_{\varphi}^{tot}, \quad (2)$$

$$Q_{ind} = \frac{1}{2\sigma} \text{Re}(J_{ind})^2, \quad (3)$$

где A_{φ}^{tot} – суммарная азимутальная составляющая вектора магнитного потенциала всех витков индуктора, σ – удельное сопротивление материала элемента теплового узла.

Начальное распределение температуры T в элементах теплового узла описывается уравнением теплопроводности:

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = k \nabla^2 T + Q_{ind}, \quad (4)$$

где ρ , C_p и k – соответственно плотность, теплоемкость и коэффициент теплопроводности материала элемента теплового узла.

Задача радиационного теплообмена решалась для всех поверхностей, входящих в расчетную область (рис. 2.2). Формулировка этой задачи хорошо известна и представлена в [77, 78].

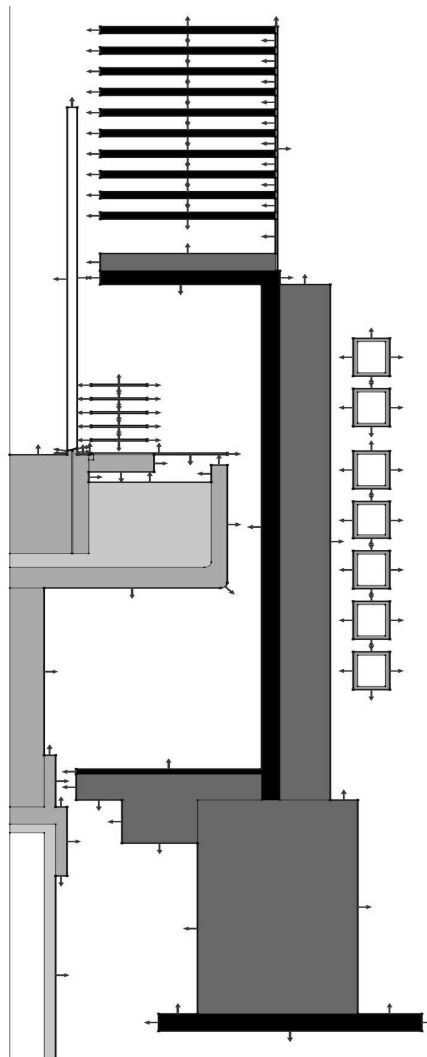


Рис. 2.2. Поверхности элементов теплового узла, участвующие в радиационном теплообмене.

В виду того, что сапфир является полупрозрачным кристаллом, необходимо учитывать радиационный механизм теплопередачи. При температуре близкой к температуре плавления сапфира длина волны излучения максимальной интенсивности составляет 1,3 мкм, и согласно [79] коэффициент поглощения сапфира на этой длине волны в указанном температурном диапазоне составляет $\delta = 0,21 \text{ см}^{-1}$. При длине кристалла $L = 20 \text{ см}$ среду можно считать оптически толстой ($\delta L = 4,2$) и рассматривать радиационную компоненту теплопередачи в кристалле в приближении Росселанда [80]. В этом случае общий коэффициент теплопроводности

можно полагать суммой коэффициентов молекулярной (фононной) k_{cr} и радиационной k_R теплопроводностей:

$$\rho_{cr} C_{p_{cr}} \frac{\partial T_{cr}}{\partial t} = \nabla \cdot ((k_{cr} + k_R) \nabla T_{cr}),$$

$$k_R = \frac{16n^2 \sigma T_{cr}^3}{3(\delta + \theta)}, \quad (5)$$

здесь T_{cr} – распределение температуры в кристалле, ρ_{cr} – плотность кристалла, $C_{p_{cr}}$ – теплоемкость кристалла, θ – коэффициент рассеяния, n – коэффициент преломления.

Распределение температуры в расплаве описывается типичным уравнением теплопроводности для жидкой непрозрачной среды:

$$\rho_m C_{p_m} \frac{\partial T_m}{\partial t} + \rho_m C_{p_m} u_m \nabla T_m = \nabla \cdot (k_m \nabla T_m), \quad (6)$$

где ρ_m – плотность расплава, C_{p_m} – теплоемкость расплава, k_m – коэффициент теплопроводности расплава, u_m – скорость течения расплава.

На фронте кристаллизации $z = H(r)$ выполняются условия межфазного энергетического баланса и условие непрерывности температуры, равной температуре плавления T_f , при переходе через фронт кристаллизации:

$$(k_{cr} + k_r)(n, \nabla T_{cr}) - k_m(n, \nabla T_m) = \rho_{cr} V_0 \lambda \left[1 + \left(\frac{\partial H}{\partial r} \right)^2 \right]^{-1/2}, \quad (7)$$

$$T_m(r, H(r)) = T_{cr}(r, H(r)) = T_f \quad (8)$$

Форма фронта кристаллизации находилась из решения классической задачи типа Стефана с использованием уравнений (5) – (8).

Поле скоростей течения расплава в тигле, капиллярном канале и жидком мениске удовлетворяют уравнению Навье-Стокса для несжимаемой жидкости:

$$\frac{\partial u_m}{\partial t} + \rho_m (u_m \cdot \nabla) u_m = \nabla \cdot \left[\left(-pI + \eta_m \left(\nabla u_m + (\nabla u_m)^T \right) \right) \right] + F, \quad (9)$$

$$\frac{\partial \rho_m}{\partial t} + \rho_m \nabla \cdot (u_m) = 0, \quad (10)$$

$$F = -g \rho_m. \quad (11)$$

Для всех границ контакта расплава с тиглем и формообразователем должно быть выполнено условие прилипания расплава:

$$u_m = 0. \quad (12)$$

На границе, отвечающей фронту кристаллизации $z = H(r)$, должны быть выполнены условия:

$$u_{mn} = \frac{\rho_{cr}}{\rho_m} V_0 \left[1 + \left(\frac{\partial H}{\partial r} \right)^2 \right]^{1/2}, \quad u_{m\tau} = 0. \quad (13)$$

Эти условия означают, что проекция нормальной компоненты u_{mn} скорости течения расплава равна скорости вытягивания кристалла с поправкой на отношение плотностей кристалла и расплава, а течение вдоль межфазной границы отсутствует.

На свободной поверхности расплава выполняется граничное условие скольжения:

$$u_{mn} = 0. \quad (14).$$

Профильные кривые мениска аппроксимировали отрезками прямых линий, образующих с внешним и внутренним профилями трубы равные углы $90 - \beta$, где β - угол роста сапфира.

Скорость потока газа в ростовой камере установки описывается уравнением Навье-Стокса для сжимаемой среды:

$$\frac{\partial u_g}{\partial t} + \rho_g (u_g \cdot \nabla) u_g = \nabla \cdot \left[\left(-pI + \eta_g \left(\nabla u_g + (\nabla u_g)^T - \frac{2}{3} \eta_g (\nabla \cdot u_g) I \right) \right) \right] + F, \quad (15)$$

$$\frac{\partial \rho_g}{\partial t} + \rho_g \nabla \cdot (u_g) = 0, \quad (16)$$

$$F = -g \rho_g, \quad (17)$$

где u_g - скорость газовой среды, ρ_m - плотность газовой среды,

Для газовой фазы единым граничным условием является условие прилипания:

$$u_g = 0. \quad (18)$$

Напряжения будем находить из решения двумерной изотропной задачи термоупругости в условиях классической линейной теории. При условии отсутствия начальных напряжений в теле, определяющие уравнения и условие равновесия в области тела можно представить в следующем виде:

$$\sigma = C_{cr} (\varepsilon - \alpha (T - T_{ref})), \quad D^T \sigma + \rho_{cr} g = 0 \quad (19)$$

где $\varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon_r \\ \varepsilon_z \\ 2\varepsilon_{rz} \end{bmatrix}$, $\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_r \\ \sigma_z \\ \sigma_{rz} \end{bmatrix}$ – матричные вектора деформации и напряжений

соответственно, $D^T = \begin{bmatrix} \frac{\partial}{\partial r} & 0 & \frac{\partial}{\partial z} \\ 0 & \frac{\partial}{\partial z} & \frac{\partial}{\partial r} \end{bmatrix}$ – символическая матрица частных

производных, C_{cr} – симметричная матрица упругих модулей сапфира, α – коэффициент температурного расширения, T_{ref} – эталонная температура, g – ускорение свободного падения.

Граничные условия формулируются, исходя из требования отсутствия поверхностных сил:

$$F = 0, \quad \frac{\partial F}{\partial n} = 0. \quad (20)$$

Значения физических коэффициентов, таких как коэффициенты теплопроводности материалов теплового узла и кристалла, коэффициента поглощения сапфира задавались с учетом их температурной зависимости, рис. 2.3 Коэффициенты динамической вязкости, теплопроводности и теплоемкости расплава и газа принимались постоянными, соответствующими

основному температурному диапазону. Зависимость плотности расплава от температуры полагалась линейной [81], а газа вычислялась согласно уравнению Менделеева – Клайперона. Коэффициент температурного расширения сапфира полагали постоянным и равным $6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

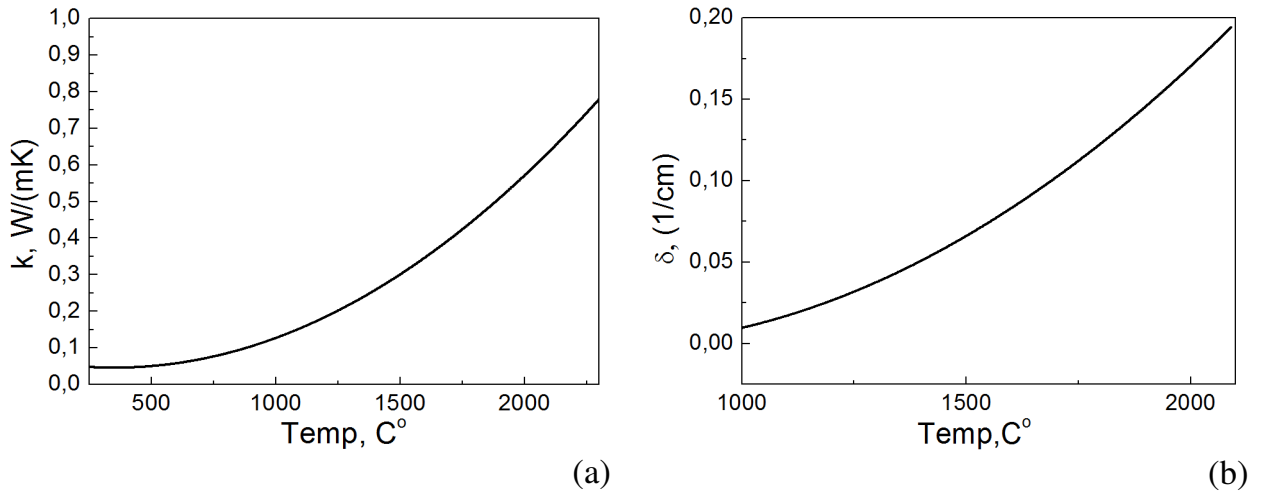


Рис. 2.3. Температурная зависимость коэффициента теплопроводности теплоизоляции (данные производителя) - (а), и коэффициента поглощения сапфира согласно [82] – (b)

2.2 Результаты исследования температурных полей и температурных напряжений

2.2.1 Температурные поля в тепловом узле и кристаллизационной камере

Численное моделирование проводили для типового процесса роста трубы внешним диаметром близким к 59 мм, длиной 200 мм и с толщиной стенки близкой к 4,5 мм. Температуры водоохлаждаемых стенок кристаллизационной камеры, нижнего штока и индуктора (поз. 1, 10, 2, рис. 2.1) задавали равной температуре входящей охлаждающей воды (20°C). Частота источника индукционного нагрева $f = 11 \text{ кГц}$ соответствовала ее реальной величине транзисторного генератора. Начальную форму фронта кристаллизации полагали полоской, а высоту мениска равной 0,3 мм.

В ходе первых вычислительных циклов, мощность источника индукционного нагрева W задавали так, чтобы изотерма $T_{isomelt} = T_f + 10^\circ\text{C}$ находилась в жидком мениске в диапазоне его высот от 0,26 мм до 0,28 мм. Далее, форму фронта кристаллизации вычисляли как усредняющую кривую между кривой изотермы $T_{isomelt}$ и изотермой наибольшего значения $T_{isocrys\ max}$, полностью находящейся в кристалле, перестраивали сетку конечных элементов и вновь запускали вычислительный цикл. Такой подход позволяет за 4-5 вычислительных цикла добиться разброса значений температуры по фронту кристаллизации не более $0,05^\circ\text{C}$.

Начальным результатом вычислений является поле напряженности магнитного поля и удельная мощность тепловыделения на элементах теплового узла, рис. 2.4. Отметим, что максимальная объемная мощность выделяется внутри нагревателя, однако также наблюдается достаточно высокое тепловыделение в стенках тигля и в крае радиационного экрана расплава.

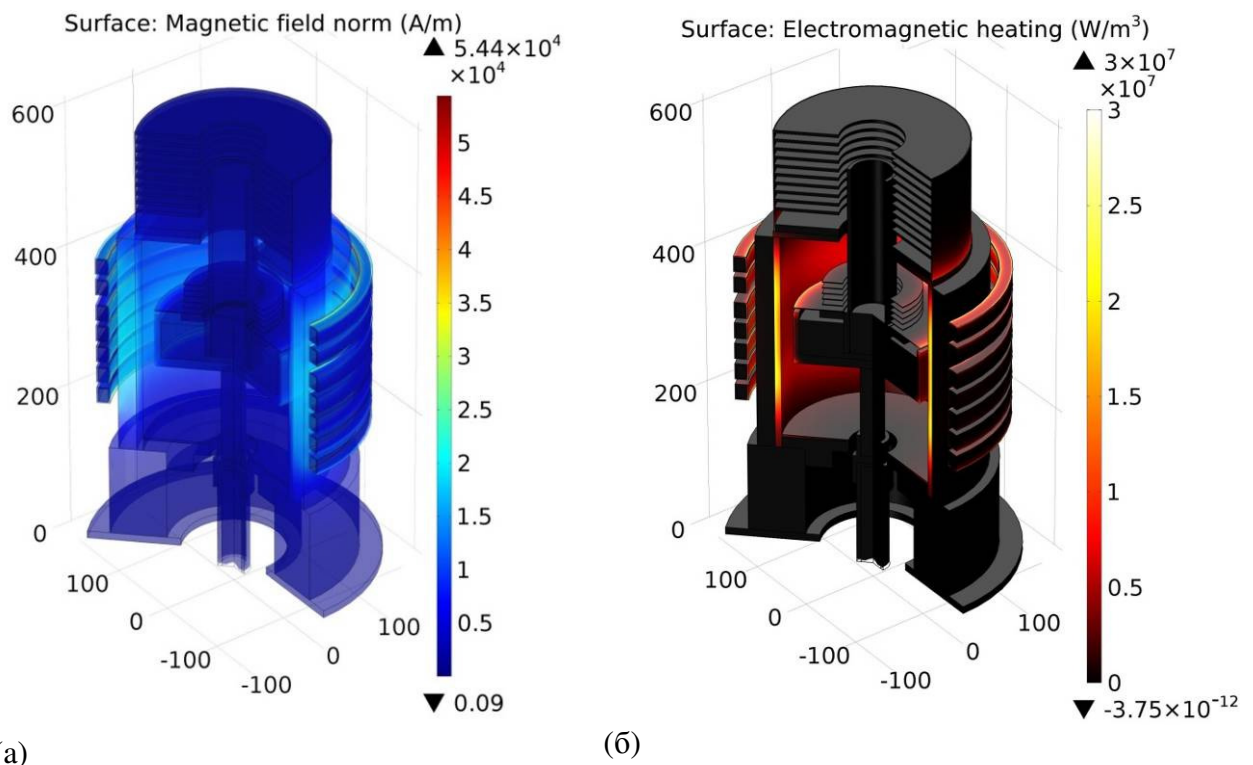


Рис. 2.4. Поле напряженности магнитного поля, (а) и удельная мощность тепловыделения, (б)

Распределение температуры в тепловом узле и кристаллизационной камере, распределение скоростей течения расплава и газовой фазы (аргона) показаны на рис. 2.5. Максимальная температура достигается на нагревателе в области дна тигля и составляет 2234°C . В газовой фазе, выше теплового узла около центральной оси камеры, наблюдается зона высоких температур (около 1000°C), обусловленная интенсивным конвективным течением газа из теплового узла вдоль внешних стенок выращиваемой трубы. Отметим, что максимальная скорость течения газа составляет $2,82\text{ м/с}$, и достигает этого показателя или близких к нему значений на входе в зону нагревателя, на выходе из нее, и вне теплового узла на расстоянии $350 - 400\text{ мм}$ от верхних радиационных экранов. Также наблюдается достаточно интенсивный ($1,2\text{ м/с}$) поток газа между нагревателем и стенками тигля, при этом поток газа в области зоны кристаллизации и выше достаточно мал ($0,1\text{ м/с}$).

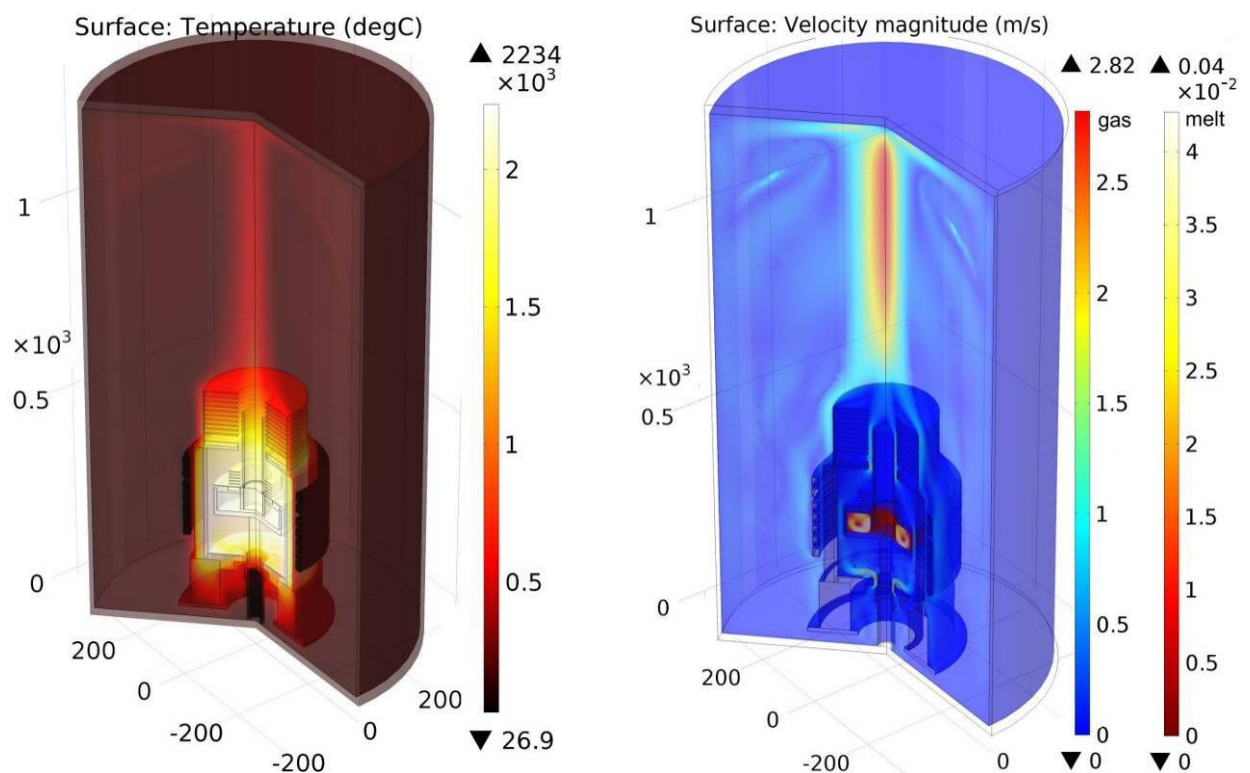


Рис. 2.5. Распределение температуры - (а) и скорости потока газа и расплава – (б)

2.2.2 Поля температур и термических напряжений в кристалле сапфира в форме трубы

На рисунке 2.6 представлены результаты расчета поля скоростей течения расплава в тигле с установленным в нем формообразующим устройством для выращивания кристалла в форме трубы. Следует отметить наличие ярко выраженного циркуляционного течения расплава, скорость которого достигает максимального значения $0,04 \text{ м/с}$ вблизи вертикальной поверхности формообразователя и направлено ко дну тигля.

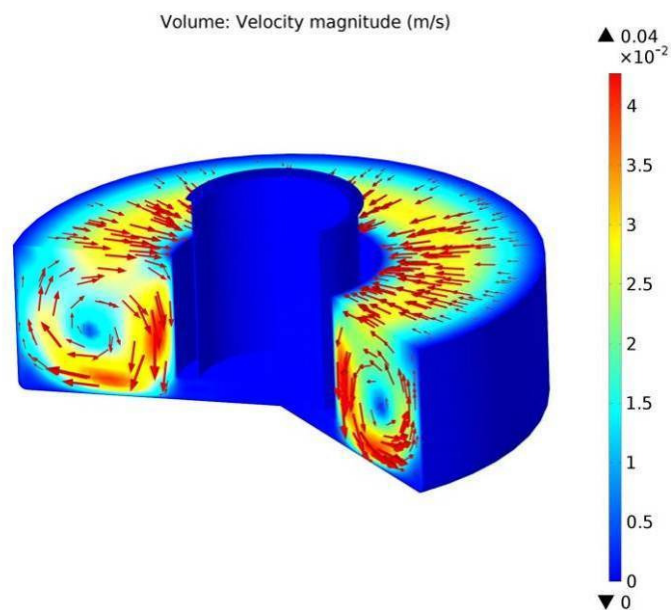


Рис.2.6. Скорости и направления потока расплава в тигле

Распределение температуры в мениске и форма фронта кристаллизации приведены на рис. 2.7. Отметим значительный вертикальный температурный градиент в жидкости равный $1300 \text{ }^{\circ}\text{C/см}$ и наличие небольшого изгиба фронта кристаллизации по направлению выхода капиллярного канала. Поле скоростей потока расплава в капиллярном канале и мениске соответствует результатам расчетов более ранних работ [83, 84].

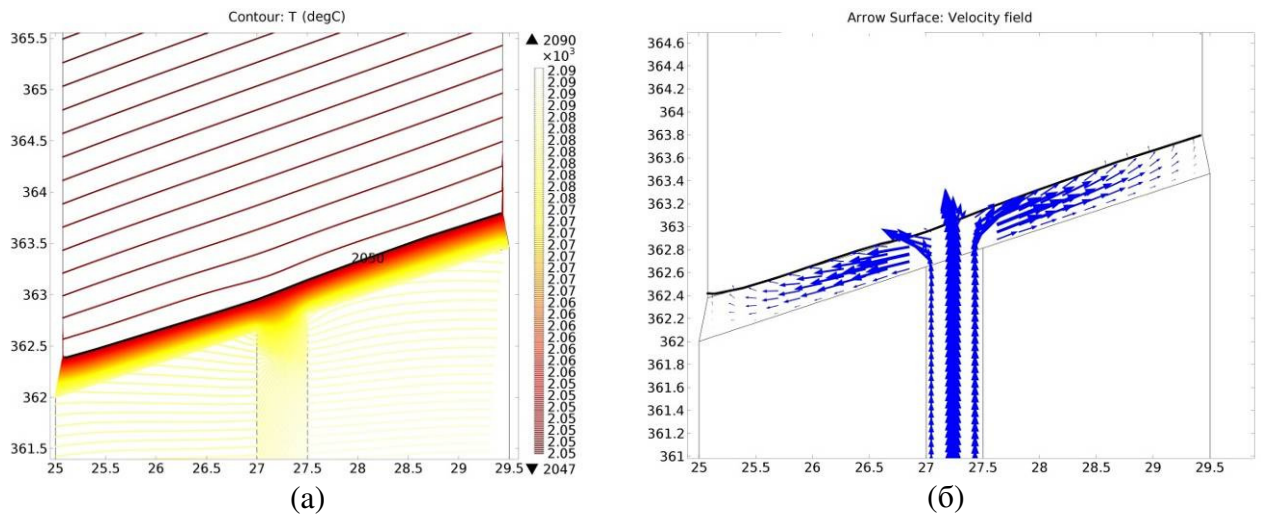
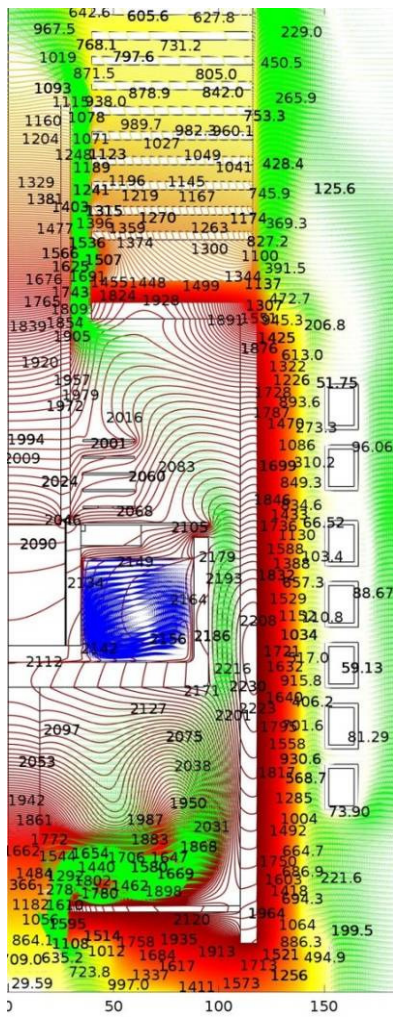
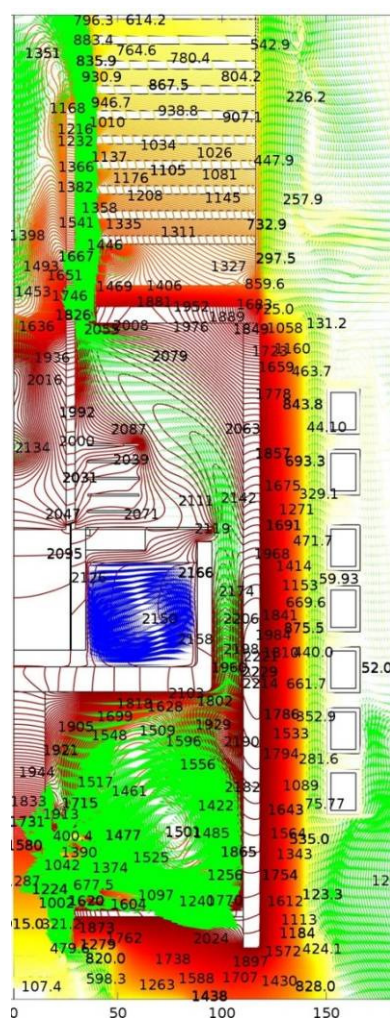


Рис. 2.7. Распределение температуры вблизи фронта кристаллизации, (а); поле скоростей потока расплава в капиллярном канале и мениске, (б)

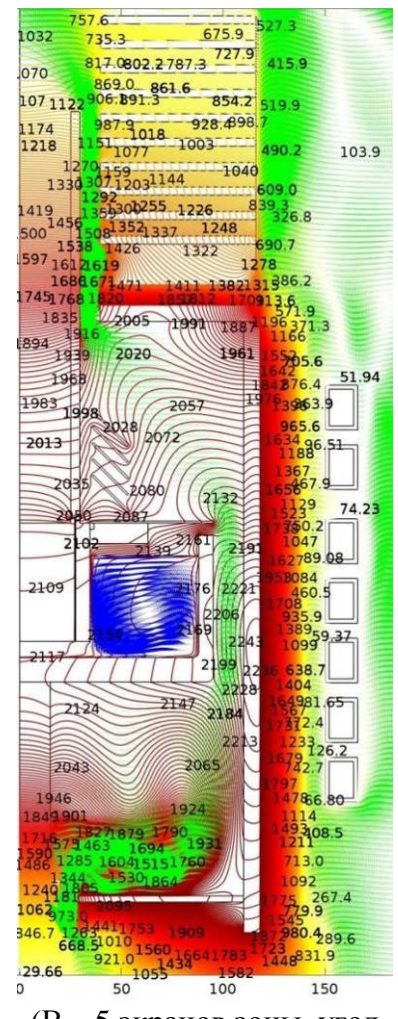
На рисунках 2.8 и 2.9 представлены результаты расчетов полей температуры в тепловом узле и кристалле и термоупругих напряжений в кристалле в зависимости от различных вариантов радиационных экранировок, геометрии формообразующей поверхности и от давления газа в ростовой камере установки при выращивании сапфировой трубы способом Степанова. Распределение температуры представлено в виде изотермических контуров, а поверхности векторов визуализируют течение расплава и газа. Термические напряжения в кристалле представлены в виде эквивалентных напряжений Мизеса, а форма кристалла приводится для наглядности увеличено деформированной. Распределение температуры для исходного варианта компоновки теплового узла (рис.2.8 (А)) характеризуется наличием влияния на него потока газа в нижней и верхней части теплового узла и радиационных экранов вблизи формообразующего устройства. Вертикальный градиент температуры в кристалле не линейен и достигает максимально значения в области выхода кристалла из нагревателя.



(А – 5 горизонтальных экранов): $W=27,03$ кВт;
 $P=30$ кПа

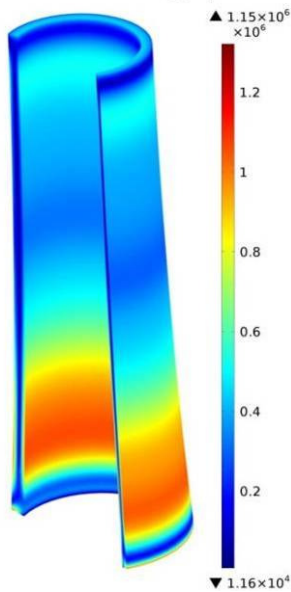


(Б – 5 горизонтальных экранов): $W=29,22$ кВт;
 $P=100$ кПа

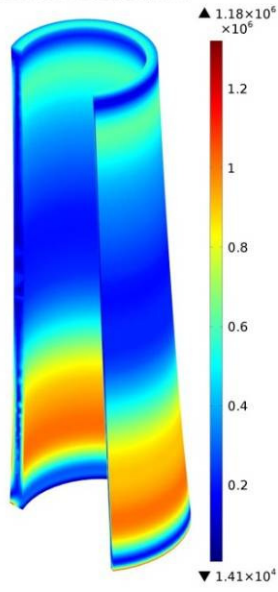


(В – 5 экранов зоны, угол поворота – 45 град):
 $W=27,63$ кВт; $P=30$ кПа

Surface: von Mises stress (N/m²)



Surface: von Mises stress (N/m²)



Surface: von Mises stress (N/m²)

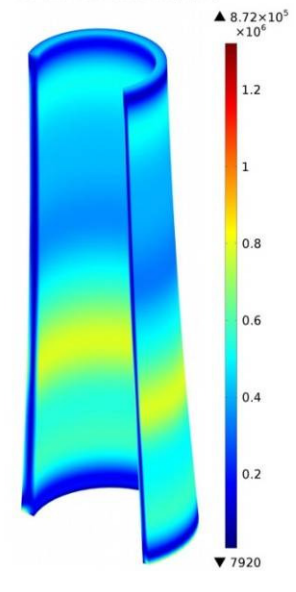
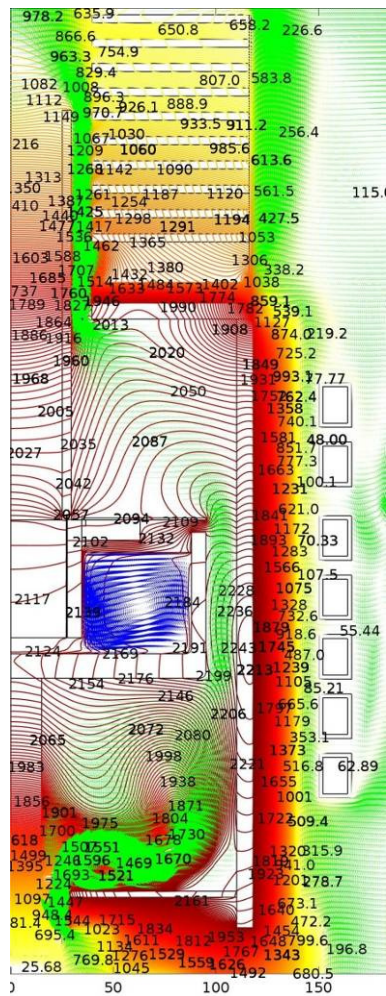


Рис. 2.8. Поля температур, скоростей течения расплава и газа, термических напряжений

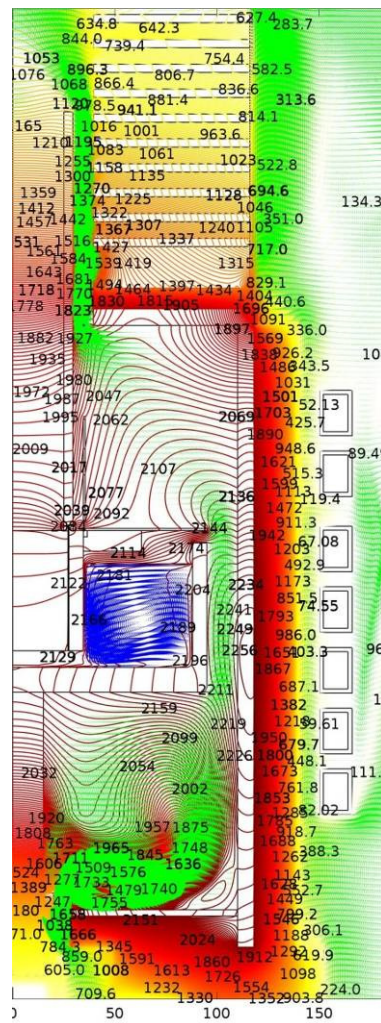
Напряжения Мизеса достигают максимальных значений на фронте кристаллизации ближе к внешнему краю трубы и в достаточно широкой зоне высотой 35-40 мм на внутренней и внешней поверхности трубы, находящейся на вертикальном удалении 10-12 мм от фронта кристаллизации. Вблизи верхнего торца кристалла наблюдается зона повышенных напряжений составляющих 40 - 50% от максимального значения.

Увеличение давления защитного газа в камере с 30 до 100 кПа (рис. 2.8, Б) не приводит к изменению максимальных значений термических напряжений, вместе с этим наблюдается значительный рост напряжений в верхней части трубы.

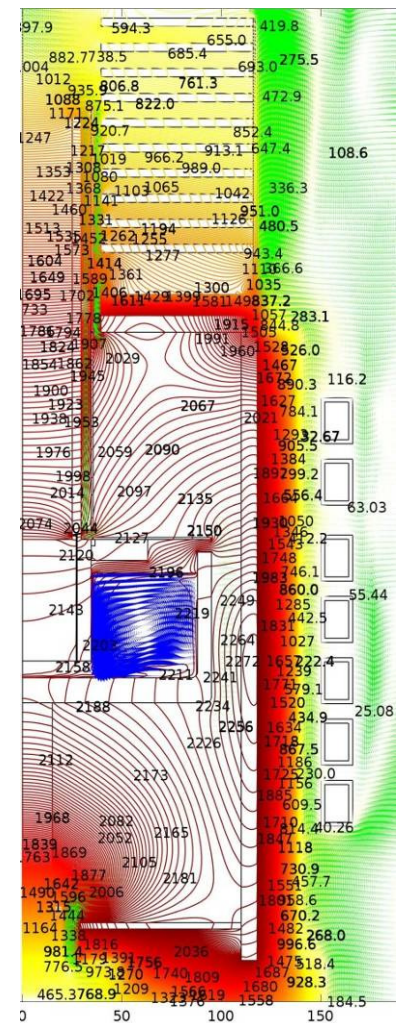
Далее нами было изучено влияние различных конфигураций радиационных экранов на поле температур и напряжений в кристалле при постоянном давлении 30 кПа в рабочей камере установки (варианты В, Г, Д, Е, рис. 2.8 – 2.9). Было установлено, что конструкция экранов варианта В (наклонные пластинчатые экраны) обеспечивают минимальный уровень напряжений Мизеса. Относительно исходного, применяемого на практике варианта, напряжения могут быть снижены на 25%, и на 40% относительно наихудшей конфигурации компоновки теплового, когда отсутствуют экраны зоны кристаллизации (вариант Г). Изменение геометрии рабочих кромок формообразователя (рис. 2.10) вызвало увеличение, относительно исходного варианта, пикового напряжения на фронте кристаллизации. Причиной этому, по-видимому, является дополнительно искривление температурного поля не плоской рабочей поверхностью формообразователя.



(Г – горизонтальные экраны отсутствуют): $W=26,83$ кВт; $P=30$ кПа



(Д – вертикальный экран 50 мм): $W=27,70$ кВт; $P=30$ кПа



(Е – вертикальный экран 210 мм): $W=27,97$ кВт; $P=30$ кПа

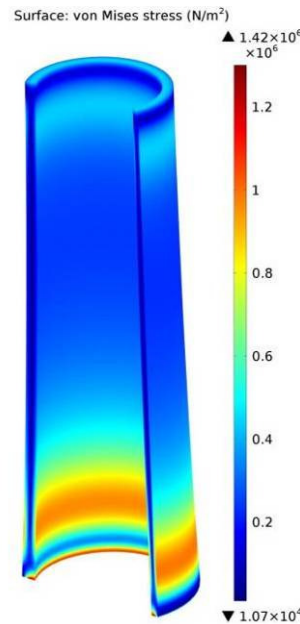
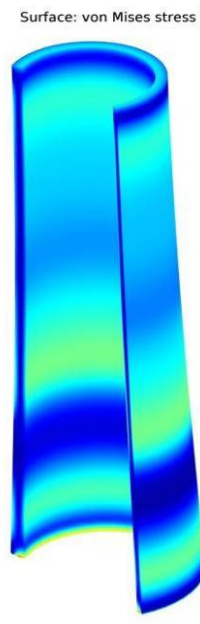
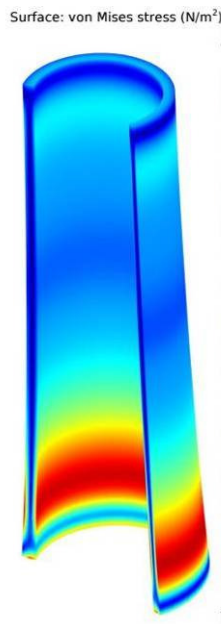


Рис. 2.9. Поля температур, скоростей течения расплава и газа, термических напряжений

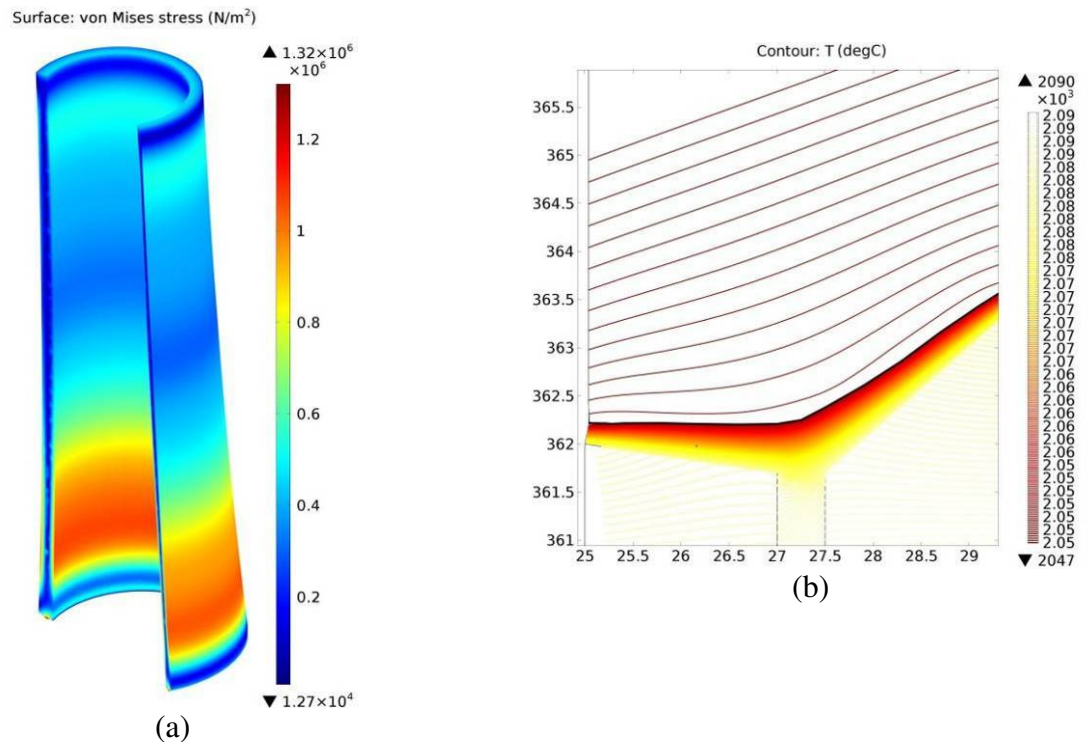


Рис. 2.10. Термические напряжения для расчетного варианта (G) –(a) и распределение температуры вблизи фронта кристаллизации – (b)

Анализ главных компонент напряжений (рис.2.11, а), показывает, что вертикальная компонента значительно превосходит радиальную. Найденное распределение пиковых напряжений согласуется с реальной картиной разрушения труб в ходе процесса роста (рис.2.11, б) - продольные трещины длиной 30-60 мм, выходящие на фронт кристаллизации, являются основной причиной производственного брака при выращивании сапфировой трубы.

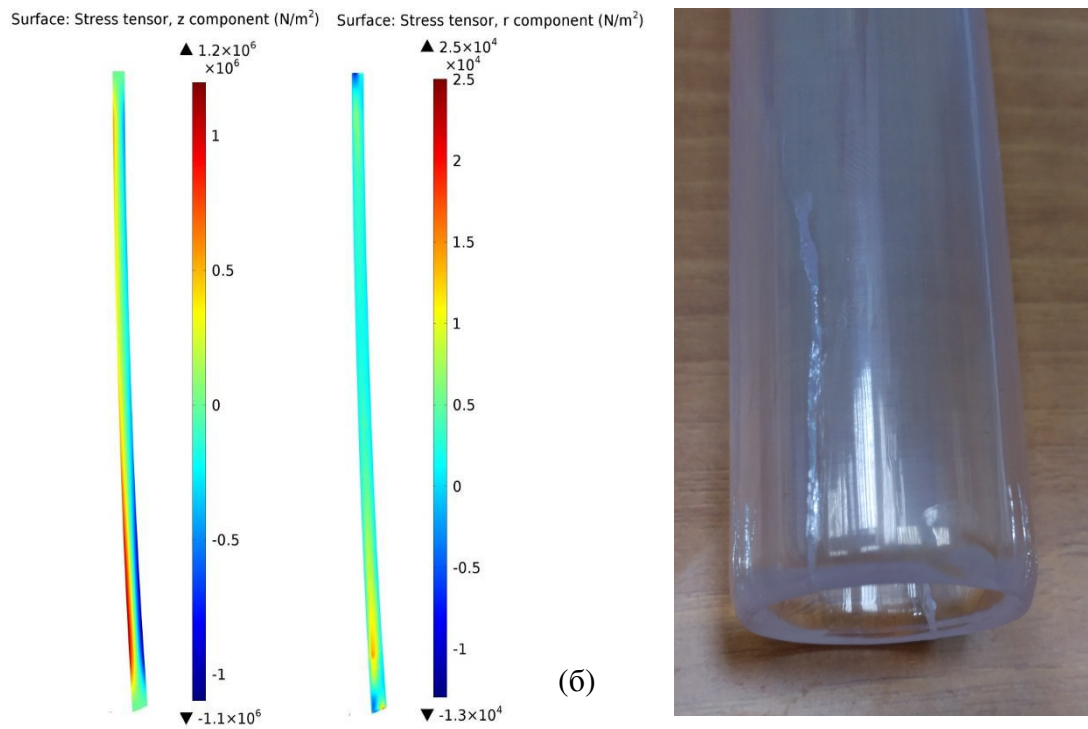


Рис. 2.11. Главные компоненты напряжений (σ_z , σ_r), (а) и сапфировая труба с образованной в процессе роста трещиной, (б).

Заметим, что величины и характер изменения вертикального температурного градиента в кристалле согласуются с результатами более сложного расчета напряжений. Так, рис. 2.12, в интервале длин кристалла 0 – 6 см кривая варианта С является наиболее линейной, а кривая варианта F – наименее нелинейной.

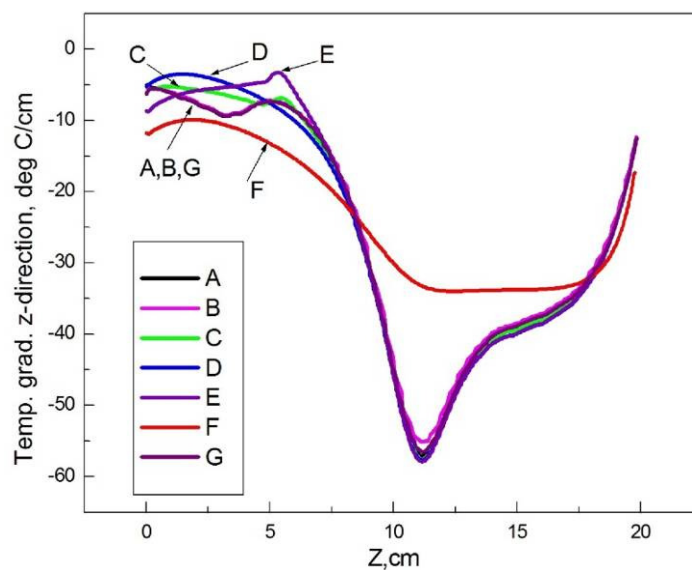


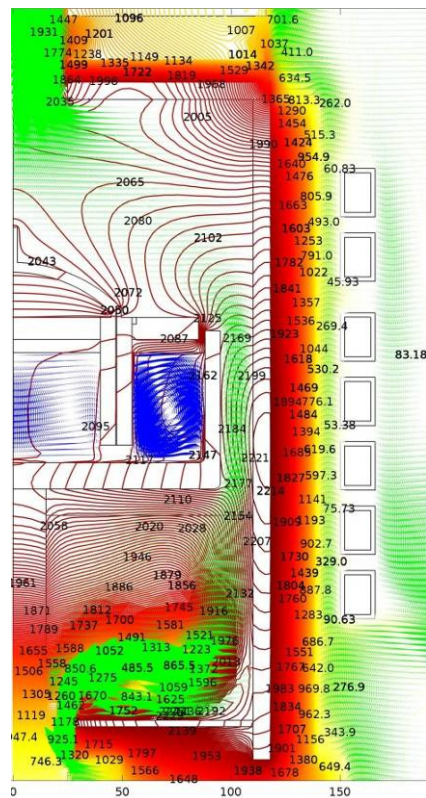
Рис.2.12. Вертикальный температурный градиент в кристаллах

2.2.3 Поля и температур и термических напряжений в кристалле сапфира, выращиваемого методом локального динамического формообразования

Тепловой узел для выращивания кристаллов сложной формы методом динамического формообразования практически идентичен узлу, используемому при выращивании труб за исключением геометрии отверстий в верхней части, позволяющей осуществлять горизонтальное перемещение кристалла. Потому граничные условия при расчетах электромагнитного поля, создаваемого индуктором, решении задач теплопроводности и термоупругости брались аналогичные, как и для варианта роста сапфировой трубы. Расчеты проводили для процесса роста полусферы с диаметром основания 90 мм и с толщиной стенки близкой к 4,5 мм.

На рис. 13 показаны результаты расчетов полей температуры в тепловом узле и кристалле при росте полусферы с диаметром основания 90 мм для варианта отсутствия экранировки зоны кристаллизации. Распределение температуры представлено в виде изотермических контуров, а поверхности векторов визуализируют течение расплава и газа. Отметим, что на распределение температуры вблизи формообразующего устройства значительное влияние оказывает поток защитного газа, что говорит о необходимости использования экранировки зоны кристаллизации.

Исходя из опытных данных, трещины в кристалле сапфира в форме полусфер, выращиваемых из расплава способом динамического формообразования, начинали появляться при достижении им диаметра 70 мм.



$$W(50 \text{ мм}) = 25,83 \text{ кВт}; P = 30 \text{ кПа}$$

Рис. 2.13. Поля температур, скоростей течения расплава и газа при выращивании сапфировой полусферы с диаметром основания 90 мм.

Было установлено, что в диапазоне диаметров основания 70-100 мм трещина чаще всего распространялась от затравочного кристалла до кромки, а при диаметрах свыше 100 мм в кристаллах появлялись обособленные трещины, находящиеся на вертикальном удалении 15-30 мм от основания кристалла, рис.2.14.

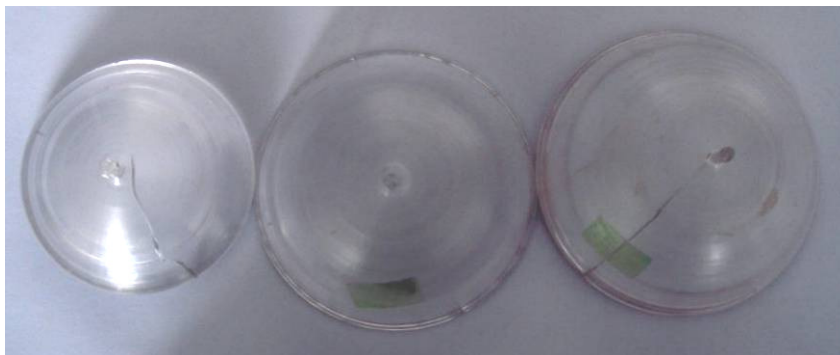


Рис. 2.14. Трещины в кристаллах сапфира, выращиваемых способом динамического формообразования.

Поэтому, на первом шаге мы исследовали распределение и уровень температурных напряжений в зависимости от геометрических размеров кристалла в ходе его выращивания.

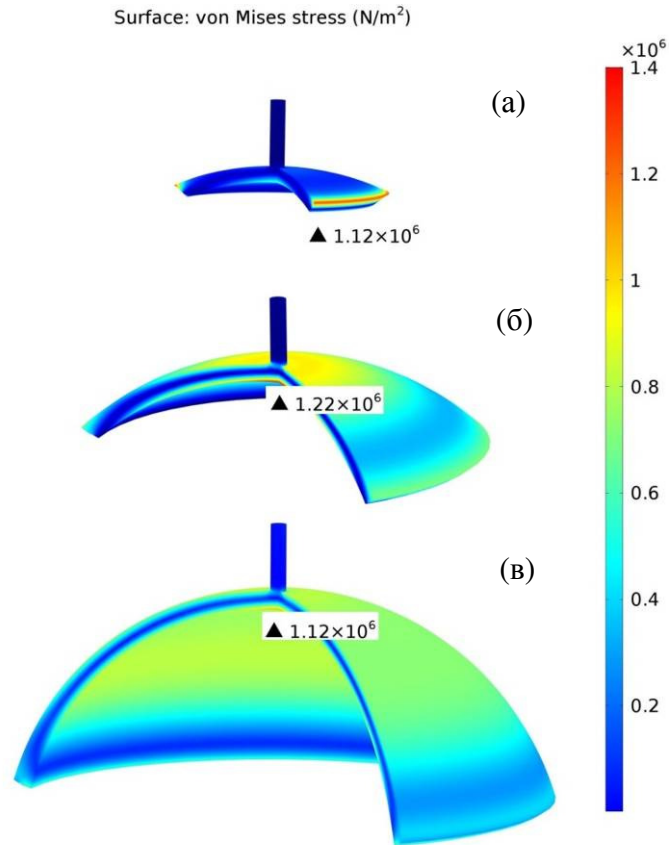


Рис. 2.15. Термические напряжения в кристалле сапфира, выращиваемом способом локального динамического формообразования при постепенном увеличении диаметра основания кристалла. а) – 50 мм, б) – 90 мм, в) – 130 мм.

Результаты расчетов температурных напряжений при постепенном увеличении диаметра основания выращиваемой полусферы представлены на рисунке 2.15. Установлено, что на начальном этапе (диаметр основания сферы $D = 50$ мм) пиковые напряжения достигаются на внешней кромке кристалла, при $D = 90$ мм максимум напряжений находится на внутренней поверхности кристалла непосредственно под затравочным кристаллом, а при $D = 130$ мм положение максимума остается прежним, но его величина уменьшается. Очевидно, что найденные распределения напряжений во многом обусловлены формой кристалла. Отметим, что в отличие от случая

выращивания труб, в поясе кристалла высотой 15 мм, примыкающем к основанию полусферы, напряжения незначительны и радиальная компонента напряжения превосходит вертикальную, рис.2.16.

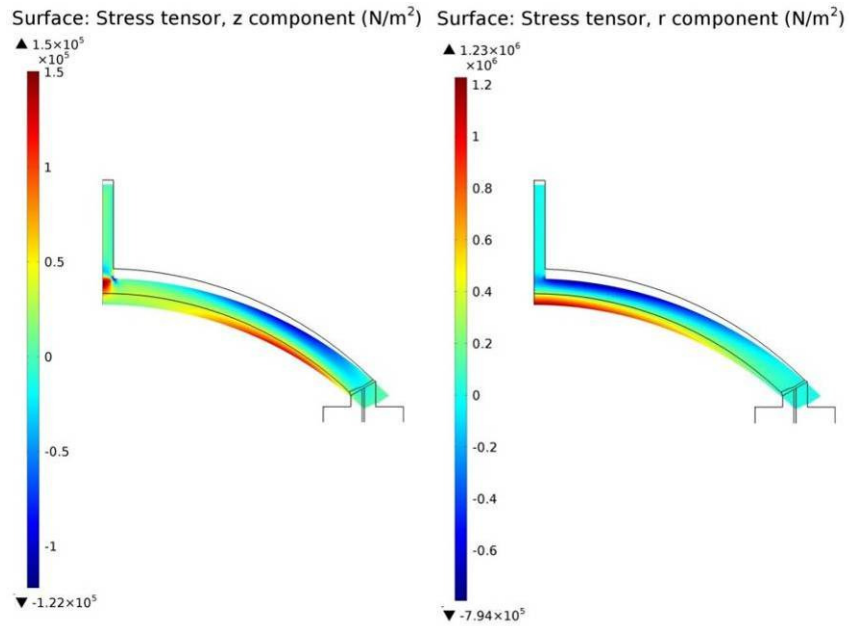
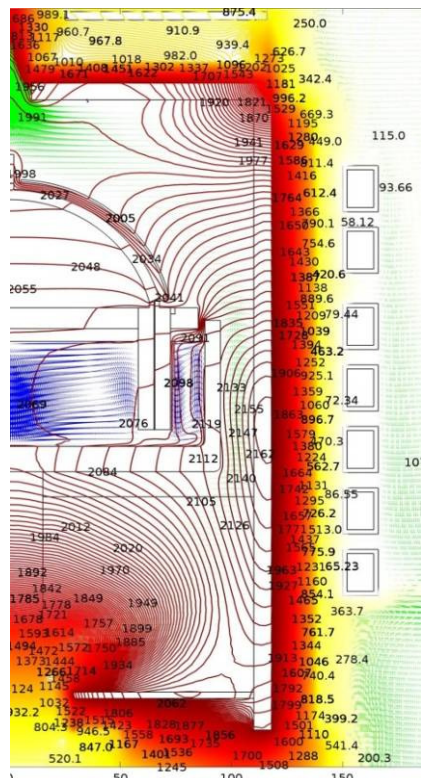


Рис. 2.16. Главные компоненты напряжений σ_z и σ_r для кристалла сапфира, выращиваемом способом локального динамического формообразования

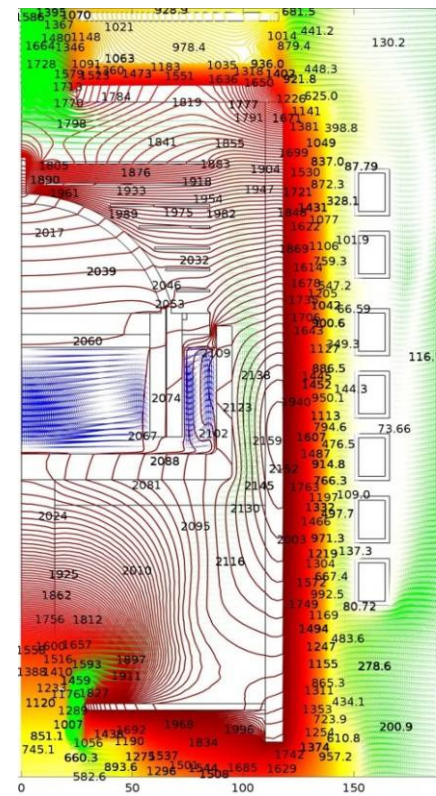
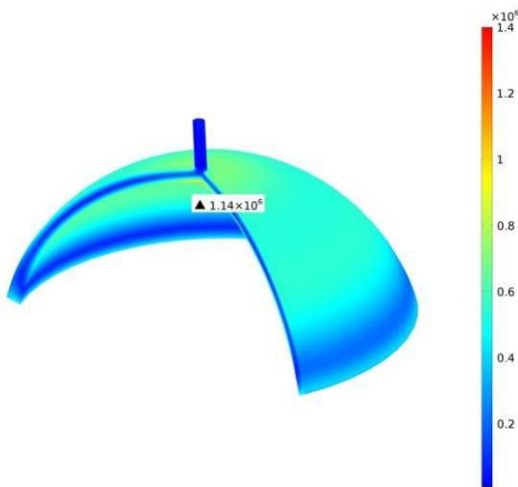
Результаты расчетов хорошо объясняют вышеуказанный характер появления трещин в сапфировых полусферах.

Ввиду того, что интенсивность течения газа в области кристалла не высока, мы не проводили исследования его влияния на распределение и величину полей напряжений и температур, а сосредоточились на поиске конфигураций радиационных экранов, позволяющей снизить уровень температурных напряжений в кристалле.



$W(130 \text{ мм}) = 23,12 \text{ кВт}; P = 30 \text{ кПа}$

Surface: von Mises stress (N/m²)



$W(130 \text{ мм}) = 22,95 \text{ кВт}; P = 30 \text{ кПа}$

Surface: von Mises stress (N/m²)

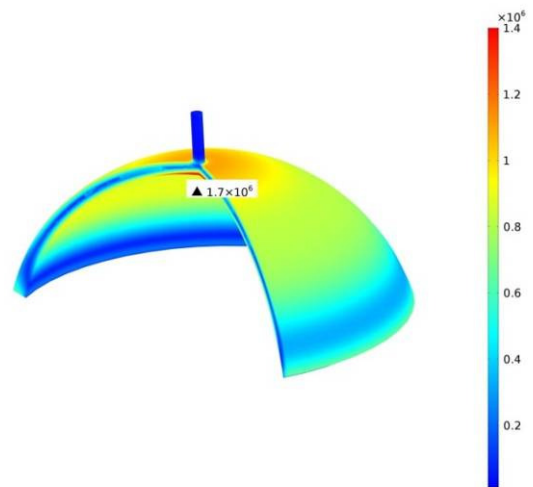


Рис. 2.17. Поля температур, скоростей течения расплава и газа, термических напряжений

Мы обнаружили (рис. 2.17), что полусферический радиационный экран, установленный вокруг кристалла, позволяет снизить уровень напряжений в большей части полусферы, при этом максимальное напряжение, достигаемое в высшей точке купола полусферы на внутренней поверхности кристалла, не изменяется. Применение радиальных пластинчатых экранов приводит лишь к

отрицательному результату – резко возрастает как общий уровень, так и максимум напряжения.

2.3 Исследование влияния основных технологических параметров на распределение температуры вблизи межфазной границы при выращивании кристалла способом локального динамического формообразования

При выращивании кристалла в форме тела вращения способом локального динамического формообразования, значительное влияние на распределение температуры вблизи формообразующего устройства оказывает не только конструкция радиационных экранов вблизи растущего кристалла, но и конструктивная специфика зоны кристаллизации. Важными особенностями тепломассопереноса процесса выращивания кристалла способом локального динамического формообразования является искажение температурного поля в кристалле, вызванное его локальным контактом с мениском расплава и теплоперенос в кристалле за счет его вращения. Исследование влияния основных параметров кристаллизации, таких как скорости вытягивания и вращения кристалла, а также размера локального мениска расплава на тепловое поле в кристалле является необходимым для уменьшения температурных искажений, вызывающих неустойчивость мениска расплава и температурные напряжения в кристалле.

Для проведения исследования диапазоны скоростей вытягивания V и угловая скорость вращения Ω кристалла варьировались в технологических пределах, обеспечивающих условие сплошности выращиваемого профиля

$$\frac{V}{\Omega} < h_{max},$$

где h_{max} – максимально возможная высота жидкого мениска.

Размер зоны контакта мениска расплава с кристаллизующим слоем внешним радиусом $R_1=45\text{мм}$ задавался угловым размером $[\varphi_1, \varphi_2]$. Длина

исследуемой области кристалла составляла 20 мм. Температура зоны контакта $T_1[\varphi_1, \varphi_2]$ определялась равной температуре плавления. Начальные данные расчетных вариантов представлены в таблице 1.2.

Таблица.1.2. Начальные данные расчетов

Задаваемые параметры	(A)	(B)	(C)	(D)
V , см/сек	$1,4 \cdot 10^{-4}$; $2,8 \cdot 10^{-4}$; $5,6 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$; $2,8 \cdot 10^{-4}$; $5,6 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$
Ω , об/мин	4	4; 8; 16	4	4; 8; 16
$[\varphi_1, \varphi_2]$, град	36	36	108	108

Типичные распределение температуры в тепловом узле, кристалле, векторные поля скорости течения расплава и газа показаны на рис.14 для диаметра основания кристалла 90 мм

Распределения температуры $T(z, \varphi)$, полученные для указанных вариантов расчета, приведены на рис. 2.18. На них можно видеть локальное искажение температурного поля, спадающее по направлению к верхнему концу кристалла и смещенное относительно формообразователя в сторону вращения кристалла. Изменение скорости вытягивания кристалла в технологически разумных пределах (рис. 2.18(a) – (c)) не оказывает значимого влияния на распределение температуры. Напротив, варьирование скорости вращения кристалла (рис. 2.18 (a), (d), (e)) позволяет управлять температурным полем. Увеличение значения Ω вызывает сжатие зоны температурного искажения вблизи локального формообразователя, то есть позволяет дополнительно отводить тепло за счет вращения кристалла. При скорости вращения $\Omega=16$ об/мин температурный профиль в кристалле становится практически линейным на расстоянии 3 мм от кристаллизующего

слоя, тогда как при $\Omega = 4$ об/мин значение этого расстояния равно 11 мм. Вблизи кристаллизуемого слоя с ростом скорости вращения происходит увеличение смещения изотерм в сторону вращения кристалла [85].

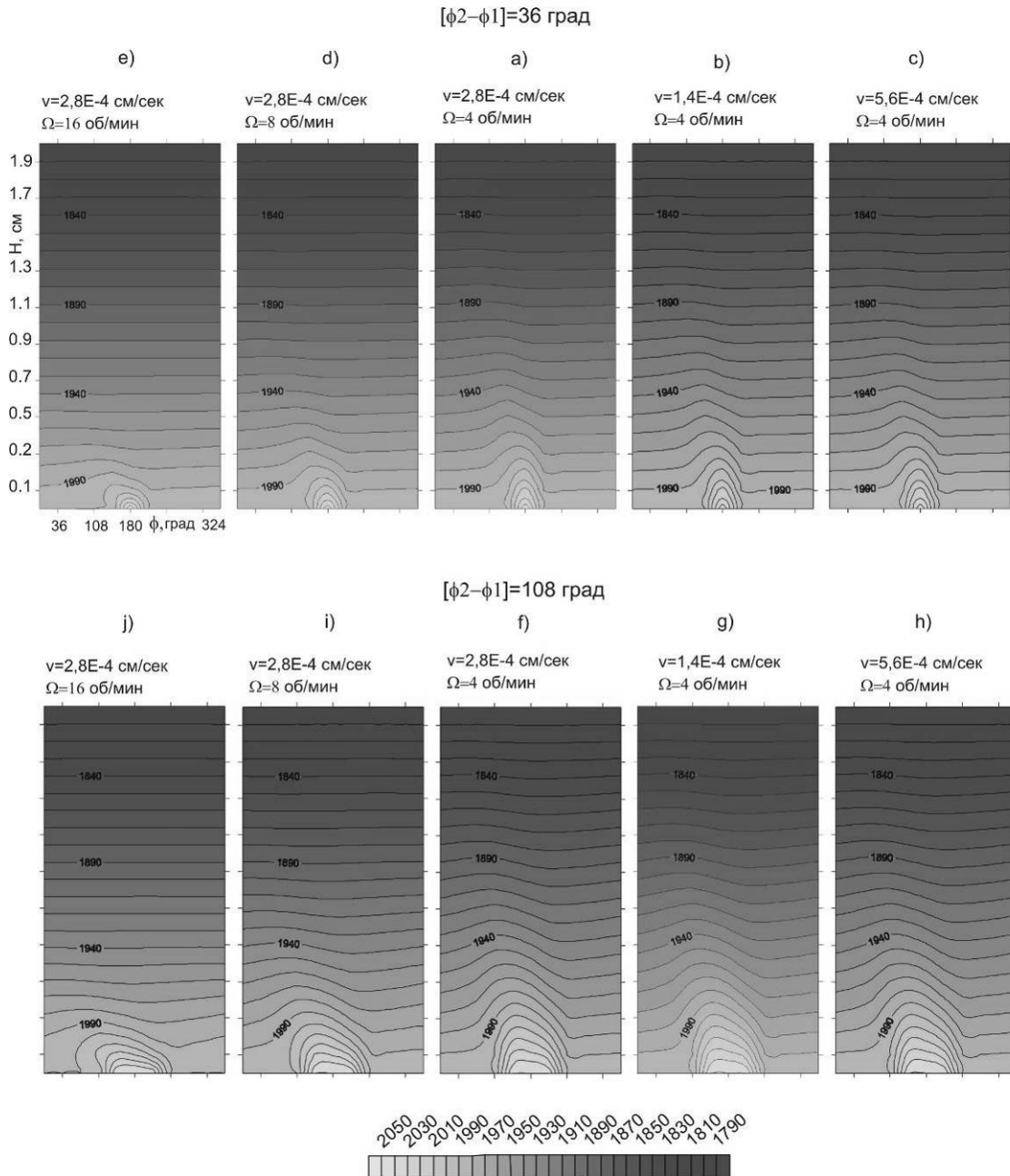


Рис. 2.18. Распределение температуры в кристалле сапфира, выращиваемом из расплава способом локального формообразования, в зависимости от параметров кристаллизации

Увеличение продольного размера рабочей поверхности формообразователя с углового размера 36 градусов до углового размера 108 градусов качественно

не изменяет результаты моделирования (рис. 2.18 (f) – (j)). Следует отметить увеличение зоны искажения, вносимое формообразователем большего геометрического размера. В этом случае увеличение скорости вращения до 16 об/мин локализует искажение температурного поля на расстоянии 5 мм от кристаллизуемого слоя.

Подводя итог исследования отметим, что основным параметром, позволяющим управлять температурным полем вблизи кристаллизуемого слоя, является скорость вращения кристалла. Увеличение скорости вращения позволяет локализовать температурные искажения, вносимые формообразующим устройством, снизить термические напряжения и не допускать плавления слоя кристаллизации перегретым расплавом мениска. Увеличение продольного размера формообразующего устройства вызывает распространение зоны температурных искажений вглубь кристалла, однако и в этом случае наблюдается их сжатие вблизи кристаллизуемого слоя с ростом скорости вращения.

2.4 Практическое применение результатов математического моделирования

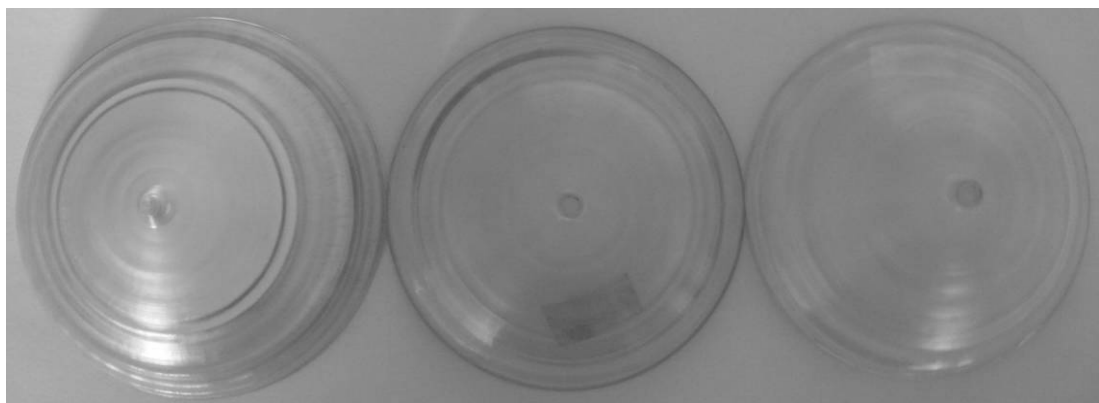
Апробация результатов проведенных исследований проводили при выращивании сапфировых труб внешним диаметром до 45,5 мм и полусфер с диаметром основания до 130 мм и толщиной стенки 4,5 мм. Ростовые процессы проводили на установке серии “Ника”, производимой ФГУП ЭЗАН.

Вероятность появления температурных трещин в образцах, выращенных при скоростях вращения кристалла в диапазоне $\Omega = 6 - 2$ об/мин была недопустимо высока и составляла 70% (14 из 20 последовательно выращенных кристаллов сапфира внешним диаметром 75 - 80 мм содержали трещины). Было установлено, что образование трещины происходит в кристаллизуемом слое чаще всего при диаметре кристалла равном 60 - 70 мм. Далее трещина распространялась в направлении оси вращения кристалла рис.

2.19(а). Увеличение скорости вращения кристалла до 8 - 12 об/мин позволило снизить вероятность трещинообразования для кристаллов указанного размера до 40 %. Этот эффект согласуется с результатами математического моделирования распределения температуры вблизи фронта кристаллизации в зависимости от скорости вращения кристалла. Данные расчетов показали, что увеличение скорости вращения кристалла позволяет уменьшить «температурный горб» и, следовательно, снизить температурные напряжения.



(a)



(b)

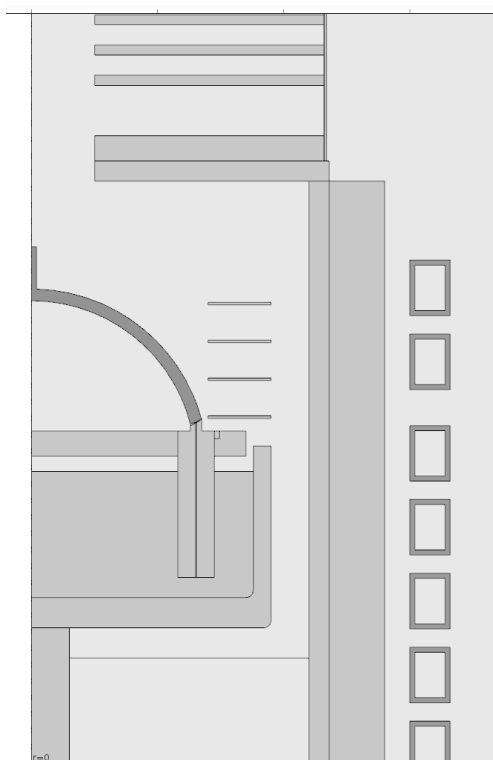
Рис.2.19. Образцы сегментов сферической поверхности. Внешний радиус поверхности 53 - 55 мм, характерный диаметр основания образцов 80 - 90 мм.

(a) – скорость вращения кристаллов 2 - 6 об/мин,

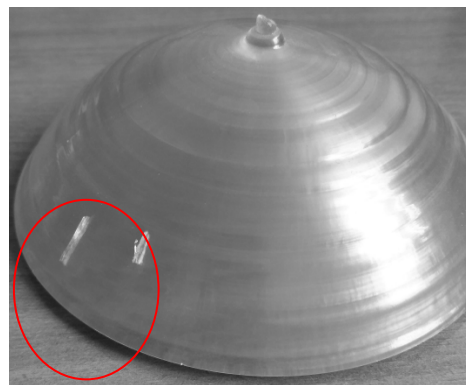
(b) – скорость вращения кристаллов 8 -12 об/мин

Далее была проведена серия экспериментальных процессов выращивания кристалла полусферической формы с применением радиационных экранов зоны кристаллизации различной конфигурации. При этом скорость вращения кристалла поддерживалась на уровне 8 - 12 об/мин, что способствует снижению вероятности образования трещин. На первом этапе в качестве экранов зоны кристаллизации мы использовали плоские молибденовые пластины, рис. 2.20 (а). При такой конструкции экранировки в среднем каждый второй из 10 выращенных кристаллов содержали трещины, которые зарождались как от затравочного кристалла, так и на боковой поверхности кристалла, рис. 2.20 (б). В случае использования полусферического радиационного экрана, рис. 2.20 (г) удалось снизить вероятность образования трещин до 20%. Следует отметить, что полусферический экран после каждого процесса выращивания кристалла требовал замены в связи с его термической деформацией.

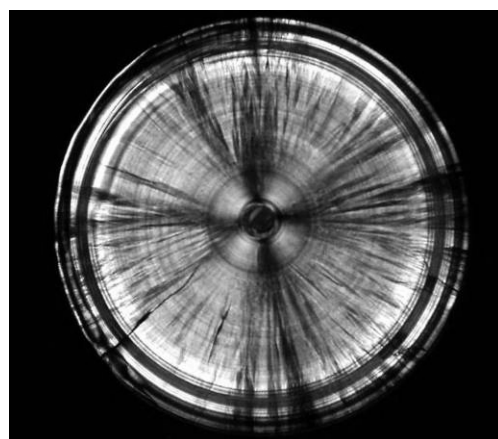
Анализ качества полученных кристаллов включал определение угла разориентации между блоками с помощью поляризационно-оптического метода с использованием полярископа “ПСК-250М” со скрещенными поляризаторами. Также в процессе послеростового исследования структуры кристалла отмечали наличие трещин. При исследовании блочной структуры было установлено, что использование плоских наборных радиационных экранов зоны кристаллизации приводит к появлению ярко выраженной блочной структуры уже при малых диаметрах кристалла (рис. 2.20, в), угол разориентации между соседними блоками растет и при достижении значений более 10 градусов, появляются трещины [86]. Угол разориентации между соседними блоками образца, полученного с использованием полусферического экрана и выращенном в диапазоне скоростей вращения 8-12 об/мин, составил не более 5 градусов, рис. 2.20 (е), что позволило получить свободный от трещин кристалл с диаметром основания до 130 мм, рис. 2.20 (д).



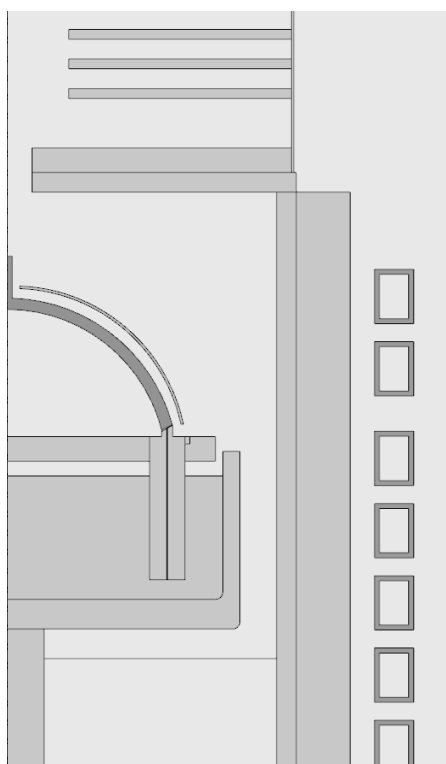
(a)



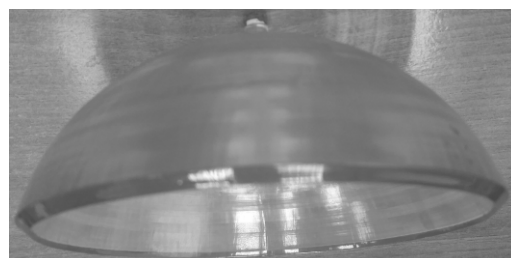
(б)



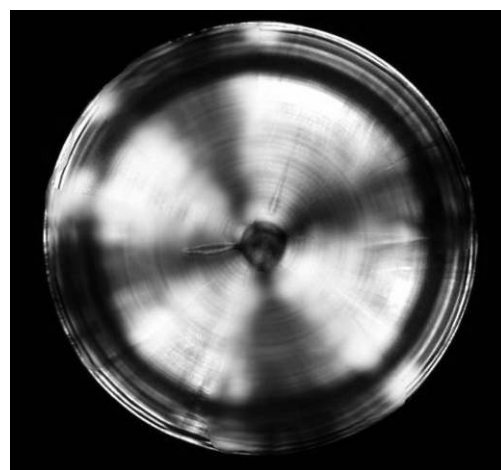
(в)



(г)



(д)



(е)

Рис. 2.20 Различная конструкция радиационной экранировки зоны кристаллизации (а, г) и кристаллы сапфира в форме полусфер, полученные при соответствующей экранировке.

При выращивании сапфировых труб способом Степанова появление трещин в кристалле является основной причиной их отбраковки. Исходя из опытных данных, накопленных при промышленном выращивании сапфировых труб различных габаритов, появление трещин в кристаллах наиболее часто наблюдается на расстоянии 10-15 мм от фронта кристаллизации. При этом в качестве экранировки зоны кристаллизации обычно использовались горизонтальные кольцевые пластины. При этом основным критерием в выборе конструкции экранировки являлось минимизация отклонений геометрии выращиваемого кристалла от задаваемой формообразующим устройством. Найденное ранее распределение пиковых напряжений по длине выращиваемой трубы хорошо согласуется с реальной картиной разрушения кристалла. На рис. 2.21 показаны примеры кристаллов, в которых образовались трещины в процессе выращивания. Отбраковка сапфировых труб по причине растрескивания во время роста составляла около 25%.

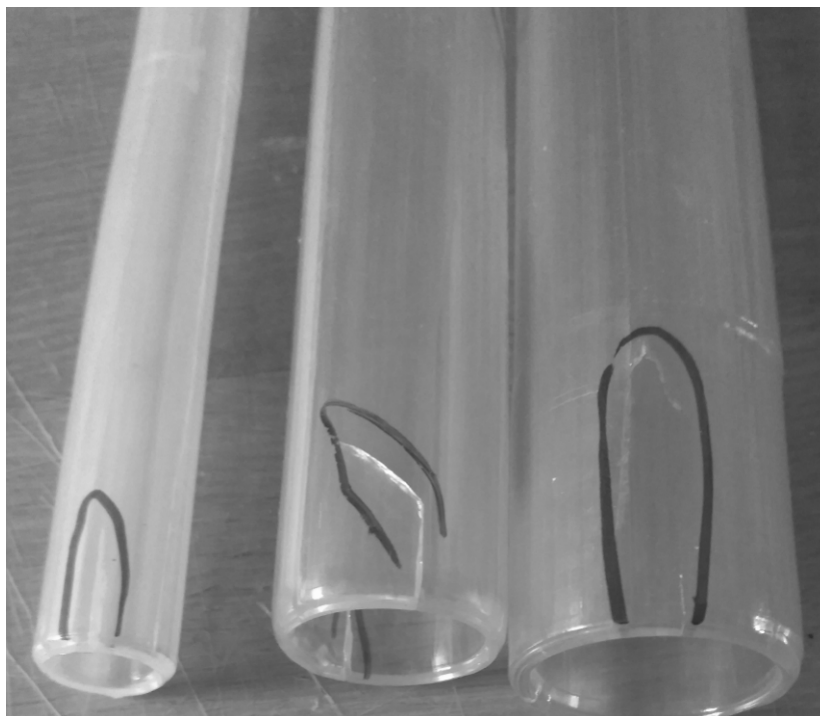


Рис. 2.21 Сапфировые трубы с образовавшимися трещинами в процессе их выращивания.

Применение экранирующей системы, состоящей из молибденовых пластин, наклоненных под 45 градусов к оси вытягивания кристалла и показанной на рис. 2.9, позволяет снизить вероятность появления трещин в процессе выращивания сапфировой трубы. С использованием данной конструкции экранировки получено более чем 30 свободных от трещин труб внешним диаметром от 8 до 45 мм, рис. 2.22.

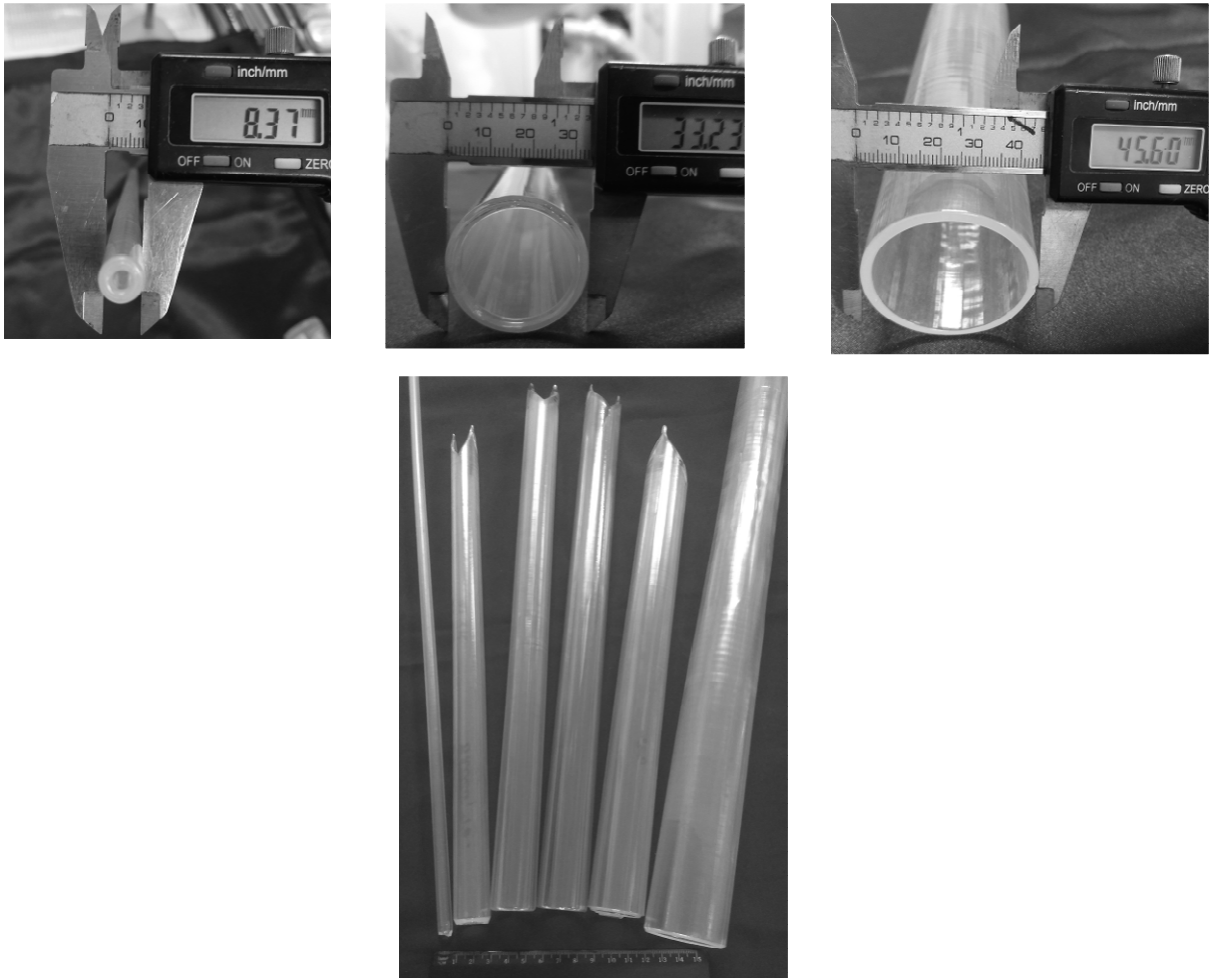


Рис. 2.22. Сапфировые трубы различной номенклатуры, выращиваемые на установке «Ника-Профиль»

Подводя итог проведенным исследованиям можно сделать заключение, что результаты численного моделирования позволили провести оптимизацию конструкции теплового узла для выращивания сапфировой трубы и полусферы, состоящую из модификации конструкции радиационной

экранировки зоны кристаллизации, которая обеспечивает более низкий уровень термических напряжений в сапфировой трубе и полусфере, и позволяет снизить вероятность появления трещин в выращиваемых кристаллах.

2.5 Выводы

1. Проведено численное моделирование процесса выращивания, включающее решение задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости. Исследовано влияние важных технологических параметров на распределение температуры и термических напряжений сапфировой трубе и полусфере.

2. На основании решения задач гидродинамики в расплаве и газовой динамики в рабочей камере установлено, что максимальная скорость течения газа составляет 2,82 м/с, и достигает этого показателя, или близких к нему значений, на входе в зону нагревателя, на выходе из нее, и выше теплового узла на расстоянии 350 - 400 мм от верхних радиационных экранов. Показано, что между нагревателем и стеками тигля также наблюдается достаточно интенсивный поток газа, равный 1,2 м/с, при этом поток газа в области зоны кристаллизации достаточно мал и составляет 0,1 м/с.

3. При выращивании сапфировой трубы способом Степанова, температурные напряжения в кристалле достигают максимальных значений на фронте кристаллизации ближе к внешнему краю трубы и в достаточно широкой зоне высотой 35 – 40 мм на внутренней и внешней поверхности трубы, находящейся на вертикальном удалении 10-12 мм от фронта кристаллизации. Вблизи верхнего торца кристалла наблюдается зона повышенных напряжений составляющих 40 – 50% от максимального значения.

4. Установлено, что использование наклонных под 45° к оси выращивания кристалла пластинчатых экранов зоны кристаллизации обеспечивает минимальный уровень термических напряжений в сапфировой трубе.

5. Показано, что на начальном этапе выращивания кристалла сапфира в форме полусферы пиковые температурные напряжения достигаются на внешней кромке кристалла. При увеличении диаметра основания кристалла максимум напряжений смещается на внутреннюю поверхность кристалла непосредственно под затравочным кристаллом.

6. Использование полусферического радиационного экрана, установленного вокруг кристалла, позволяет снизить уровень термических напряжений в большей части полусферы. Применение стандартных радиальных пластинчатых экранов приводит лишь к отрицательному результату – резко возрастает как общий уровень, так и максимум напряжения.

7. Установлены закономерности формирования температурных полей в кристалле, выращиваемого из расплава способом локального динамического формообразования, при изменении скорости его вращения, скорости вытягивания и размера мениска расплава. Определено, что основным параметром, позволяющим управлять температурным полем вблизи фронта кристаллизации, является скорость вращения кристалла. Увеличение скорости вращения позволяет локализовать температурные искажения в кристалле, вносимые формообразующим устройством, и снизить температурные напряжения.

8. На основе результатов численного моделирования проведена оптимизация конструкции теплового узла для выращивания сапфировой трубы и полусферы, включающая изменение конструкции радиационной экранировки зоны кристаллизации, и обеспечивающая значительно более низкий уровень термических напряжений в сапфировой трубе и полусфер

9. На основе программного пакета для мультифизического моделирования COMSOL Multiphysics создан виртуальный тепловой узел для выращивания профилированных кристаллов сапфира, что позволяет проводить различные расчетные эксперименты.

Исследования, проведенные в данной главе диссертации, выполнены в рамках Соглашения №14.577.21.0123 от 20 октября 2014 г. между Министерством образования и науки РФ и МГТУ им. Н.Э. Баумана при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (уникальный идентификатор прикладных научных исследований RFMEFI57714X0123) и результаты опубликованы в нескольких работах [85 - 88].

3. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ МЕНИСКА РАСПЛАВА И СТРУКТУРЫ КРИСТАЛЛА В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УСЛОВИЙ ЕГО ФОРМИРОВАНИЯ И ПАРАМЕТРОВ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ В ФОРМЕ ТЕЛ ВРАЩЕНИЯ

Основной недостаток способа локального динамического формообразования, выявленный в ходе его развития и ограничивающий его применение, заключается в том, что при увеличении поперечных размеров изделия выше некоторого критического значения, устанавливаемого экспериментально для конкретного материала и теплового узла, происходит срыв устойчивого роста. В ходе процессов выращивания сапфировых изделий в форме полых конусов и полусфер с использованием графитового нагревателя, а также тигля и формообразователя, выполненных из молибдена, было установлено, что критический размер кристалла составляет 60-70 мм. В работе [89] было показано, что соблюдение условия зацепления за кромки формообразователя обеспечивает устойчивость процесса роста кристалла как для стандартного способа, так и для способа локального динамического формообразования. Это условие означает, что распространение мениска по рабочей поверхности формообразователя ограничено его острым краем или кромкой.

Однако достоинство условия зацепления по мере увеличения поперечных габаритов изделия превращается в недостаток. С ростом наружного и внутреннего радиусов изделия увеличивается площадь кристаллизуемого слоя и требуется подведение большей массы расплава. Помимо поперечного сечения капиллярных каналов формообразователя, подвод расплава главным образом ограничен объемом мениска. При соблюдении условия зацепления объем мениска может незначительно изменяться в пределах изменения его высоты. При увеличении габарита изделия объем мениска становится недостаточным для обеспечения подвода необходимой для процесса кристаллизации массы расплава.

Условие смачивания означает, что расплав смачивает рабочую поверхность формообразователя и не ограничен ее кромками, и контур соприкосновения мениска с поверхностью формообразователя может свободно перемещаться по ней. В этом случае, согласно теоретическим представлениям об устойчивости процесса выращивания профилированных кристаллов, форма мениска и кристалла не являются устойчивыми к малым возмущениям температуры и скорости кристаллизации.

Конструктивно можно реализовать несколько вариантов систем формообразователь-мениск-кристалл, в которых для части контура контакта мениска с поверхностью формообразователя будет выполняться лишь условие смачивания без выполнения условия зацепления, и мениск будет распространяться по формообразующей поверхности, увеличивая свой продольный размер и объем. Однако, в этом случае степень механической устойчивости таких менисков требует дополнительного исследования. Теоретическое рассмотрение устойчивости менисков расплава является достаточно формализованным. В тоже время современные системы видеонаблюдения с макро-оптикой и наличие высокочувствительных датчиков веса кристалла позволяют провести экспериментальные исследования. Следует отметить также прямую связь между степенью механической

устойчивости жидкого мениска и поперечным сечением кристалла, анализ геометрии которого может быть проведен после процесса выращивания.

3.1 Методика исследования механической устойчивости мениска и структуры кристаллов

Экспериментальные процессы выращивания осуществлялись на установке серии «НИКА», производимой ФГУП ЭЗАН. Экспериментальная установка была дополнительно снабжена прецизионными системами вращения тигля и горизонтального перемещения верхнего штока. Особое внимание было уделено конструкции механизма горизонтального перемещения верхнего штока. Герметичное скользящее вакуумное уплотнение для горизонтального перемещения верхнего штока было достигнуто с помощью специального эластомера, имеющего низкий коэффициент трения относительно стальной поверхности. Установка снабжена системой измерения веса кристалла, программным комплексом автоматического формирования профиля кристалла и управления технологическими параметрами, системой видеонаблюдения процесса кристаллизации.

Видеонаблюдение зоны кристаллизации осуществлялось с помощью камеры высокого разрешения с макро-объективом. Начало осцилляций (потеря механической устойчивости), которое заключалось в периодическом оттоке и натекании расплава на поверхность формообразователя фиксировалось визуально, и также косвенно по графику изменения производной веса кристалла, выводимому на монитор компьютера управления.

В ходе после ростового анализа структуры кристалла измеряли искажения профиля кристалла и толщины его стенки. Характер распределения газовых включений изучали с помощью оптической микроскопии. Далее, из каждого кристалла для проведения оптических исследований изготавливались тестовые образцы в виде квадратных пластин

со стороной 10 мм. Пластины шлифовались до толщины 2 мм и полировались. Пропускание образцов в инфракрасном диапазоне (3-5 мкм) измеряли, используя фотоэлектрический инфракрасный анализатор «ИКАН-1».

3.2. Конструкция формообразующих устройств и методики выращивания кристаллов с изменяемой формой боковой поверхности с их применением

Механическая устойчивость мениска расплава исследовалась в зависимости от типа конструкции формообразующего устройства, реализующих выполнение условий смачивания для части границ мениска и параметров кристаллизации, определяющих тепломассоперенос процесса. При формировании профиля боковой поверхности кристалла, относительное горизонтальное перемещение оси вращения кристалла и формообразователей осуществлялось двумя различными методами. Для формообразователя №1 и применяли вращение тигля вместе с закрепленными на нем формообразователем. Для формообразующего устройства №2 использовали горизонтальное перемещение оси вращения кристалла относительно неподвижного формообразователя (рис. 3.1).

Формообразователь №1 выполнен в виде усеченного конуса. На линии основания усеченного конуса и верхней кромке выполняются условия зацепления, а на боковой поверхности – условия смачивания. Наклонная поверхность конуса необходима для выращивания кристаллов со значительными углами наклона боковой поверхности к вертикальной оси, например на этапе формирования вершины полусферы.

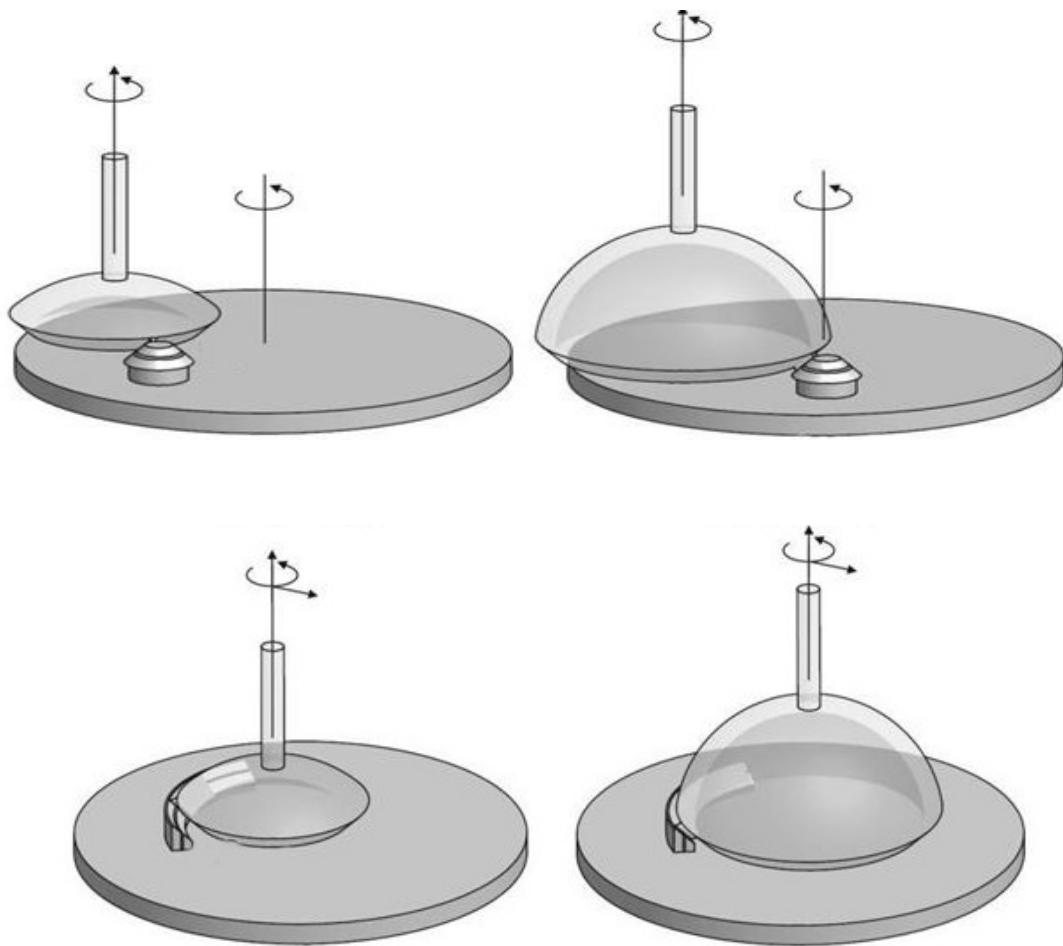


Рис. 3.1. Схемы процесса кристаллизации изделий с изменяемой формой боковой поверхности с использованием формообразователя в виде усеченного конуса (а) и с использованием формообразователя, кромки рабочей поверхности которого выполнены в виде дуг окружностей (б)

При использовании формообразователя в виде усеченного конуса используется вращение тигля, в результате которого формообразователь поворачивается относительно оси тигля. Поэтому необходимо было разработать такой формообразователь, который при повороте на 180° в горизонтальной плоскости также обеспечивал бы минимальные вариации толщины стенки кристалла. Такому условию удовлетворяет конический формообразователь, у которого боковая поверхность имеет наклон 45° к вертикальной оси. В случае использования конического формообразователя для выращивания полусферы отношение максимальной толщины стенки к

минимальной составляет величину $\sqrt{2}/1 \approx 1.414$. На рис. 3.2 (а) и (б) представлены фазы выращивания полусферы при помощи формообразователя в виде усеченного конуса. В исходном состоянии центр формообразователя незначительно смещен в горизонтальной плоскости относительно оси вращения кристалла, с таким условием, чтобы положение затравочного кристалла приходилось на центр рабочей поверхности формообразователя. По мере вытягивания кристалла компьютер управляет горизонтальным смещением формообразователя относительно оси вращения кристалла, используя поворот тигля.

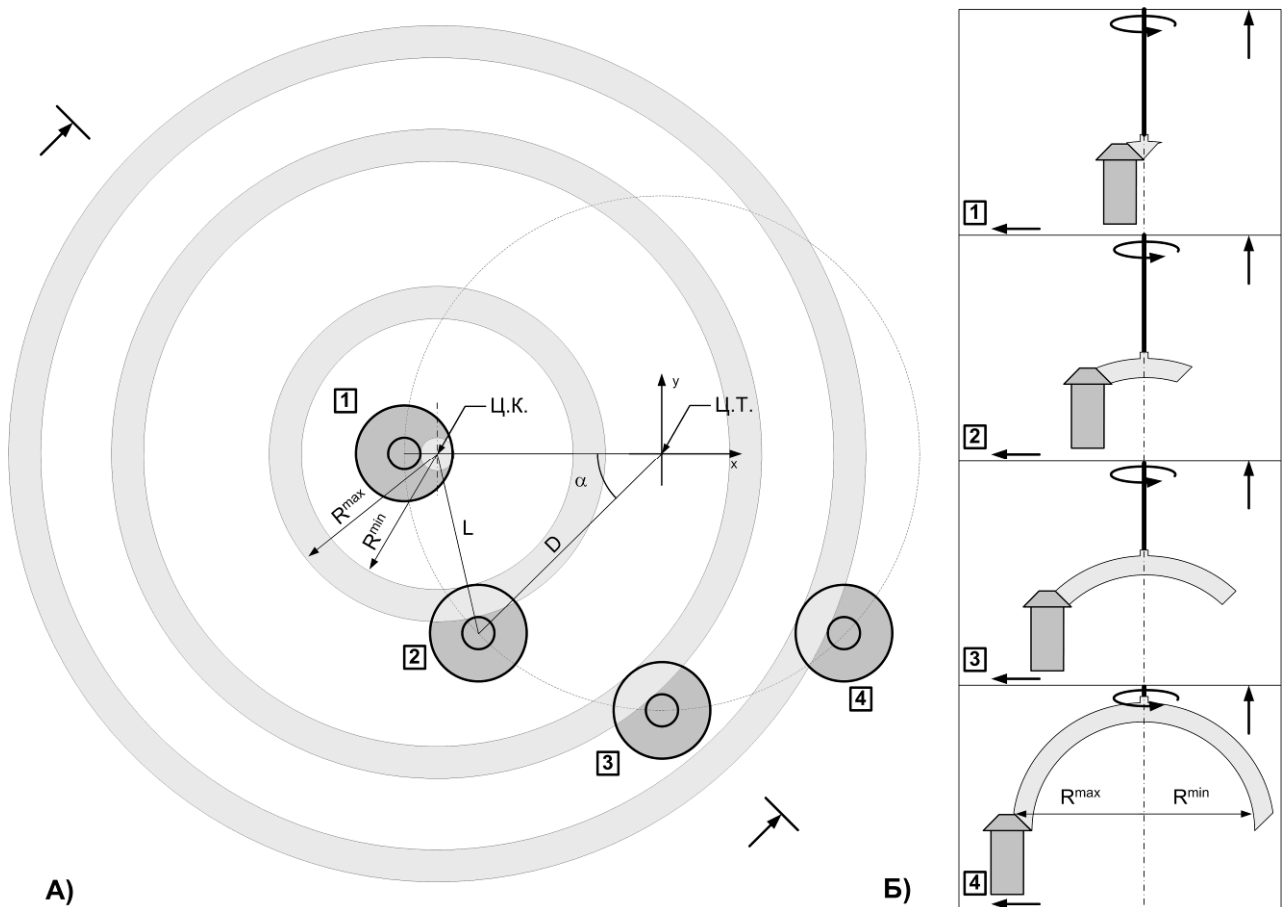


Рис. 3.2 Фазы выращивания полусферы при помощи конического формообразователя. а) вид сверху; серые концентрические кольца показывают наращиваемый формообразователем слой. б) вид сбоку. Сокращения: Ц.К. – центр вращения кристалла, Ц.Т. – центр вращения тигля. Цифрами показана последовательность фаз поворота тигля.

Кромки рабочей поверхности формообразователя №2 выполнены в виде дуг концентрических окружностей. При использовании формообразователя такой конструкции применяли горизонтальное перемещение верхнего штока относительно неподвижного формообразователя. В этом случае перемещение мениска расплава по формообразующей поверхности и изменение его размера достигается горизонтальным смещением кристалла, обеспечивающим изменение его диаметра и рост площади жидкого мениска [90].

Схема кристаллизации показана на рис. 3.3. По мере приближения радиуса кристалла к радиусу криволинейной формообразующей поверхности, выполненной с углом наклона к горизонтальной плоскости, увеличивается продольный размер мениска: расплав натекает на свободную формообразующую поверхность. В данном случае самопроизвольное перемещение мениска по формообразующей поверхности с изменением профиля и толщины стенки изделия исключено наличием ее наклона. Увеличение границ протяженности мениска контура $ABCD$ до контура $A'B'C'D'$ вызывает рост радиуса кристалла на величину dr , рис. 3.3. Высота мениска расплава сокращается также на dr и становится меньше величины h_{min} , которая достигается в направлении перпендикуляра от центра вращения кристалла (5) к верхней кромке формообразующей поверхности (1). Это отражается на показаниях датчика веса и может быть парировано увеличением мощности нагрева. Таким образом, кратчайшее расстояние от центра вращения кристалла до криволинейной кромки формообразователя определяет радиус кристалла. В нормальных температурных условиях при высоте мениска более h_{min} он распространяется по формообразующей поверхности до его предельной высоты h_{max} . Интервал значений h_{min}, h_{max} лежит в пределах от 0,2 до 1 мм при этом протяженность мениска $ABCD$ в зависимости от радиуса кривизны формообразователя R_2 и радиуса кристалла r_2 запишется в виде:

$$L_{ABCD} = 2\alpha r_2, \quad \alpha = \pi - \beta, \quad \beta = \arccos \frac{(R_2 - r_2)^2 + (r_2 + h_{max})^2 - R_2^2}{2(R_2 - r_2)(r_2 + h_{max})}, \quad (22)$$

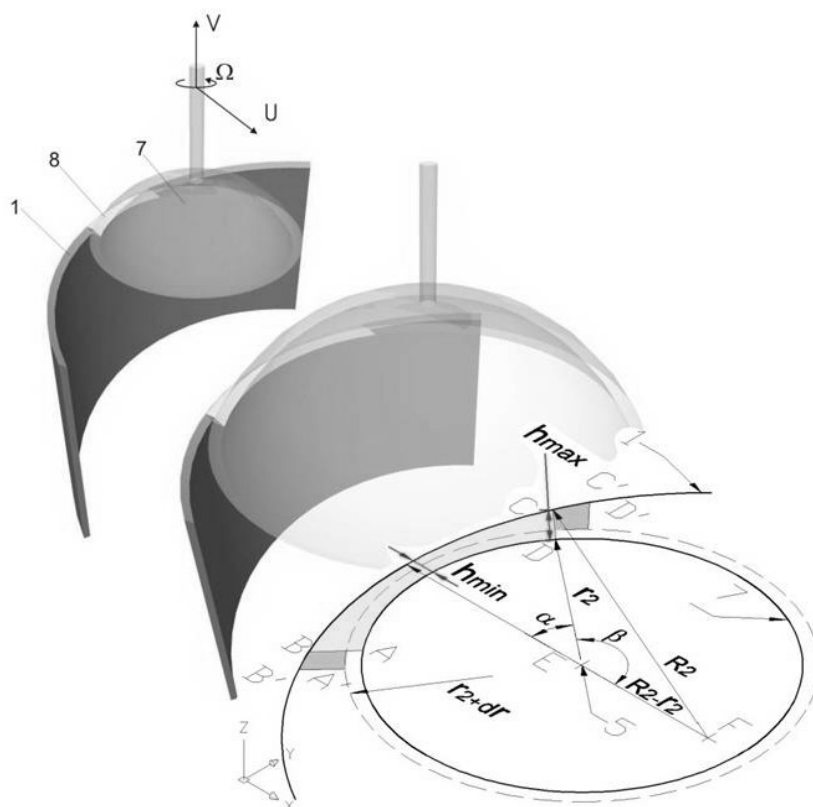


Рис. 3.3. Процесс выращивания кристалла сапфира в виде полусферы из формообразователя с кромками, выполненными в виде дуг окружности

Уравнения (22) следуют из теоремы косинусов для треугольника CFE , рис. 4.13. График зависимости протяженности мениска расплава от радиуса кристалла, построенный для радиуса кривизны формообразователя 60 мм и максимальной высоты мениска равной 1 мм представлен на рис. 3.4. Протяженность рабочей поверхности применяемых формообразователей не превосходила четверти длины окружности. Мениск расплава распространялся по всей формообразующей поверхности при радиусе кристалла $r_s = 55$ мм.

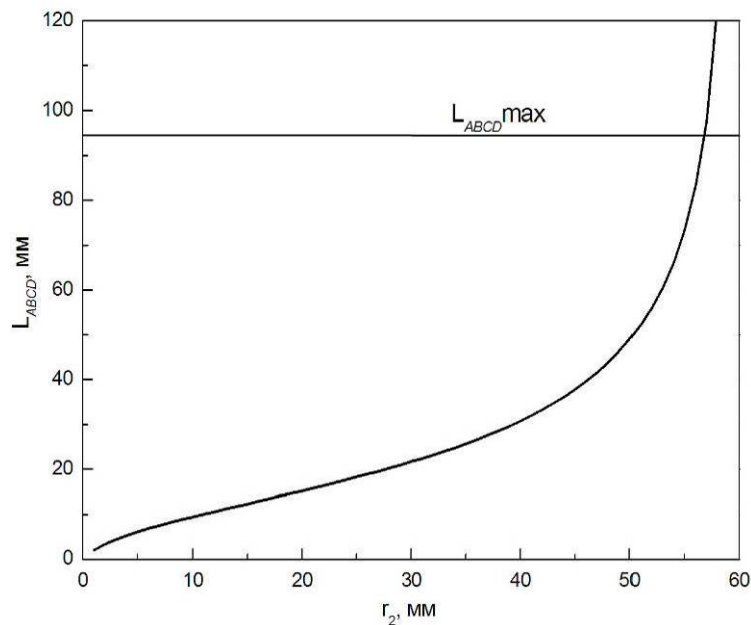


Рис. 3.4. Зависимость горизонтального размера мениска от радиуса кристалла для формообразователя №2, $R_2=60$ мм, $h_{max}=1$ мм

3.3. Результаты исследования

Исследования проводились в ходе кристаллизации сапфировых изделий в виде сегмента сферической поверхности с диаметром основания 100-130 мм и радиусом кривизны внешней поверхности 53 мм. Формирование профиля кристалла осуществлялось с помощью системы автоматической координации работы двигателей вращения тигля и вертикального перемещения кристалла или горизонтального и вертикального перемещения кристалла [91]. Были последовательно изучены процессы кристаллизации из локального мениска расплава создаваемого с помощью формообразователя с конической поверхностью и формообразователя кромками рабочей поверхности, выполненными в виде дуг окружностей.

Рассмотрим процесс выращивания сферической поверхности, осуществляемый с применением формообразователя №1, формирующего локальный мениск расплава малого объема. Тепловой узел (а), формообразователь с рабочей поверхностью в виде усеченного конуса (б), программный и реальный профили кристалла (с) показаны на рис. 3.5. Выбор

геометрии профиля переходного участка между затравочным кристаллом и основным телом сапфировой заготовки в форме полусферы являлся критической задачей: незначительное углубление нижнего торца затравочного кристалла в основное тело кристалла неизбежно приводило к образованию множества блоков и появлению трещин. Переходный участок, соединяющий затравочный кристалл и основной профиль и описываемый полиномом третьей степени, был добавлен к программному профилю кристалла. Длина склона рабочей поверхности формообразователя составляла 5 мм, угол наклона поверхности к горизонтальной плоскости 30-45 градусов.

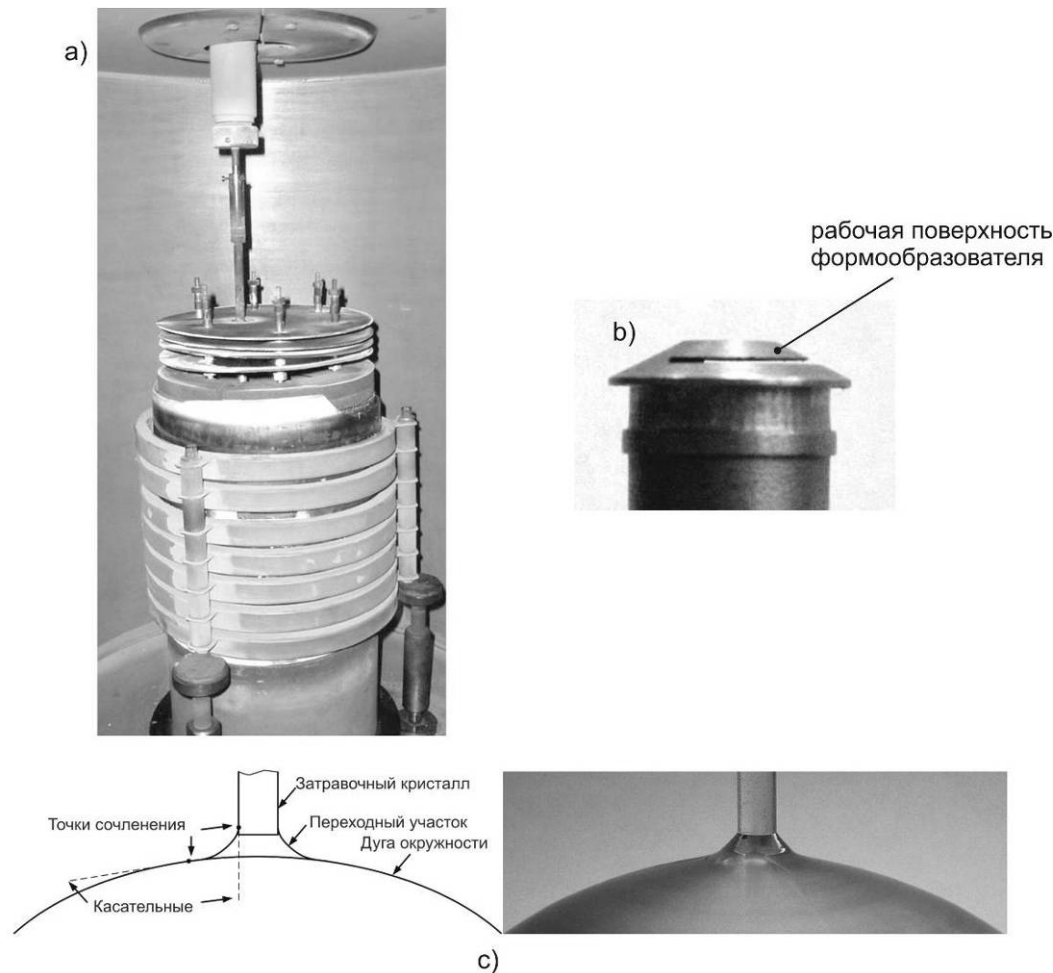


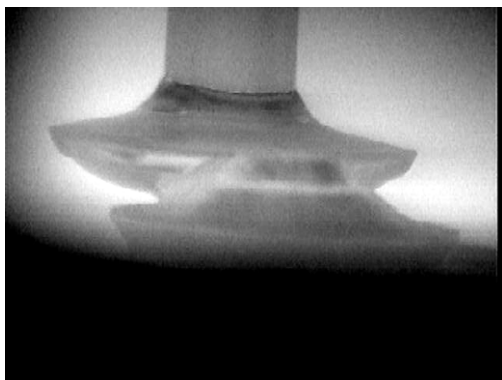
Рис. 3.5. Тепловой узел (а), формообразователь (b), и профиль кристалла (с)

Было установлено, что при скорости вращения кристалла $\Omega = 4-6$ об/мин мениск расплава механически устойчив вплоть до внешнего диаметра кристалла $D^{max} = 75-80$ мм.

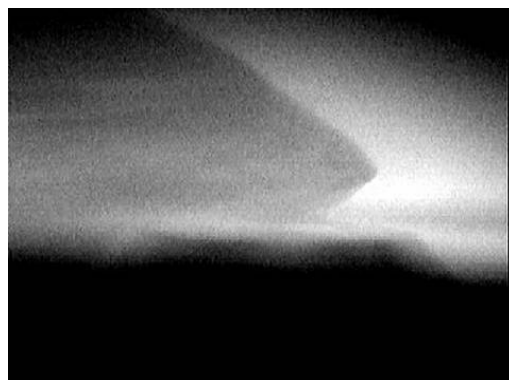
Далее визуально и с помощью датчика веса кристалла регистрировалось начало осцилляций мениска, которые заключались в периодическом оттоке и натекании расплава на поверхность формообразователя. Восстановление устойчивости мениска расплава с помощью управления мощностью нагрева было не эффективным – осцилляции продолжались вплоть до разрыва мениска и прекращения кристаллизации. Снижение скорости вращения Ω до 2 - 3 об/мин и вместе с ней линейной скорости V^r кристаллизующего слоя относительно расплава мениска до значений 120 - 180 мм/мин (2 - 3 мм/сек) снова приводило расплав в устойчивое состояние. Тем не менее, в случае достаточно высокой скорости вращения кристалла задача получения изделия с незначительными искажениями профиля и толщины стенки оказалась невыполнимой. Устойчивость мениска расплава не могла быть обеспечена управлением температурой в зоне кристаллизации.

На рис.3.6 показаны фотографии начала и окончания процесса кристаллизации. На фотографии (а) отчетливо виден мениск расплава, формируемый между наклонной боковой поверхностью формообразователя и кристаллизующим слоем.

Для обоих диапазонов скоростей вращения кристалла максимально допустимая массовая скорость кристаллизации, регистрируемая датчиком веса кристалла, достигалась на значительном диаметре выращиваемого кристалла и составляла 0,008 г/сек. Дальнейшее увеличение массовой скорости кристаллизации с помощью повышения скорости вертикального перемещения кристалла вызывало разрыв мениска расплава и прекращение процесса кристаллизации.



(a)



(b)

Рис. 3.6. Кристаллизация способом локального динамического формообразования кристалла сапфира в виде сегмента сферической поверхности, (a) – начальная стадия процесса, (b) – текущий диаметр кристалла равен 60 мм

При выращивании образцов с использованием формообразователя в виде усеченного конуса, максимальное отклонение профиля кристалла от заданного наблюдалось при диаметре кристалла 80 мм и более и составляло около 1 мм. Угол разориентации между соседними блоками образца, полученного в диапазоне скоростей вращения 10-12 об/мин, составил не более 7 градусов.

На следующем этапе выращивание кристаллов осуществлялось с использованием формообразователя конструкции №2 с использованием горизонтального перемещения кристалла (рис 3.3). Для изготовления формообразователя применяли фрезерный и электроэрозионный станки с числовым программным управлением. Фотография рабочей поверхности формообразователя и один из кристаллов в виде полусферы с диаметром основания 130 мм показаны на рис. 3.7.



Рис. 3.7. Формообразующее устройство и кристалл в форме полусферы с диаметром основания 130 мм

При использовании формообразователя, кромки рабочей поверхности которого выполнены в виде дуги окружности, вариация толщины стенки выращенного изделия составила не более 1 мм. Достигнута максимальная скорость кристаллизации составила 0,02 г/сек. Диапазон скоростей вращения кристалла, не приводящий к потере устойчивости мениска расплава, изменялся в ходе процесса роста с 30 до 12 об/мин. Высокие значения скорости вращения кристалла и линейной скорости V_{MAX}^r кристаллизующего слоя относительно формообразователя позволили избежать появления трещин во всех выращенных образцах. Отметим, что при использовании конструкции формообразующего устройства Ф2 удалось достигнуть максимальной степени механической устойчивости мениска расплава при выращивании кристалла в форме полусферы, что позволило получить кристаллы с диаметром основания до 130 мм. При использовании формообразователя, с кромками рабочей поверхности выполненными в виде дуг окружности, вариация толщины стенки изделия и отклонение от заданного профиля кристалла составило не более 1 мм. Угол разориентации между блоками составил 2 – 4 градуса.

В таблице 3.1. представлены сводные результаты экспериментально установленных параметров кристаллизации, степени устойчивости мениска расплава, угла разориентации между блоками, вероятности трещинообразования. Оптимальные показатели при выращивании кристалла методом локального динамического формообразования достигнуты при использовании формообразующего устройства с кромками рабочей поверхности выполненными в виде дуг окружности.

Таблица 3.1. Сводные результаты экспериментально установленных параметров кристаллизации, степени устойчивости мениска расплава, угла разориентации между блоками, вероятности трещинообразования

	Тип формообразователя	
	№1	№2
Скорость вращения кристалла Ω , об/мин	12-9	30-12
Скорость вертикального перемещения кристалла V , мм/мин	0,03-0,1	0,04-0,2
Максимальная массовая скорость кристаллизации W'_{MAX} , г/сек	0,008	0,02
Линейная скорость кристаллизующего слоя относительно мениска V_{MAX}^{τ} , мм/мин	2500	4200
Высота слоя кристаллизации h , мкм	10-15	5-10
Устойчивость мениска расплава и геометрии кристалла	Высокая до $R=30$ мм, далее низкая	Высокая до $R=65$ мм
Угол между границами блоков, градусы	4-6	2-4
Вероятность трещинообразования, %	40% при $R>40$ мм	Трещин не обнаружено

Проведенные исследования влияния конструктивных особенностей теплового узла и основных технологических параметров на распределение температуры и величину термических напряжений вблизи межфазной

границы при выращивании кристалла способом локального динамического формообразования и исследования механической устойчивости мениска расплава в зависимости от конструкции формообразующего устройства позволили промышленно освоить процессы выращивания сапфировых заготовок полусферической формы с диаметром основания до 130 мм, рис. 3.8



Рис. 3.8. Сапфировые заготовки в виде полых тел вращения, полученные методом локального динамического формообразования.

3.5 Выводы

1. Для процесса роста кристаллов способом локального динамического формообразования исследована механическая устойчивость менисков расплава для нескольких вариантов систем формообразователь-мениск-кристалл, для части контура контакта которых с поверхностью формообразователя выполняется лишь условие смачивания, т.е. в которых мениск расплава занимает только часть поверхности формообразователя.

2. Реализованы условия контролируемого увеличения продольного размера мениска и потока расплава к границе раздела фаз с увеличением диаметра кристалла в ходе процесса его выращивания.

3. Экспериментально установлено, что устойчивость формы кристалла и процесса кристаллизации наиболее высока при использовании формообразователя, кромки рабочей поверхности которого выполнены в виде дуги окружности

4. Промышленно освоены процессы выращивания сапфировых заготовок полусферической формы с диаметром основания до 130 мм.

Представленные в данной главе результаты опубликованы в работах [90, 91]. Помимо этих статей, результаты исследований процесса выращивания кристалла сапфира в форме тела вращения представлены в трудах многих конференций [92 – 94].

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ УСТОЙЧИВОСТИ МЕНИСКА РАСПЛАВА ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ ДЛИННОМЕРНЫХ САПФИРОВЫХ ТРУБ С МАЛЫМ ВНУТРЕННИМ ДИАМЕТРОМ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

В последнее время наблюдается достаточно динамичное развитие рынка сапфира неоптоэлектронного качества, и сапфир уже используется практически во всех отраслях промышленности. В теплоэнергетике, химической и металлургической сфере повышаются требования к механической прочности материала для изготовления корпусов термоэлектрических преобразователей – термопар, кроме того необходима высокая химическая устойчивость и нетоксичность материала при высоких температурах. Сапфир является материалом, который обеспечивает выполнение таких требований. Корпус любой термопары представляет собой длинномерную трубу с отверстиями малого диаметра для размещения металлического проводника. Наиболее доступным методом изготовления сапфировой трубы является ее выращивание из расплава способом Степанова. Но получение трубы внутренним диаметром менее 1,0 мм

обычным способом Степанова вызывает ряд трудностей, связанных с поддержанием его постоянного значения. Незначительные осцилляции температуры внешней среды зачастую приводят к схлопыванию внутренней полости трубы. Поэтому была предложена конструкция формообразующего устройства, при которой создание внутреннего диаметра идет за счет наличия тонкого цилиндрического стержня в его центре, верхний торец которого расположен выше, чем внешний край формообразователя. Такой тип формообразователя требует проведения исследований, связанных с вероятностным изменением температуры внешней среды, что в свою очередь может привести к такому изменению толщины выращиваемой трубы, что возможен либо захват кристаллом формообразующего стержня, либо обрыв мениска вследствие потери его устойчивости. На основе приведенной ниже математической модели проведены исследования процесса роста кристалла при воздействии прямоугольного температурного импульса в зависимости от его амплитуды и продолжительности действия.

4.1 Постановка задачи, граничные условия и алгоритм численного решения

Задача может быть сформулирована следующим образом: в процессе кристаллизации трубы длиной l , имеющей внутренний радиус R_1 и внешний R_2 , рис. 4.1, при скорости вытягивания V_0 , температурное поле T^0 удовлетворяет уравнению теплопереноса

$$k_s \left(\frac{1}{r} \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T^0}{\partial r} \right) \right) + \frac{\partial^2 T^0}{\partial z^2} \right) - V_0 \rho_s c_{ps} = 0 \quad (23)$$

при следующих граничных условиях: на внутренней и внешней поверхностях трубы задан теплообмен с окружающей средой, имеющей температуры θ_1^0 и θ_2^0 .

$$-k_s \frac{\partial T^0}{\partial r} = h_s (T^0 - \theta_2^0) |_{r=R_2}, \quad k_s \frac{\partial T^0}{\partial r} = h_s (T^0 - \theta_1^0) |_{r=R_1} \quad (24)$$

где

$$\theta_1^0 = T_1^0 + \frac{z}{l}(T_2^0 - T_1^0); \quad \theta_2^0 = T_3^0 + \frac{z}{l}(T_4^0 - T_3^0) \quad (25)$$

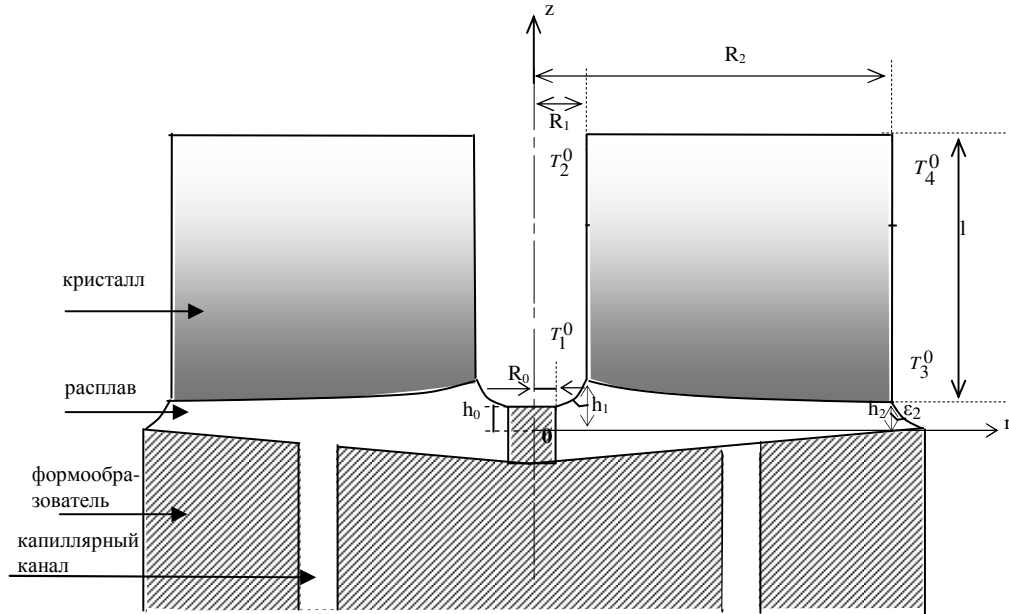


Рис. 4.1. Схема процесса роста, система координат и используемые обозначения

На нижнем и верхнем концах трубы заданы температуры

$$T_0(r,0) = T_0, \quad T^0(r,l) = T_c, \quad R_1 \leq r \leq R_2 \quad (26)$$

Температура $T(r,z,\tau)$ в кристалле при воздействии температурного импульса удовлетворяет следующему уравнению теплопроводности:

$$\frac{\partial T}{\partial \tau} = \frac{1}{r} \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \right) + \frac{\partial^2 T^0}{\partial z^2}, \quad (27)$$

$$\tau = at, \quad a = \frac{k_s}{c_{ps} \rho_s}.$$

с граничными условиями

$$-k_s \frac{\partial T}{\partial r} = h_s (T - \theta_2) |_{r=R_2}, \quad k_s \frac{\partial T}{\partial r} = h_s (T - \theta_1) |_{r=R_1} \quad (28)$$

$$T(r,0,\tau) = T_m, \quad T(r,l,\tau) = T_c, \quad R_1 \leq r \leq R_2$$

начальным условием

$$T(r,z,0) = T^0(r,z). \quad (29)$$

Температуры θ_1, θ_2 предполагаются изменяющимися во времени по закону

$$\begin{aligned} \theta_1 &= T_1^0 + \frac{z}{l}(T_2^0 - T_1^0) + A[\eta(t - \tau_1) - \eta(t - \tau_2)], \\ \theta_2 &= T_3^0 + \frac{z}{l}(T_4^0 - T_3^0) + A[\eta(t - \tau_1) - \eta(t - \tau_2)], \end{aligned} \quad (30)$$

где функция $\eta(t)$ - функция Хевисайда и коэффициент A определяет величину скачка температуры окружающей среды, τ_1, τ_2 - начальный и конечный моменты времени воздействия температурного импульса.

Поведение внутреннего $r_1(z)$ и внешнего $r_2(z)$ радиусов определяются из дифференциальных уравнений

$$\dot{r}_1 = -(V_0 - \dot{h}_1) \cdot \operatorname{tg}(\varepsilon_1 - \varepsilon_0), \quad r_1(0) = R_1; \quad (31)$$

$$\dot{r}_2 = (V_0 - \dot{h}_1) \cdot \operatorname{tg}(\varepsilon_2 - \varepsilon_0), \quad r_2(0) = R_2,$$

где h_1 и h_2 высоты мениска с внутренней и внешней сторон трубы, ε_1 и ε_2 углы между профильными кривыми менисков r_1 и r_2 и осью z , а ε_0 - угол роста.

Углы ε_1 и ε_2 находятся из капиллярных уравнений Лапласа, которые можно получить минимизируя функционал $J(r_1, r_2)$, представляющего собой с точностью до постоянной потенциальную энергию мениска расплава

$$J(r_1, r_2) = 2\pi\sigma \int_{h_0}^{h_1} r_1 \sqrt{1 + r_1'^2} dz + 2\pi\sigma \int_0^{h_2} r_2 \sqrt{1 + r_2'^2} dz + \pi r g \int_0^{h_2} (z + H) r_2^2 dz - \pi r g \int_{h_0}^{h_1} (z + H) r_1^2 dz. \quad (32)$$

Тогда уравнения и граничные условия, описывающие профильные кривые менисков r_1 и r_2 имеют следующий вид

$$\begin{aligned} \sigma \left(\frac{r_2''}{(1+r_2'^2)^{3/2}} - \frac{1}{r_2 \sqrt{1+r_2'^2}} \right) - \rho g(z+H) = 0, \quad r_2(0) = R_1, \quad r_2(h_2) = R_2, \\ \sigma \left(\frac{r_1''}{(1+r_1'^2)^{3/2}} - \frac{1}{r_1 \sqrt{1+r_1'^2}} \right) + \rho g(z+H) = 0, \quad r_1(h_0) = r_0, \quad r_1(h_1) = R_1. \end{aligned} \quad (33)$$

Внутренний и внешний радиусы, изменяющиеся при воздействии температурного скачка, могут быть найдены согласно уравнениям (34)

$$\begin{aligned} r_1(t) &= R_1 - \int_{\tau_1}^t (V_0 - \dot{h}_1) \operatorname{tg}(\epsilon_1 - \epsilon_0) dt, \\ r_2(t) &= R_2 + \int_{\tau_1}^t (V_0 - \dot{h}_2) \operatorname{tg}(\epsilon_2 - \epsilon_0) dt \end{aligned}$$

Зная температурное поле $T(r,z,t)$ можно определить положение фронта кристаллизации $f(r)$ путем проведения изотермы температуры плавления T_m , тогда высоты менисков h_1 и h_2 есть просто его значения при $r = R_1$ и $r = R_2$

$$h_1 = f(R_1), \quad h_2 = f(R_2). \quad (35)$$

Если заданы координаты точек зацепления мениска, имеющего внутренний и внешний радиусы $r_1(z)$ и $r_2(z)$, то краевые задачи (10) позволяют полностью определить $r_1(z)$ $r_2(z)$, а стало быть и углы ϵ_1 и ϵ_2 . Эти задачи решались методом Рунге-Кутты “стрельбой” из точек (R_1, h_1) и (R_2, h_2) в край центрального стержня и внешний край форообразующего устройства соответственно. Обозначим через $\Delta r_1(t)$ и $\Delta r_2(t)$ изменения внутреннего и внешнего радиусов трубы относительно их первоначальных значений R_1, R_2

$$\begin{aligned} \Delta r_1(t) &= \int_{\tau_1}^t (V_0 - \dot{h}_1) \operatorname{tg}(\epsilon_1 - \epsilon_0) dt, \\ \Delta r_2(t) &= \int_{\tau_1}^t (V_0 - \dot{h}_2) \operatorname{tg}(\epsilon_2 - \epsilon_0) dt. \end{aligned} \quad (36)$$

4.2 Результаты исследования

Вычисления проводили при следующих параметрах роста: скорость вытягивания $V_0 = 3,3 \cdot 10^{-3}$ см/с, амплитуда температурного скачка $A = -10^\circ\text{C}$, время воздействия температурных импульсов $\Delta\tau = \tau_2 - \tau_1 = 30, 60, 120$ сек,

исходя из экспериментальных данных, внешний и внутренний радиусы выращиваемого кристалла принимаем отличными на 0,01 см от габаритов формообразующего устройства: $R_2 = 0,49$ см и $R_1 = 0,11$ см соответственно, высота центрального стержня формообразователя $h_0 = 0,3$ см и его диаметр $R_0 = 0,1$ см, длина кристалла $l = 5,0$ см. Результаты расчетов представлены на рис. 4.2.

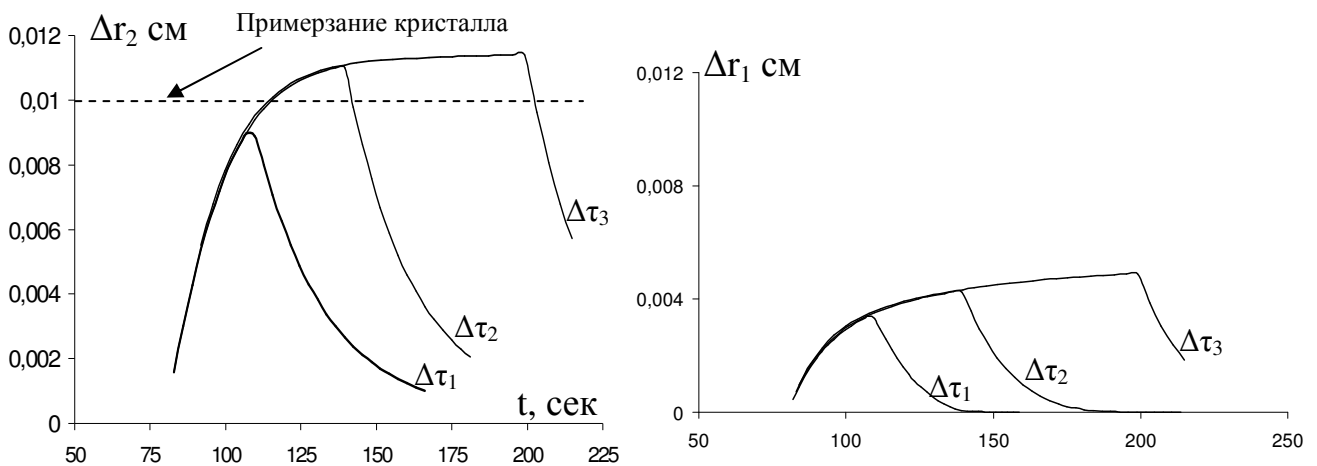


Рис. 4.2 Изменения внешнего Δr_2 и внутреннего Δr_1 радиусов в зависимости от времени температурного импульса $\Delta \tau_1$, $\Delta \tau_2$, $\Delta \tau_3$ с амплитудой $A = -10^\circ\text{C}$.

Из рисунка видно, что изменения внутреннего и внешнего радиуса по форме схожи, однако изменение внешнего радиуса Δr_2 в 1,5 – 2,5 раза превышает изменение внутреннего Δr_1 . Если максимальное изменение Δr_1 составляет 0,005 см, то при длительном воздействии температурного импульса, более 30 сек, максимальное изменение Δr_2 составляет более 0,01 см, что свидетельствует о «примерзании» кристалла к внешней кромке формообразователя. Эти данные хорошо согласуются с экспериментальными исследования динамических характеристик системы кристалл-расплав при выращивании сапфира способом Степанова, проведенные в работах [21, 95], которые показали, что незначительное изменение мощности нагрева на 0,2% (или 100 Вт) спустя 20-30 секунд отображается на динамической

характеристике системы кристалл-расплав и наблюдается отклонение производной сигнала датчика веса.

Обратимся теперь к случаю, когда импульс положителен. При этом также возможен выход процесса на новый стационарный режим роста (при большой продолжительности действия импульса Δt и достаточно малой его амплитуде), либо может произойти обрыв мениска вследствие его неустойчивости. Последнее сведется к исследованию второй вариации $\delta^2 J$ функционала $J(r_1, r_2)$: если $\delta^2 J > 0$, то мениск устойчив, и неустойчив в противном случае $\delta^2 J < 0$. Согласно (32) $\delta^2 J$ запишется в виде

$$\delta^2 J = (L_1, y_1, y_1) \cdot \xi^2 + (L_2, y_2, y_2) \cdot \eta^2, \quad (38)$$

где

$$L_s(y) = -\frac{d}{dz}(R_s y') + P_s y, \quad (39)$$

$$R_s = \frac{1}{2} \frac{r_s}{(1 + r_s'^2)^{3/2}}, \quad P_s = \frac{1}{2} \left((-1)^s (p - z) - \frac{r_s''}{(1 + r_s'^2)^{3/2}} \right), \quad s = 1, 2, \quad (40)$$

Поскольку $R_s > 0$, то в конечном счете задача сведется к выяснению являются ли операторы L_1 и L_2 положительно определенными. На этот вопрос можно ответить, вычисляя собственные значения этих операторов: если какое-либо из этих значений не положительно, то мениск неустойчив. Для нахождения используем метод Ритца [96]. Представим собственные вектора операторов L_1 и L_2 в виде

$$\varphi^{(s)} = \sum_{k=1}^n b_k^{(s)} e_k^{(s)}, \quad (41)$$

где

$$e_k^{(2)} = \sqrt{\frac{2}{h_2}} \sin \frac{k\pi}{h_2} z, \quad e_k^{(1)} = \sqrt{\frac{2}{h_1 - h_r}} \sin \frac{k\pi}{h_1 - h_r} (z - h_r). \quad (42)$$

Тогда собственные значения λ_s найдутся из системы алгебраических уравнений

$$(\Lambda_s - \bar{\lambda}_s I) b^{(s)} = 0, \quad (43)$$

где

$$\Lambda_s = \det[e_i^{(s)}, e_j^{(s)}], \quad i, j = 1, n$$

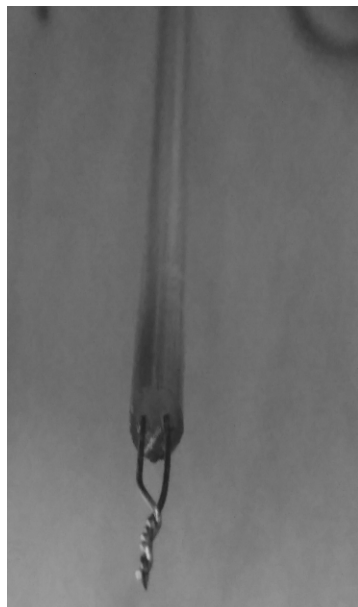
$$[e_k^{(1)}, e_j^{(1)}] = \int_0^{h_2} \left(R_1 e_k'^{(1)} e_j'^{(1)} + P_1 e_k^{(1)} e_j^{(1)} \right) dz, \quad [e_k^{(2)}, e_j^{(2)}] = \int_{h_r}^{h_1} \left(R_1 e_k'^{(2)} e_j'^{(2)} + P_1 e_k^{(2)} e_j^{(2)} \right) dz$$

Вычисления показали, даже при достаточно большой амплитуде температурного импульса (до 30°C) собственные значения λ_s положительны, причем минимальное собственное значение было близко к единице, иначе говоря, мениск расплава в широком диапазоне является устойчивым. Поведение Δr_1 и Δr_2 при положительном температурном импульсе является аналогичным случаю отрицательного импульса, с той лишь разницей, что Δr_1 и Δr_2 будут отрицательными, т.е. толщина стенки трубы будет уменьшаться.

Отсюда следует, что для проведения устойчивого процесса выращивания длинномерных сапфировых труб с малым внутренним диаметром из расплава способом Степанова необходимым условием является стабильность температуры нагревателя теплового узла. При использовании теплового узла индукционного нагрева, как показано в главе 2, основным источником тепловыделения является графитовый концентратор индукционных токов, стабильность температуры которого напрямую зависит от стабильности работы используемого генератора мощности нагрева (транзисторного преобразователя частоты). Проведенные нами исследования показали, что изменение выходной мощности, выдаваемой преобразователем частоты, на 100 Вт соответствует изменению температуры графитового концентратора на 10 °С. Измерения проводили с использованием инфракрасного пирометра MICRON M770, имеющего точность измерения 0,2%. Таким образом, для выращивания сапфировых труб с малым внутренним диаметром необходимым условием является наличие высокостабильного генератора, колебания выходной мощности нагрева которого не должны превышать 100 Вт.

4.3 Практическая реализация результатов исследования

Выращивание сапфировых трубок с внутренним диаметром менее одного миллиметра проводили на установке “Ника-Профиль”, производимой ФГУП ЭЗАН. Оборудование создано на базе современной механики и электроники, распределенных систем сбора и обработки данных, программного обеспечения управления процессом кристаллизации с возможностью адаптивного управления. Оборудование впервые оснащено адаптивной автоматической системой управления всеми стадиями технологического процесса, включая затравливание кристалла, высокочувствительной термокомпенсированной системой измерения веса растущего кристалла, прецизионным приводом вытягивания кристалла и высокостабильным транзисторным генератором индукционного нагрева ТПЧ –100мощность до 100 кВт, разработки Специального конструкторского бюро ФГУП ЭЗАН. Генератор выполнен с использованием силовых IGBT модулей в силовом канале и сигнальных микропроцессоров в канале управления, благодаря чему имеет высокий коэффициент полезного действия ($>0.95\%$) и низкую дискрету управления выходной мощностью (порядка 10 Вт или $0,02\%$ от номинала), что позволяет выращивать профилированные кристаллы сапфира с высокой точностью поддержания габаритов кристалла.



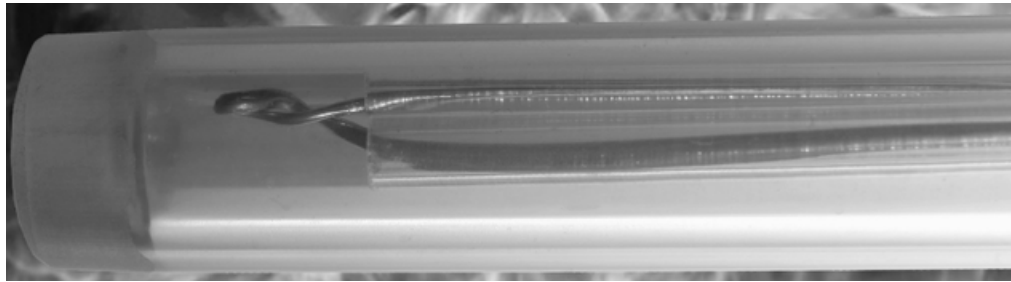


Рис. 4.3 Длинномерные сапфировые трубы с двумя отверстиями диаметром 0,9 мм для размещения термопары.

На рисунке 4.3 представлены результаты выращивания сапфировых трубок внешним диаметром 4,5 мм с двумя внутренними каналами диаметром 0,9 мм, которые могут быть использованы в качестве чехлов для термопар. Длина кристаллов составляет 450 мм.

4.2 Выводы

1. Для выращивания сапфировых труб с малым внутренним диаметром предложена конструкция формообразующего устройства, при которой создание внутреннего диаметра идет за счет наличия тонкого цилиндрического стержня в его центре, верхний торец которого расположен выше, чем внешний край формообразователя.
2. На основании предложенной математической модели роста кристаллических труб с малым внутренним диаметром способом Степанова и проведенных согласно ей вычислений определены максимально возможные колебания температуры нагревателя, при которых наблюдается стабильный процесс выращивания кристалла.
3. Определены требования к стабильности работы генератора мощности нагрева теплового узла, необходимые для выращивания сапфировых труб с малым внутренним диаметром.
4. На установке «Ника-Профиль» с использованием высокостабильного генератора ТПЧ-100 получены сапфировые трубочки длиной 450 мм, имеющие два полых канала диаметром 0,9 мм.

Основные результаты, представленные в данной главе диссертации, опубликованы в работах [97, 98].

5 ПРИМЕНЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ДЛЯ ОПТИМИЗАЦИИ ПРОЦЕССА ПРОМЫШЛЕННОГО ВЫРАЩИВАНИЯ САПФИРОВЫХ ПЛАСТИН

На сегодняшний день сапфир применяются в качестве защитных экранов для дисплеев мобильных телефонов, индивидуальных коммутаторов, носимых компьютеров и приборов. Увеличение размера экранов этих устройств и снижение их себестоимости требует развития технологии выращивания монокристаллических лент в группе, прежде всего в аспектах увеличения ее производительности, размера лент и качества кристаллов. Рост производительности достигается последовательным увеличением размера теплового узла, тигля, количества и размера кристаллов, выращиваемых в группе, что значительно повышает требования к созданию и поддержанию оптимального теплового поля в зоне кристаллизации. Основная причина этому состоит в том, что при выращивании кристаллов в группе рост каждого кристалла происходит из тонкой пленки расплава толщиной 0,1-0,3 мм, закрепленной на неподвижной рабочей поверхности отдельного формообразующего элемента, и допустимый диапазон изменения положения межфазной границы чрезвычайно мал. На практике это приводит к тому, что экспериментально удается подобрать оптимальные условия лишь для части кристаллов пакета, а условия кристаллизации остальных остаются неконтролируемыми. Поэтому при выращивании профилированных монокристаллических пластин сапфира в группе первичной задачей является выбор конструкции формообразующего устройства, пространственное расположение рабочих поверхностей которого компенсирует вышеуказанные

особенности. Наиболее эффективно эта задача может быть решена с помощью математического моделирования процесса тепломассопереноса.

Конструкция теплового узла для выращивания сапфировых пластин в группе способом Степанова является идентичной тепловому узлу для выращивания одиночных кристаллов в форме трубы или полусферы, за исключением используемого формообразующего устройства и экранировки зоны кристаллизации. В связи с этим тепловой узел теряет осевую симметрию и возникает необходимость проведения расчетов в трехмерной постановке, что является чрезвычайно трудоемкой задачей и требует использования дорогостоящего вычислительного оборудования.

В этой связи моделирование было разделено на два этапа. На первом из них, с целью определения объемной мощности источников тепла в тепловом узле индукционного нагрева, решалась задача глобального теплообмена во всей ростовой установке в осесимметричном приближении. Эти данные нами были взяты из совместного решения задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости для аналогичного теплового узла при исследовании процесса выращивания сапфировой трубы, описанных в главе 2.

На рис. 5.1 представлены результаты моделирования в осесимметричном приближении тепловых полей и скоростей течения расплава в тигле и защитного газа в ростовой камере, а так же распределение объемной мощности тепловыделения по высоте графитового концентратора индукционных токов.

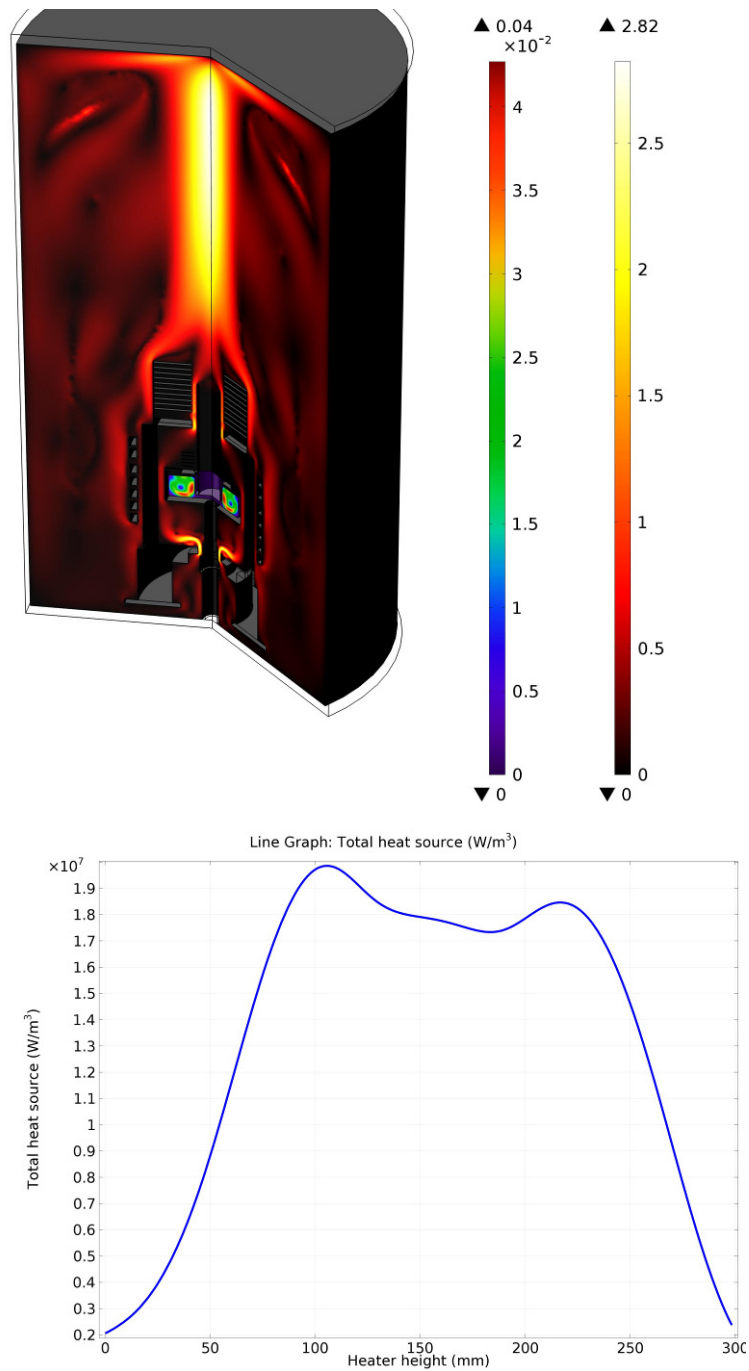


Рис. 5.1 Результаты моделирования тепловых полей и скоростей течения расплава в тигле и защитного газа в ростовой камере (а) и распределение объемной мощности тепловыделения по высоте графитового концентратора индукционных токов

Найденные на первом этапе значения объемной мощности тепловыделения на графитовых элементах теплового узла являлись граничными условиями для второго этапа моделирования, состоящего из решения трехмерной несимметричной задачи радиационно-конвективного теплообмена только для внутреннего наполнения теплового узла,

включающего в себя ленты сапфира, формообразующее устройство, тигель, расплав в капиллярных каналах, мениске и в тигле, систему радиационных молибденовых экранов зоны кристаллизации и защитный газ, аргон, заполняющий свободное пространство между элементами. Методика вычислений подробно описана в главе 2.

Исследование тепловых полей проводили для группового выращивания сапфировых лент толщиной 2,5 мм и шириной 90 мм. Сапфировые заготовки такого габарита могут быть использованы для изготовления защитных экранов для широкой номенклатуры современных смартфонов. В результате моделирования выполнены расчеты тепловых полей при использовании различных конструкций формообразующих устройств, позволяющих выращивать сапфировые ленты толщиной 2,5 x 90 мм в группе из 6, 12, 16 или 24 ленты одновременно. При групповом выращивании лент сапфира необходимым условием устойчивого роста полного пакета кристаллов является выбор пространственного расположения рабочих поверхностей формообразующего устройства таким образом, чтобы они располагались на одной изотермической поверхности.

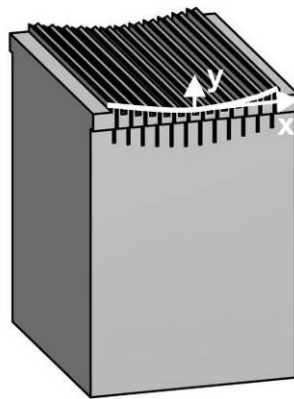


Рис. 5.2 Схематическое изображение изотермы формообразующего устройства для группового выращивания лент.

Линию, соединяющую самые высокие точки межфазных границ для каждой ленты пакета, будем называть изотермой формообразующего

устройства, рис. 5.2. В результате решения трехмерной задачи радиационно-конвективного теплообмена получено распределение температуры в тепловом узле (рис. 5.3).

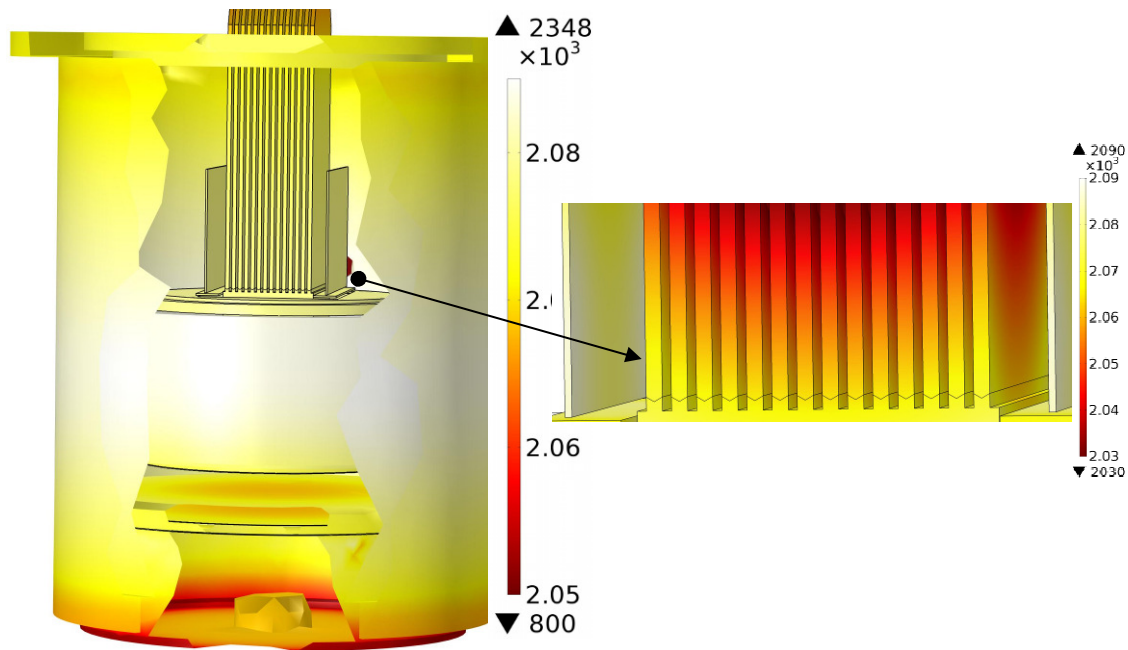


Рис. 5.3 Распределение температуры в кристаллах при групповом выращивании пакета сапфировых лент

Полученные результаты позволяют определить изотермы для различных формообразующих устройств, рис. 5.4. Из представленной зависимости видно, что для малого количества выращиваемых лент изотерма формообразующего устройства является практически плоской. В случае использования более габаритного формообразующего устройства, позволяющего выращивать до 24 лент в пакете, необходимо изготавливать формообразующее устройство со ступенчатым взаимным расположением рабочих поверхностей его элементов, суммарный пространственный перепад которых достигает 4,5 мм.

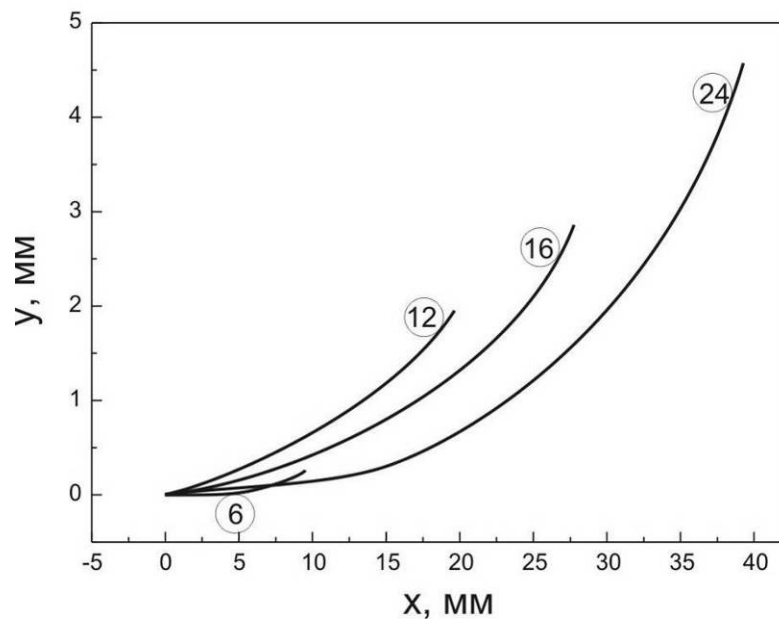
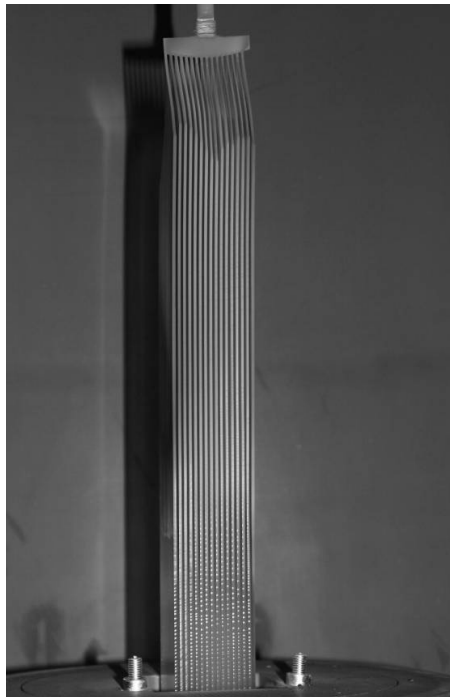


Рис.5.4. Изотермы формообразующих устройств для пакетного роста 6, 12, 16 и 24 лент (показаны правые ветви)

Экспериментальная верификация полученных результатов проводилась при групповом выращивании 12 и 16 сапфировых ленты размером 2,5 x 90 мм на установке НИКА-ПРОФИЛЬ, выпускаемой ФГУП ЭЗАН. Пакеты кристаллов из 16 лент и сапфировые заготовки защитных экранов показаны на рис. 5.5. Геометрия всех лент пакета практически идентична и соответствует задаваемой формообразователем, в ходе процесса роста оттока расплава с формообразующих поверхностей не наблюдалось.

Изложенные в данной главе результаты опубликованы в работах [87, 99 - 101].



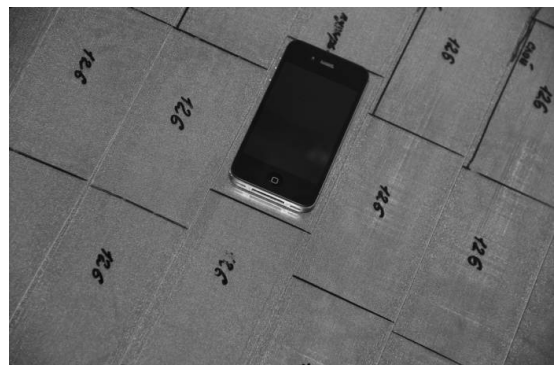
(a)



(б)



(в)



(г)

Рис. 5.5. Пакет из 16 сапфировых лент (а), относительный размер пакета лент (б, в) и заготовки сапфировых защитных экранов современных смартфонов, изготовленные из полученных кристаллов (г)

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. На основе программного пакета для мультифизического моделирования COMSOL Multiphysics создан виртуальный тепловой узел для выращивания профилированных кристаллов сапфира.

2. Впервые проведено численное моделирование процесса выращивания, включающее решение задач индукционного нагрева, теплопередачи в твердом теле, жидкости и газе, радиационного теплообмена, гидродинамики расплава, газовой динамики, термоупругости. Исследовано влияние важных технологических параметров на распределение температуры и термических напряжений сапфировой трубе и полусфере. Определены скорости течения защитного газа в тепловом узле и рабочей камере ростовой установки.

3. Проведены исследования распределения температуры и термических напряжений в сапфировой трубе и полусфере, выращиваемых из расплава способами Степанова и локального динамического формообразования. Установлено, что при выращивании сапфировой трубы температурные напряжения в кристалле достигают максимальных значений на фронте кристаллизации ближе к внешнему краю трубы и в достаточно широкой зоне высотой 35-40 мм на внутренней и внешней поверхности трубы, находящейся на вертикальном удалении 10-12 мм от фронта кристаллизации. Показано, что на начальном этапе выращивания кристалла сапфира в форме полусферы пиковые температурные напряжения достигаются на внешней кромке кристалла. При увеличении диаметра основания кристалла максимум напряжений смещается на внутреннюю поверхность кристалла непосредственно под затравочным кристаллом.

4. Установлено, что для минимизации термических напряжений в сапфировой трубе необходимо использование наклонных под 45° к оси выращивания кристалла пластинчатых экранов зоны кристаллизации. При выращивании сапфировой полусферы способом локального динамического

формообразования, использование полусферического радиационного экрана, установленного вокруг кристалла, позволяет снизить уровень термических напряжений в большей части полусферы.

5. На основе результатов численного моделирования проведена оптимизация конструкции теплового узла для выращивания сапфировой трубы и полусферы, включающая изменение конструкции радиационной экранировки зоны кристаллизации, и обеспечивающая значительно более низкий уровень термических напряжений в сапфировой трубе и полусфере.

6. Исследовано влияние основных технологических параметров на распределение температуры в кристалле с изменяемой формой боковой поверхности, выращиваемого способом локального динамического формообразования. Определено оптимальное сочетание скоростей вращения, вытягивания кристалла и размера формообразующего устройства, позволяющее снизить неоднородность температурного поля и уменьшить температурные напряжения в кристалле.

7. Реализованы условия контролируемого увеличения продольного размера мениска и потока расплава к межфазной границе при выращивании крупногабаритных кристаллов сапфира с изменяемой геометрией боковой поверхности. Экспериментально установлено, что устойчивость формы кристалла и процесса кристаллизации наиболее высока при использовании формообразователя, кромки рабочей поверхности которого выполнены в виде дуги окружности.

8. Для выращивания сапфировых труб с малым внутренним диаметром предложена конструкция формообразующего устройства, при которой создание внутреннего диаметра идет за счет наличия тонкого цилиндрического стержня в его центре, верхний торец которого расположен выше, чем внешний край формообразователя. На основании предложенной математической модели роста кристаллических труб с малым внутренним диаметром способом Степанова и проведенных согласно ей вычислений определены максимально возможные колебания температуры нагревателя,

при которых наблюдается стабильный процесс выращивания кристалла. Показана необходимость использования высокостабильного транзисторного генератора для прецизионного управления тепловым полем в зоне кристаллизации.

9. Проведено исследование температурных полей при групповом выращивании сапфировых лент. Определено пространственное расположение рабочих поверхностей формообразующего устройства, соответствующее одной изотермической поверхности, что позволяет проводить устойчивый групповой рост сапфировых пластин в пакете до 24 шт.

10. На основе полученных результатов теоретических и экспериментальных исследований проведена оптимизация технологических процессов выращивания кристаллов сапфира в форме труб, полусфер и пластин.

Список использованной литературы

1. Гавриш С.В. Разрядные источники излучения с сапфировой оболочкой// Прикладная физика, №4, 2011. – с.42-49.
2. Добровинская Е.Р., Литвинов Л.А., Пищик В.В. Энциклопедия сапфира/ Харьков: Институт монокристаллов. 2004. – с. 508.
3. Градов В.М., Гавриш С.В., Тереньтьев Ю.И. Особенности конструкции и работы ламп с сапфировыми оболочками // Научно-технический журнал. Светотехника. №2. 2008 – с.12-19.
4. Рохлин Г.Н. Разрядные источники света / Москва. Энергоатомиздат. 1991. – с. 25.
5. Гавриш С.В. Теплофизические процессы в сапфировых колбах разрядных ламп // Прикладная физика. 2010. №4. – с.45-51.
6. Браиловский В.Б., Гавриш С.В., Рыжков А.Е. Дефекты структуры и диагностика характеристик труб из профилированных монокристаллов корунда для оболочек импульсных разрядных ламп ИК-излучения// Контроль. Диагностика. 2007. №2. – с.49-59.
7. Gaidukov E. N., Brailovskii V. B., Gavrish S. V., Ryzhkov A. E. Breaking stresses in seals of sapphire lamps // Light & Engineering. 1998. V. 6. No. 1. p. 37-41.
8. Шikuнова И.А., Курлов В.Н., Классен Н.В. Использование профилированных кристаллов сапфира в медицине // Материаловедение. 2007. № 10. – с. 43-55.
9. Антонов П.И., Крымов В.М. и др. Профилированные кристаллы сапфира для офтальмологии // Наука – производству. 2005. № 2(82). – с. 12-15.
10. Шikuнова, И.А., Шikuнов, С.Л., Курлов, В.Н., Лощенов, В.Б. Сапфировый скальпель с возможностью лазерной коагуляции биологической ткани // Материаловедение. 2010 Т.7 № 12. – с. 26-29.

11. Ivakin, Y.D., Danchevskaya G. P., Muravieva M. N. Topography of reaction space during induced formation of fine-crystalline corundum in scwf // France: Proceeding of the 14th European Meeting on Supercritical Fluids. 2014. – p. 35.
12. Ивакин, Ю.Д., Данчевская М.Н., Муравьёва Г.П. Индуцированное формирование кристаллов корунда в сверхкритическом водном флюиде // Сверхкритические флюиды: теория и практика. 2014. Т. 9, № 3. – с. 36-54.
13. Гращенков Д. В., Чурсова Л.В., Стратегия развития композиционных и функциональных материалов / Москва. ВИАМ. 2012. – с. 231.
14. Бокштейн С.З., Зайцев Г.Н., Кишкин С.Т. и др. Механические свойства нитевидных кристаллов сапфира при высоких температурах // Физика твердого тела. 1970. Т. 12. №6. – с. 1629-1634.
15. Высокопроизводительная ультрафиолетовая стерилизация воды с использованием сапфировых труб URL:<http://промкаталог.рф/PublicDocuments/0629345.pdf> (дата обращения 09.06.2017).
16. Браиловский В.Б., Гавриш С.В., Рыжков А.Е. Дефекты структуры и диагностика характеристик труб из профилированных монокристаллов корунда для оболочек импульсных разрядных ламп ИК излучения// Контроль. Диагностика. №2. – с. 49-54.
17. Бородин В.А. Новые технологии выращивания сапфировых изделий из расплава. Автореферат диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук. Институт физики твердого тела АН СССР, 1991.
18. Voloshin O.V., Lytvinov L.A., Slyunin E.V. Potentialities for sapphire strength enhancement // Functional materials. 2007. V.14. No.4. –p.569-572.
19. Бахолдин С.И., Крымов В.М., Носов Ю.Г. и др. Влияние тепловых экранов на распределение температуры, термические напряжения и

- дефектную структуру при выращивании профилированных кристаллов сапфира // Кристаллография. 2010. Т.55. № 4. – с. 749-756.
20. Theodore F., Duffar T., Satailler J.L., Pesenti J., et al. M Crack-free sapphire domes directly grown from the melt using the capillary GES solidification process // Journal of Crystal. Growth. 1999. V. 204, No. 3. – p. 317-324.
 21. Бородин А.В. Процессы кристаллизации и формообразования профилированных изделий из монокристаллов сапфира и разработка новых технологий их получения. Автореферат диссертации на соискание ученой степени доктора технических наук, Москва. 2010.
 22. Васильев М.Г., Юферев В. С. Радиационный-кондуктивный теплообмен в тонкой полупрозрачной пластине в световодном приближении при зависимости коэффициента поглощения от температуры и частоты // ЖПМТФ, 1981, с. 98-103
 23. Антонов П.И., Бахолдин С.И., Галактионов Е.В., Троп Э.А., Никаноров С.П. Анизотропия термоупругих напряжений в профилированных кристаллах сапфира // Сборник: Рост из расплава и раствора в расплаве. Расширенные тезисы 6 международной конференции по росту кристаллов, т. 2. М.: 1980. – с. 180.
 24. Антонов П.И., Крымов В.М., Никаноров С.И. Связь термических напряжений, действующих по системам скольжения, с дислокационной структурой лент германия, выращиваемых, способом Степанова // Расширенные тезисы 6 Международной конференции по росту кристаллов, т. 2. М.: 1980. – с. 182.
 25. Вандакуров И.Ю., Галактионов Е.В. Асимптотический расчет температуры и термоупругих напряжений в кристаллических стержнях, выращиваемых из расплава по способу Степанова // Изв. АН СССР, Сер. физ., 1983, т. 47, № 2. – с. 279-286.
 26. Вандакуров И.Ю., Галактионов Е.В., Крымов В.М. Расчет термоупругих напряжений в монокристаллах германия прямоугольного

- сечения // Материалы 9 Совещания по получению профилирования кристаллов. Ленинград. 1982. – с. 84-87.
27. Антонов И.И., Бахолдин С.И., Вандакуров И.Ю., Галактионов Е.В., Крымов В.М., Троп Э.А. Влияние симметрии свойств и формы кристаллов на термоупругие напряжения, возникающие в них при выращивании способом Степанова // Тезисы 6 Всесоюзной конференции по росту кристаллов, т. 1. Ереван: Изд.-во ЕГУ. 1985. – с. 172-173.
28. Носов Ю.Г., Трегубова А.С., Щульпина И.Л., Антонов П.И. Влияние тепловой экранировки на дислокационную структуру ленточных кристаллов антимонида индия // Расширенные тезисы 6 Международной конференции по росту кристаллов, т. 2 // М., 1980. – с. 205-206.
29. Бахолдин С.И., Галактионов Е.В., Засимчук И.К., Фомин А.В. Дислокационная структура и термоупругие напряжения в монокристаллах цинка // Материалы 9 Совещания по получению профилированных кристаллов. Ленинград, 1982. – с. 88-90.
30. Бахолдин С.И., Вандакуров И.Ю., Галактионов Е.В., Крымов В.М. Термические напряжения и дислокационная структура в трубчатых монокристаллах, выращиваемых из расплава // Материалы Всесоюзного совещания по получению профилирования кристаллов. // Ленинград, 1986. – с. 179-183.
31. Antonov P.I., Galactionov E.V., Krymov V.M., Kolesnikov E.N., Yuferef V.S. The formation of a dislocation structure in ribbon-shaped germanium single crystal under thermal stress // J. Crystal Growth, 1980, v.50, №1. – p. 325-329.
32. Антонов П.И., Бахолдин С.И., Галактионов Е.В., Троп Э.А., Вандакуров И.Ю. Влияние анизотропии теплофизических и упругих свойств на термические напряжения // Изв. АН СССР, Сер. физ., 1983. т. 47, № 2. – с. 286-292.

33. Антонов И.И., Бахолдин С.И. Определение напряжений в монокристаллах германия при асимметрии тепловых условий путем введения эффективной анизотропии теплопроводности // Материалы Всесоюзного совещания по получению профилирования кристаллов. Ленинград, 1986, с. 202.
34. Antonov P.I., Bakholdin S.I., Krymov V. M., Nikanorov S.P. Formation of dislocation structure in shaped single crystals during their growth from the melt by Stepanov's method // Cryst. Res & Technol., 1984, v. 19, No 6. – p. 769-780.
35. Ettouney H.M., Kalejs J.P. and Brown R.A. Analysis of operating limits in edge-defined film-fed crystal growth. // J. Crystal Growth, 1983, v. 62. – p. 230-246.
36. Kalejs J.P., Chin L.Y., Carlson F.M. Interface shape studies for silicon ribbon growth by the EFG technique. Transport phenomena modeling // J. Crystal Growth, 1983, v. 61. – p. 473-484.
37. Ettouney H.M. and Brown R.A. Mechanisms for lateral solute segregation in edge-defined film-fed crystal growth // J. Appl. Phys, 1984, v. 55. – p. 4384-4391.
38. Ettouney H.M., Kalejs J.P. and Brown R.A. Comparison of finite element calculations and experimental measurements in edge-defined film-fed growth of silicon sheets // J. Crystal Growth, 1984, v.70. – p. 306-313.
39. Kalejs J.P., Ettouney H.M. and Brown R.A. Finite element analysis of process control and operation limits in edge-defined film-fed silicon and sapphire ribbons // Acta Physica Hungarica, 1985, v. 57. – p. 189-203.
40. Sackinger P.A., Brown R.A., and Derby J.J. A finite element method for analysis of fluid flow, heat transfer and free interfaces in Czochralski crystal growth // Intern. J. Numer. Meth. Fluids 9(4), 1989. – p. 453-492.
41. Kuppurao S. and Derby J.J. Finite element formulations for accurate calculation of radiant heat transfer in diffuse-gray enclosures // Numer. Heat Transfer, Part B: Fundamentals 24, 1993. – p. 431-454.

42. Юферев В.С., Васильев М.Г., Проэкт Л.Б. Новый метод решения задач переноса излучения в излучающих, поглощающих и рассеивающих средах // ЖТФ, 1997, том 67, выпуск 9. – с.1-7.
43. Руколайне С.А., Юферев В.С., Васильев М.Г., Колесникова Э.Н. Численное решение осесимметричных задач переноса излучения методом характеристик / Вопросы математической физики и прикладной математики. – СПб, ФТИ им. Иоффе РАН, 2001. – с. 263-271.
44. Васильев М.Г., Юферев В.С. Моделирование процессов теплообмена с учетом объемного тепловыделения в нагревателе при выращивании трубчатых кристаллов сапфира из расплава методом Степанова // Изв. Акад. Наук Сер. Физ., 1999, т. 63, №9. – с. 1798-1806.
45. Бахолдин С.И., Вандакуров И.Ю., Крымов В.М. Термоупругие напряжения, действующие в базисной и призматической системах скольжения при выращивании лент лейкосапфира нулевой и 90-градусной ориентации // Изв. Акад. Наук, Сер. Физ., 1999, т. 63, № 9. – с. 1816-1824.
46. Куандыков Л.Л. Исследование процесса выращивания способом Степанова лент сапфира различной ориентации. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. // СПб., 2004.
47. Куандыков Л.Л., Бахолдин С.И., Шульпина И.Л., Антонов П.И. Модель образования блочной структуры в базисноограниченных лентах сапфира. // Изв. РАН, Сер. Физ., 2005, т. 68. с. 784-792.
48. Kuandykov L.L., Bakholdin S.I., Shulpina I.L., Antonov P.I. Model of a block structure generation in basal-faceted sapphire ribbons. // J. Cryst. Growth, 2004, v. 275, 1-2. p. 625-631.
49. Yuferev V.S., Krymov V.M., Kuandykov L.L., Bakholdin S. I., Nosov Y.G., Shulpina I.L., Antonov P.I. The growth of sapphire ribbons with a basal facet surface // J. Cryst. Growth, 2005, v.275, 1-2. p. 785-790.

50. Васильев М.Г., Юферев В.С. Влияние радиационного переноса тепла на форму фронта кристаллизации на стадии разращивания базисноограниченных лент сапфира // Изв. РАН, Сер. Физ., 2004, т.68, №6. – с. 814-821.
51. Жданов А.В., Николаева Л.П. Температурные напряжения в трубах, получаемых из расплава способом Степанова, в процессе их остывания // ИФЖ, 1995, т. 68, № 1. – с. 86-91.
52. Бородин В.А., Жданов А.В., Францев Д.Н. Математическое моделирование распределения примеси в мениске расплава при росте профилированных кристаллов сапфира // Физика кристаллизации. М.: Физ. Мат. Лит., 2002. – с. 276-284.
53. Bunoiu O., Duffar T., Theodore F., Santailier J., Nicoara I. Numerical Simulation of the Flow Field and Solute Segregation in Edge-Defined Film-Fed Growth // J. of Crystal Growth, 2001, v.12/ – p. 707-717.
54. Yeckel A. and J. J. Derby. Computer modeling of bulk crystal growth in bulk crystal growth of electronic // Optical and Optoelectronic Materials, Willey, Feb. 2005. – p. 574 – 580.
55. Müller G. and Friedrich J. Challenges in modeling of bulk crystal growth // J. of Crystal Growth, 2004, v. 266, No 1-3. – p. 1-19.
56. Fischer B., Friedrich J., Jung T., Hainke M., Dagner J., Fühner T. and Schwesig P. Modeling of industrial bulk crystal growth—state of the art and challenges // J. of Crystal Growth, 2005, v. 275, No 1-2, 15 – p. 240-250.
57. Лохару Э.Х., Юферев В.С., Антонов П.И. Особенности распределения температуры при одновременном выращивании нескольких пластин // Изв. АН СССР, Сер. физ., 1980, т. 44, № 2. – с. 276-278.
58. Бородин А. В., Жданов А. В., Николаева Л. П., Петьков И. С. Моделирование пакетного роста кристаллических лент из расплава способом Степанова // Изв. РАН, Сер. Физ., 1999, т. 9. – с. 2000-2015.

59. Антонов П. И., Носов Ю. Г., Никаноров С. П. Формообразование кристаллов из элемента формы расплава // Изв. АН СССР. Сер. физ., 1985, т.49, № 12. – с.2298-2300.
60. Бородин В.А., Сидоров В.В., Стериополо Т.А., Татарченко В.А., Яловец Т.Н. Исследование процесса кристаллизации способом локального формообразования и создание установки "Кристаллизационный центр" для выращивания сложных сапфировых изделий из расплава // Изв. АН СССР, Сер. физ., 1988, т. 52, № 10. – с. 2009-2017.
61. Borodin V.A., Sidorov V.V., Rossolenko S.N., Steriopollo T.A., Tatarchenko V.A. Local shaping technique and new growth apperatus for complex sapphire products // J. of Crystal Growth, 1990, v. 10, № 1. – p. 68-76.
62. Бородин В.А., Осипьян Ю.А. Развитие технологий формообразования кристаллов, получаемых из расплава // Поверхность. Рентгеновские, синхронные и нейтронные исследования, 2001, №10. – с.90-96
63. Borodin V.A., Sidorov V.V., Rossolenko S.N., Steriopollo T.A., Yalovets T.N. Development of the Stepanov (edge-defined film-fed growth) method: variable shaping technique and local dynamic shaping technique // J. of Crystal Growth, 1999, v. 198/199. – p. 201-209.
64. Kurlov V.N., Theodore F. Growth of sapphire crystals of complicated shape// J. of Cryst. Res. and Technology, 1999, v. 34, No. 3. – p. 293-300.
65. Theodore F., Duffar F., Santailier J.L., Pesenti J., Keller M., Dusserre P., Louchet F., Kurlov V.N. Sapphire hemispheres grown by the GES method. // Bull. Rus. Acad. Sci., Physics, 1999, v. 63, No 9. – p. 1323-1326.
66. Theodore F., Duffar F., Santailier J.L., Pesenti J., Keller M., Dusserre P., Louchet F., Kurlov V.N. Prevention of cracking during sapphire hemisphere growth by the GES method // Bull. Rus. Acad. Sci., Physics, 1999, v. 63, №9. – p. 1327-1333.

67. Theodore F., Duffar T., Santaller J.L., Pesenti J., Keller M., Dusserre P., Louchet F., Kurlov V.N. Crack-free sapphire domes directly grown from the melt using the capillary GES solidification process // J. of Cryst. Growth, 1999, v. 204, No. 3. – p. 317-324.
68. Schmid F., Khattak C.P. Current status of sapphire technology for window and dome applications // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 1989, v. 1096. – p. 25-31.
69. Schmid F., Khattak C.P., Rogers H.H. et al. Current status of very large sapphire crystal growth for optical applications. // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 1999, v. 3705. – p. 70-76.
70. Askinazi J., Wientzen R.V., Khattak C.P. Development of large aperture, monolithic sapphire optical windows. // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 2001, v. 4375. – p. 1-11.
71. Khattak C.P., Schmid F. Production of near-net-shaped sapphire domes using the Heat Exchanger Method (HEM). // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 1992, v. 1760. – p. 41-45
72. Biderman S., Horowitz A., Einav Y., Ben Amar G., Gazit D., Stern A. and Weiss M. Production of Sapphire Domes by the Growth of Near-Net-Shape Single Crystals. // Proc. SPIE, 1991, v.1535. – p. 27-34.
73. Horowitz A., Biderman S., Gazit D., Einav Y., Amar G. Ben and Weiss M. The Growth of Dome Shaped Sapphire Crystals by the GSM Method // J. of Cryst. Growth, 1993, v. 128. – p. 824-828.
74. Locher J.W., Bennett H.E., Archibald P.C., Newmyer C.T. Large diameter sapphire dome: fabrication and characterization. // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 1990, v. 1326. – p. 2-10.
75. Locher J.W., Bates H.E., Severn W.C. et al. 80 – mm EFG sapphire dome blanks yield high-quality low-cost single crystal domes. // SPIE Window and Dome Technologies and materials, 1992, v. 1760. – p. 48-54.

76. Kurlov V.N., Epelbaum B.M. Fabrication of near-net-shaped sapphire domes by noncapillary shaping method // J. of Cryst. Growth, v. 179, 1997. – p. 175-180.
77. Modest M.F. Radiative Heat Transfer / Academic Press, San Diego, California, 2003. – p.184.
78. Зигель Р., Хауэлл Д. Теплообмен излучением / Москва. Мир, 1975. – с.426.
79. Dobrovinskaya E. R. et al. Sapphire: Material, Manufacturing, Applications/ Springer, 2009. – p. 37.
80. Рубцов Н.А.. Теплообмен излучением в сплошных средах/ Новосибирск. Наука, 1984. – с. 185.
81. Маурах М.А., Митин Б.С. Жидкие тугоплавкие окислы / М. Металлургия, 1979. – с. 78.
82. Добровинская Е. Р., Литвинов Л.А., Пищик В.В. Энциклопедия сапфира / Харьков. Изд-во Институт монокристаллов, 2004, – с. 40.
83. Borodin A. V., Borodin V. A., Zhdanov A. V. Simulation of the pressure distribution in the melt for sapphire ribbon growth by the Stepanov (EFG) technique // J. of Crystal Growth, 1999, v. 198-199, No 1. – p. 220-224.
84. Bunoiu O., Duffar T., Theodore F. et al. Numerical simulation of the flow field and solute segregation in edge-defined film-fed growth // J. of Crystal Growth, 2001, v.12. – p. 707-71.
85. Бородин В.А., Бородин А.В., Жданов А.В., Юдин М.В., Францев Д.Н. Температурные поля в трубах, получаемых из расплава методом локального формообразования // Изв. РАН Сер. физ., 2004, т. 68, №6. – с. 820-824.
86. Borodin A.V., Borodin V.A., Frantsev D.N., Yudin M. V., Mosharov T. A. Growth and characterization of large-scale sapphire domes produced from the melt by the local dynamic shaping technique // J. of Crystal Growth, 2005, v. 275, No 1-2. – p. 2105-2111.

87. Бородин А.В., Юдин М.В., Францев Д.Н. Виртуальный тепловой узел для численного исследования процесса выращивания профилированных кристаллов сапфира // Научное приборостроение, 2017, т.27, №3. – с.70-80.
88. Бородин В.А., Жданов А.В, Юдин М.В. Температурные напряжения в трубах, получаемых из расплава способом Степанова, при воздействии на них температурных импульсов // Известия РАН Серия физическая. 2004, т. 68, №6. – стр. 825-827.
89. Бородин В.А., Сидоров В.В., Татарченко В.А. Устойчивость процесса кристаллизации труб способом локального формообразования // Изв. АН СССР. Неорг. мат., 1990, т. 26, № 1. – с. 206-210
90. Бородин А. В., Юдин М.В., Мошаров Т.А. Патент № 145117 (РФ). Устройство для выращивания профилированных кристаллов в виде полых тел вращения.
91. Бородин А.В., Бородин В.А., Францев Д.Н., Юдин М.В., Мошаров Т.А. Управление профилем кристалла при выращивании сапфировых полусфер диаметром 100 мм методом локального динамического формообразования // Изв. РАН Сер. физ. ,2004, т. 68, №6. – с. 791-796.
92. Бородин А.В., Бородин В.А., Францев Д.Н., Юдин М.В. // Разработка оборудования и развитие технологии получения кристаллов сапфира сложной формы методом локального динамического формообразования // Тезисы докладов XI национальной конференции по росту кристаллов. М. ИК РАН, 2004. – с. 166.
93. Андреев В.С., Бородин А.В., Бородин В.А, Юдин М.В., Мошаров Т.А., Францев Д.Н. Разработка оборудования и технологии выращивания монокристаллов сапфира сложной формы // Тезисы докладов XII национальной конференции по росту кристаллов. М.: ИК РАН, 2006. – с. 497.
94. Borodin A.V., Borodin V.A., Frantsev D.N., Yudin M.V., Mosharov T.A. Advanced technologies of shaped sapphire fabrication // Abstracts of the

fifteenth international conference on crystal growth (ICCG-15). Salt lake city, USA, 2007. – p. 254.

95. Францев Д.Н. Создание адаптивной системы управления процессом роста кристаллов для способов Степанова и Чохральского и разработка системы сквозной автоматизации группового выращивания профилированных кристаллов сапфира. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. // Москва. 2008. – с. 47.
96. Михлин С. Г. Вариационные методы математической физики/ Москва. Мир. 1970. – с. 142.
97. Бородин В.А Жданов А.В., Юдин М.В. Выращивание труб с малым внутренним диаметром из расплава способом Степанова // Известия РАН Серия физическая. 2004, т. 68, №6. – с. 797-801.
98. Жданов А. В., Юдин М. В. Выращивание труб с малым внутренним диаметром из расплава способом Степанова // Тезисы конференции по выращиванию кристаллических изделий способом Степанова, пластичности и прочности кристаллов. Санкт-Петербург, 2003.–с. 20-21
99. Жданов А. В., Бородин А. В., Юдин М. В. Температурные поля в тонких широкопрофильных пластинах, получаемых из расплава способом Степанова, в несимметричных условиях роста // ИФЖ, 2010, т. 83. – с. 447-451.
- 100.Бородин А.В., Юдин М.В., Францев Д.Н., Мошаров Т.А. Технология и автоматизированное оборудование для производства защитных сапфировых экранов для мобильных устройств // Научное приборостроение, 2014, т.24, №3. – с.99-104.
- 101.Юдин М.В., Белов Д.Ю. Применение систем автоматизированного проектирования и численного моделирования физических процессов для разработки электротермического оборудования и технологий получения и обработки материалов // Образовательные ресурсы и технологии, 2016, т.13, №1. – с. 60-63.