

*На правах рукописи*



Мамедов Васиф Мамедович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ВЫРАЩИВАНИЯ  
ОКСИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДАМИ  
ЧОХРАЛЬСКОГО И СТЕПАНОВА С ПОМОЩЬЮ  
ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА**

Специальность 01.04.07 – “Физика конденсированного состояния”

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата  
физико-математических наук

Санкт-Петербург 2010

Работа выполнена в **Физико-техническом институте им. А.Ф.Иоффе**

**Научный руководитель:**

доктор физико-математических наук,  
старший научный сотрудник

**Юферев Валентин Степанович**

ФТИ им. А.Ф. Иоффе

**Официальные оппоненты:**

доктор технических наук,  
старший научный сотрудник

**Курлов Владимир Николаевич**

Институт Физики твердого тела РАН

доктор физико-математических наук,  
старший научный сотрудник

**Жмакин Александр Игоревич**

ФТИ им. А.Ф. Иоффе

**Ведущая организация:**

**Учреждение Российской Академии наук**

**Институт кристаллографии**

**им. А.В.Шубникова РАН**

Защита состоится «22» апреля 2010 г. в 16 час 30 минут

на заседании диссертационного совета Д.002.205.01 в Физико-техническом институте им. А.Ф.Иоффе (194021 Санкт-Петербург, Политехническая ул., 26).

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке

Физико-технического института им. А.Ф.Иоффе

Автореферат разослан «16» марта 2010 г.

**Ученый секретарь**

диссертационного совета Д 002.205.01

кандидат физико-математических наук



**А.А. Петров**

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### **Актуальность темы**

Высококачественные кристаллы оксидных соединений широко используются при производстве различного рода оптических приборов, интенсивно применяемых в медицине, науке и промышленности. Потребность в оксидных кристаллах непрерывно растет, ужесточаются требования к структурному качеству выходной продукции. При этом жесткая конкуренция вынуждает производителей стремиться к постоянному снижению себестоимости производства. Достигнуть этого можно только путем непрерывного совершенствования ростовых технологий. Традиционный эмпирический метод оптимизации ростовой технологии является чрезвычайно дорогостоящим и медленным. Поэтому разработка адекватной математической модели ростового процесса является исключительно актуальной, т.к. оптимизация с активным использованием вычислительного аппарата требует меньшего количества экспериментов и может быть сделана в более сжатые сроки. Можно сказать, что в этом смысле оксидные кристаллы повторяют путь, пройденный полупроводниками. Однако в отличие от полупроводников, роль моделирования при проектировании и отработке процессов выращивания оксидных кристаллов до сих пор остается весьма и весьма скромной. Причина этого состоит в том, что процессы теплообмена при выращивании оксидов являются гораздо более сложными. Оксидные кристаллы, во-первых, имеют достаточно низкую теплопроводность, как в жидкой, так и в твердой фазе, а во-вторых, как правило, сохраняют достаточную прозрачность для инфракрасного излучения вплоть до температуры плавления. В результате при выращивании оксидов перенос тепла в расплаве определяется конвекцией, а в кристалле - излучением, что предъявляет более высокие требования, как к используемым моделям, так и к знанию теплофизических и оптических свойств кристаллов и их расплавов. Видимо поэтому, хотя в настоящее время имеется несколько коммерческих пакетов программ, позволяющих моделировать процесс Чохральского, применительно к оксидным кристаллам, все эти пакеты могут рассчитывать лишь стационарные поля и стационарную форму фронта кристаллизации при заданной форме кристалла. Таким образом, задача создания виртуального процесса Чохральского, позволяющего моделировать на компьютере весь процесс роста оксидного кристалла от момента затравления до окончания процесса вытягивания, оставалась до сих пор нерешенной. При этом, для оксидов потребность именно в нестационарном моделировании является существенно большей, чем для полупроводников, например, из-за явления инверсии фронта кристаллизации, когда прогиб фронта резко уменьшается за относительно небольшой промежуток времени.

Помимо метода Чохральского получили распространение и другие технологии выращивания оксидных кристаллов. Для выращивания профилированных кристаллов широко используется способ Степанова, который позволяет получать монокристаллы с сечением практически любой формы. Наиболее актуальные профили – это стержни, трубки и ленты. Особый интерес представляют монокристаллические ленты лейкосапфира с базисной гранью параллельной широкой стороне ленты (базисноограненные ленты). Базисноограненные (БО) ленты сапфира являются чрезвычайно привлекательным материалом как для использования в качестве подложек при эпитаксии нитридных структур, так и при изготовлении различного рода оптических изделий. Такие ленты обладают зеркально-гладкой поверхностью, что снижает до минимума потребность в их дорогостоящей механической обработке. С другой стороны, указанные ленты являются чрезвычайно интересным модельным объектом для изучения как процессов возникновения дефектной структуры кристаллов, так и механизмов формообразования кристаллов в случае выхода граней на их внешнюю поверхность. Отличительная особенность процесса выращивания БО лент сапфира состоит в том, что в таких лентах очень трудно предотвратить образование блоков, в то время как при выращивании лент сапфира другой ориентации подобная проблема не возникает. Основная причина образования блочной структуры в БО лентах - это термоупругие напряжения,

возникающие в кристалле в процессе роста. Поэтому, чтобы бороться с образованием блоков, необходимо управлять температурным полем внутри установки. Для этого требуется качественно новый уровень в понимании процессов теплообмена внутри теплового узла. И в этом случае без помощи численного моделирования обойтись невозможно. Происходящие внутри кристаллизационной установки тепловые процессы слишком сложны, а возникающие эффекты слишком тонки для их понимания исключительно на основе экспериментальных измерений.

### **Цели работы**

1. Разработка алгоритмического и численного инструментария для изучения на компьютере процесса роста оксидных кристаллов из расплава методами Чохральского и Степанова.
2. Использование этого инструментария для исследования глобального теплообмена в кристаллизационной установке, оптимизации тепловых условий выращивания и проведения численных экспериментов, моделирующих реальный процесс роста кристалла.
3. Сопоставление результатов моделирования с реальными технологическими процессами и выработка на этой основе рекомендаций по изменению режимов выращивания кристаллов и модификации конструкции тепловой зоны ростовых установок.

### **Научная новизна работы**

1. Впервые при моделировании радиационного теплообмена в процессах выращивания оксидных кристаллов применен метод дискретного переноса. Показано, что этот метод позволяет эффективно учитывать специфику тепловых процессов характерных для роста полупрозрачных кристаллов.
2. Впервые для оксидных кристаллов разработана полностью нестационарная динамическая модель процесса Чохральского, включающая в себя модель автоматической системы управления по весовому датчику. В результате стало возможным исследовать на компьютере весь процесс роста кристалла во времени, начиная со стадии затравления и до окончания процесса вытягивания.
3. С помощью разработанной динамической модели проведено исследование явления инверсии фронта кристаллизации на стадии разращивания гадолиний галлиевого граната. Показано, что имеется хорошее соответствие между рассчитанными и наблюдаемыми полосами роста в выращенном кристалле.
4. Впервые предложен научно обоснованный подход к выработке алгоритма управления кристаллизационной установкой с многосекционным нагревателем. В основе подхода лежит минимизация отклонения фронта кристаллизации от заданной формы в течение всего процесса выращивания.
5. Сочетая указанный подход с динамической моделью процесса Чохральского, разработан алгоритм управления процессом выращивания кристалла германосилленита низкоградиентным методом Чохральского. Данный алгоритм обеспечил сохранение требуемой формы фронта кристаллизации на протяжении всего ростового процесса, что позволило устойчиво получать кристаллы высокого качества.
6. Разработана трехмерная модель глобального радиационно-кондуктивного теплообмена в установке по выращиванию базисноограниченных лент сапфира методом Степанова. Моделирование роста оксидных кристаллов в столь сложной трехмерной области, включающей в себя систему молибденовых экранов, никогда раньше не производилось.
7. С помощью предложенной модели впервые проведено исследование влияния различных систем экранировок на распределение термоупругих напряжений в теле монокристаллической ленты шириной 30 и 50 мм.
8. Показано, что дефектная блочная структура лент, растущих в стандартной тепловой зоне, с горизонтальными экранами связана с высоким уровнем термических напряжений в нижней

самой горячей части зоны. Объяснено, почему в тепловой зоне, обеспечивающей стабильный рост лент сапфира шириной 30 мм, ленты шириной 50 мм растут блочными.

9. Для лент шириной 30 мм по результатам численных экспериментов предложена новая конфигурация тепловой зоны, обеспечившая стабильный рост безблочных лент с очень низким уровнем остаточных напряжений. Для лент шириной 50 мм найдена конфигурация тепловой зоны, позволяющая в 2–3 раза уменьшить термические напряжения, возникающие в ленте в процессе роста.

**Практическая значимость** данной диссертации заключается в том, что она содержит не только описание инструментов (моделей и алгоритмов) моделирования, но и примеры их использования при исследовании конкретных ростовых процессов. По результатам этих исследований сделаны рекомендации по совершенствованию технологии выращивания ряда кристаллов. Предложенный алгоритм управления многосекционным нагревателем, позволил существенно повысить стабильность и воспроизводимость процесса выращивания высококачественных кристаллов германосилленита низкоградиентным методом Чохральского. Для процесса выращивания базисноограненных лент сапфира методом Степанова предложена модификация системы экранов, которая позволяет существенно снизить уровень термических напряжений в кристалле. Получить указанные результаты экспериментальным путем без использования вычислительного эксперимента практически невозможно.

#### **Автор защищает:**

1. Модифицированный метод дискретного переноса для решения уравнения переноса излучения в областях сложной формы, содержащих диффузно и зеркально отражающие границы, разделяющие среды с разными коэффициентами преломления и поглощения.
2. Применение метода дискретного переноса для расчета процессов радиационного теплообмена в полупрозрачных кристаллах.
3. Динамическую модель процесса Чохральского с управлением по весовому датчику.
4. Применение динамической модели и метода оптимизации глобального теплообмена в кристаллизационной установке для выработки алгоритма управления ростом кристалла.
5. Результаты исследования процессов выращивания кристаллов галлий-гадолиниевого граната и германата висмута с помощью динамической модели.
6. Трехмерную модель глобального теплообмена при выращивание базисноограненных лент сапфира.
7. Результаты исследования термических напряжений в базисноограненных лентах сапфира в зависимости от конфигурации тепловых экранов в тепловой зоне кристаллизационной установки.

#### **Достоверность полученных результатов**

Все применяемые в моделировании численные методы прошли тщательную проверку и тестирование. Все результаты, полученные в ходе численных исследований, соотносились с имеющимися экспериментальными данными. На основании, используемых подходов и моделей, выработаны рекомендации, позволившие повысить качество ростовых процессов в реальных кристаллизационных установках. Результаты работы опубликованы в авторитетных реферируемых российских и международных научных журналах и докладывались на ведущих конференциях и симпозиумах по физике конденсированного состояния.

### **Личный вклад автора**

Автор принимал активное участие в разработке всех алгоритмов и моделей, предложенных в диссертации. Их тестирование и программная реализация выполнены автором. Подавляющая часть численных исследований, результаты которых изложены в данной работе, проведена автором лично.

**Апробация работы** Материалы диссертационной работы докладывались на семинарах ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, и обсуждались на российских и международных конференциях: Третьей Российской Национальной конференции по теплообмену, 21-25 октября 2002 года, Семинар Eurotherm 73 on Computational Thermal Radiation in Participating Media, 15-17 April 2003, Mons, Belgium, IV International Symposium on Radiation, 2004, 20-25 June, Istanbul, Turkey, VI Международном конгрессе по математическому моделированию, Нижний Новгород, 2004, VI Международной конференции «Рост монокристаллов и тепломассоперенос» (ICSC-05), Обнинск, 2005, XII и XIII Национальной конференции по росту кристаллов (НКРК), Москва, 2006 и 2008, на XVIII Петербургских чтениях по проблемам прочности и роста кристаллов им. Степанова, С-Петербург, 2008.

**Публикации** Результаты диссертации опубликованы в 23 работах, в том числе в журналах – 12 и в трудах конференций и семинаров – 11.

### **Структура и объем работы**

Диссертация содержит введение, шесть глав, заключение и список литературы из 94 наименований. Объем диссертационной работы – 158 страниц, в том числе 72 рисунка, 7 таблиц.

## **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** показана актуальность проблемы, сформулированы цели работы, описана структура диссертации.

**Первая глава** посвящена введению в проблему исследования процессов выращивания оксидных кристаллов с помощью вычислительного эксперимента.

Характерной особенностью процессов теплообмена при выращивании оксидных кристаллов является то, что перенос тепла в расплаве определяется преимущественно конвекцией, а в кристалле – излучением. При этом исторически сложилось так, что основное внимание при моделировании роста оксидов уделялось изучению конвекции. Тем не менее, всегда существовало понимание того, что адекватное моделирование роста оксидных кристаллов является невозможным без корректного расчета радиационного теплообмена внутри кристалла. Однако поскольку расчет радиационного теплопереноса в многомерных областях, заполненных поглощающей и излучающей средой, до сих пор остается весьма трудной задачей, в большинстве работ при моделировании роста оксидов использовались достаточно сильные допущения и приближения, в которых кристаллы рассматривались либо как оптически толстые, либо как оптически тонкие тела. При этом боковая поверхность кристалла считалась диффузно отражающей и преломляющей. Вместе с тем, боковая поверхность кристалла в методе Чохральского весьма часто является скорее зеркально, чем диффузно отражающей. Таким образом, для моделирования роста оксидных кристаллов требуется численный метод, способный эффективно решать задачи радиационного переноса тепла в полупрозрачных кристаллах любого размера независимо от характера отражения и преломления излучения на боковой поверхности.

Обзор методов численного решения задач радиационного теплопереноса дан в **разделе 1.1**. Показано, что хотя для решения подобных задач предложено немало подходов, расчет переноса теплового излучения в трехмерных областях нерегулярной формы с непрозрачными и прозрачными зеркальными границами, разделяющими среды с различными показателями преломления, остается проблематичным. Во-первых, интенсивность излучения в общем случае является функцией пяти переменных: трех пространственных координат и двух углов,

определяющих направление луча. В результате, решение уравнения переноса излучения требует внушительных затрат вычислительных ресурсов. Другая проблема связана с особенностями зеркального отражения на границе, разделяющей среды с различными показателями преломления, поскольку коэффициент отражения в случае перехода луча из области с более высоким показателем преломления испытывает очень резкие изменения в окрестности угла полного внутреннего отражения. Как следствие, в задачах радиационного переноса с такими границами интенсивность излучения имеет существенную нерегулярность в области угловых переменных, что дополнительно усложняет процедуру решения.

В разделе 1.2 дано введение в проблему моделирования процесса выращивания и системы управления ростом кристалла. Отмечено, что для полупроводниковых кристаллов динамические модели рассматривались уже достаточно давно еще в конце 80х-90 годах. Однако даже для полупроводников, в большинстве работ использовался упрощенный подход, в котором влияние конвекции расплава не учитывалось, а расчет теплообмена проводился в квазистационарном приближении. Кроме того, динамическое моделирование роста кристаллов рассматривалось независимо от моделирования системы управления ростом кристалла за исключением нескольких работ, в которых в качестве «измеряемого» параметра на вход системы контроля поступал текущий радиус кристалла. Однако в реальных ростовых узлах, как правило, системы управления основаны на применении автоматического весового контроля. В единственной коммерческой программе FEMAGSoft ([www.femagsoft.com](http://www.femagsoft.com)), в которой имеется блок динамического моделирования, форма кристалла считается заданной, а мощность нагревателя находится из решения обратной задачи.

Вторая глава посвящена разработке метода решения уравнения переноса излучения в областях сложной формы, заполненных поглощающей и излучающей средой с различными коэффициентами поглощения и преломления.

В разделе 2.1 дана постановка задачи радиационного теплопереноса. Приводится уравнение переноса излучения в различных приближениях. В разделе 2.1.1 рассмотрены основные варианты краевых условий для уравнения переноса, которые используются при практических расчетах. Особый интерес представляет краевое условие на зеркальной (френелевской) границе – гладкой границе двух прозрачных сред с различными показателями преломления  $n_1, n_2$ . В этом случае соотношение между интенсивностями падающего и входящего излучения (рис. 1) определяется формулами [Ц1]

$$I_1^{out}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}) = \rho_{s,n}(\alpha) I_1^{inc}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}') + (1 - \rho_{s,n}(\alpha)) n^2 I_2^{inc}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}''), \quad \mathbf{\Omega} \cdot \mathbf{n} < 0, \quad (1a)$$

$$I_2^{out}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}) = \rho_{s,1/n}(\alpha) I_2^{inc}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}') + (1 - \rho_{s,1/n}(\alpha)) n^{-2} I_1^{inc}(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega}''), \quad \mathbf{\Omega} \cdot \mathbf{n} > 0. \quad (1b)$$

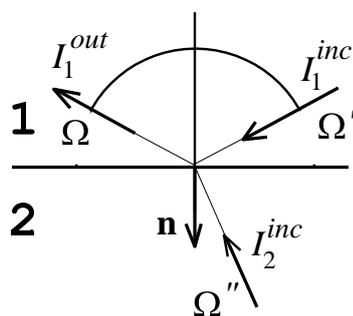


Рис. 1

Здесь  $I(\mathbf{r}, \mathbf{\Omega})$  - интенсивность излучения, испущенного из точки  $\mathbf{r}$  в направлении  $\mathbf{\Omega}$ ,  $\mathbf{n}$  – нормаль к граничной поверхности в точке  $\mathbf{r}$ , направленная из среды 1 в среду 2;  $n = n_1/n_2$  – относительный показатель преломления среды 1;  $\mathbf{\Omega}'$  ( $\mathbf{\Omega}''$ ) – направление луча, падающего на границу в точке  $\mathbf{r}$  и зеркально отраженного (преломленного) в направлении  $\mathbf{\Omega}$ . Направление  $\mathbf{\Omega}$  связано с  $\mathbf{\Omega}'$  законом зеркального отражения  $\mathbf{\Omega}' = \mathbf{\Omega} - 2(\mathbf{\Omega} \cdot \mathbf{n})\mathbf{n}$ , а с направлением  $\mathbf{\Omega}''$  законом Снеллиуса  $\mathbf{n} \times (n_1\mathbf{\Omega} - n_2\mathbf{\Omega}'') = 0$ . Зависимость коэффициента зеркального отражения  $\rho_{s,n}$  для неполяризованного излучения от угла  $\alpha = \arccos(|\mathbf{\Omega} \cdot \mathbf{n}|)$  определяется формулой Френеля [Ц2]

$$\rho_{s,n}(\alpha) = \begin{cases} \frac{1}{2} \left[ \left( \frac{n \cos \alpha - \delta}{n \cos \alpha + \delta} \right)^2 + \left( \frac{n \delta - \cos \alpha}{n \delta + \cos \alpha} \right)^2 \right], & \delta = \sqrt{1 - (n \sin \alpha)^2}, \quad \alpha < \alpha_c, \\ 1, & \alpha \geq \alpha_c, \end{cases} \quad (2)$$

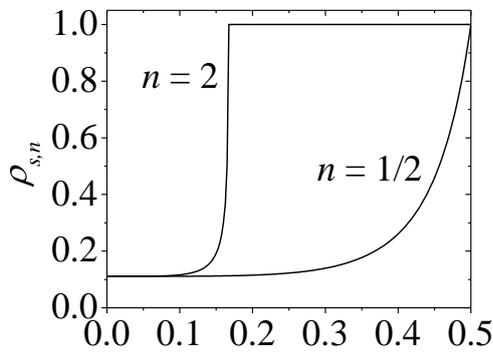


Рис. 2. Зависимость френелевского коэффициента зеркального отражения от угла падения

где  $\alpha_c$  – критический угол полного внутреннего отражения. В качестве примера на рис. 2 приведена зависимость  $\rho_{s,n}$  от угла  $\alpha$  для  $n = 2$  и  $n = 0.5$ .

В разделе 2.1.2 рассматривается задача радиационного теплопереноса в осесимметричном приближении, которое имеет очень важное практическое значение, так как большинство прикладных задач решаются именно в такой постановке. Именно с осесимметричного случая в разделе 2.2 начинается описание численного метода, который в дальнейшем использовался в моделировании теплообмена при выращивании оксидных кристаллов. Этот метод

является комбинацией метода дискретных ординат и метода трассировки лучей ("ray tracing") и его можно рассматривать как вариант метода дискретного переноса (discrete transfer method). Удобство данной численной схемы состоит в том, что она корректно работает и с диффузными, и с зеркальными границами, способна учитывать поглощение, испускание и изотропное рассеяние излучения веществом. При этом данная схема требует умеренных вычислительных затрат как по времени, так и по памяти. Метод реализован не только в осесимметричном, но и в общем, трехмерном случае. Осесимметричный вариант метода применялся при моделировании процесса Чохральского, а трехмерный использовался для расчета теплообмена внутри кристаллизационной установки при выращивании лент сапфира методом Степанова.

**Третья глава** посвящена описанию нестационарной модели процесса Чохральского, позволяющей моделировать не только процесс изменения формы кристалла, но и автоматическое управление этим процессом. Ядром динамической модели является алгоритм расчета эволюции формы кристалла (раздел 3.2).

Для перехода от решения статических задач к динамическому моделированию необходимо отслеживать изменение формы кристалла и объема расплава с течением времени. Предположим, что геометрия системы кристалл-расплав в некоторый момент времени  $t$  известна. Требуется определить геометрию системы на следующем временном шаге  $t + \Delta t$ . Для этого сначала решается задача глобального теплообмена и находится распределение температуры и тепловых потоков во всех элементах установки в момент времени  $t$ . По тепловым потокам вычисляются скорости кристаллизации  $V_{cr}$  на фронте (рис. 3а, скорости показаны стрелками). Смещение фронта складывается из вертикального смещения, вызванного вытягиванием кристалла вверх с заданной скоростью  $V_{pull}$ , и смещения, направленного по нормали к фронту со скоростью  $V_{cr}$  (рис. 3б, пунктирная линия). Что же касается точек на свободной поверхности кристалла, то они смещаются только вверх (рис. 3б, штрихпунктирная линия). После этого находится новое положение тройной точки, в которой пересекаются границы кристалл-газ, кристалл-расплав и расплав-газ (рис. 3с). Поскольку смещение тройной точки может иметь не только нормальную, но и касательную составляющую к фронту кристаллизации, то для нахождения тройной точки знания скорости кристаллизации оказывается недостаточным и необходимо привлекать дополнительные соотношения, в качестве которых используются: (1) уравнение баланса массы кристалла и расплава, (2) капиллярное уравнение Лапласа, определяющее форму мениска, и (3) условие постоянства угла роста, то есть угла между касательными, проведенными к мениску и боковой

поверхности растущего ( $V_{cr} > 0$ ) кристалла. В случае плавления ( $V_{cr} < 0$ ) последнее условие заменялось условием перемещения тройной точки по поверхности кристалла с учетом возможного соскальзывания расплава вдоль фронта кристаллизации. Итоговый вид кристалла в момент времени  $t + \Delta t$  изображен на рис. 3d.

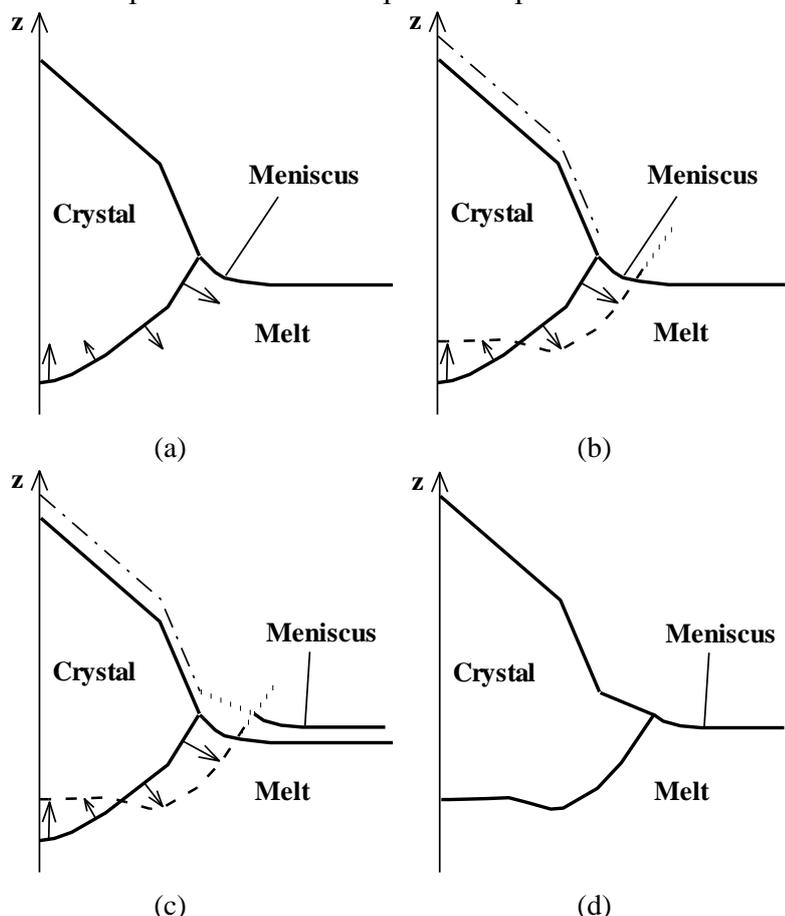


Рис. 3 Эволюция формы кристалла в течение одного временного шага

Приведенный алгоритм дает возможность рассчитать эволюцию системы кристалл-расплав за один временной шаг, а его последовательное повторение позволяет шаг за шагом моделировать процесс роста кристалла в динамике.

Дальнейшие разделы третьей главы посвящены различным аспектам динамической модели процесса Чохральского. В **разделе 3.3** описана модель управления нагревателем на основе показаний весового датчика на примере систем управления двух реальных установок. Одна система соответствует стандартному варианту способа Чохральского (с большими градиентами температур в расплаве), а другая – низкоградиентному. **Разделы 3.4 и 3.5** посвящены практической реализации алгоритма расчета эволюции формы кристалла. Приведены способы ускорения его работы с помощью применения

метода Рунге-Кутты, а также алгоритм автоматической деформации структурированной сетки в процессе моделирования роста кристалла.

В **четвертой главе** выполнено детальное исследование динамической модели под управлением весового датчика на примере выращивания кристаллов гадолиний-галлиевого граната  $Gd_3Ga_5O_{12}$  (ГГГ) способом Чохральского с высокими температурными градиентами в установке, используемой в НИИ Материаловедения в г.Зеленограде (рис.4). Показано, что динамическая модель в целом достаточно хорошо описывает процесс выращивания оксидных кристаллов.

Используя динамическую модель, проведено исследование процесса инверсии межфазной границы при выращивании кристаллов ГГГ диаметром 7.5 и 15 см в установке с индукционным нагревом и показано, что по линиям роста имеет место хорошее совпадение между виртуально и реально выращенными кристаллами (рис. 5). Исследовано влияние высоты мениска расплава и найдено, что образование после инверсии трапецевидной формы фронта кристаллизации связано с конвекцией Марангони. Причем, чем выше коэффициент Марангони, тем больше размеры боковой («вертикальной») части и тем глубже погружена в расплав «горизонтальная» часть фронта. Также показано, что радиационные свойства свободной поверхности полупрозрачного кристалла могут оказывать существенное влияние на форму межфазной границы.

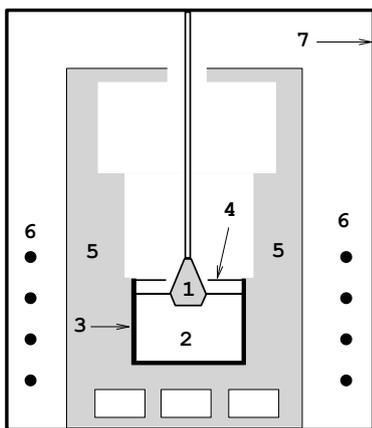


Рис. 4. Схема ростовой установки. 1 – кристалл, 2 – расплав, 3 – иридиевый тигель, 4 – кольцевой экран, 5 – комбинированная многослойная изоляция теплового узла, 6 – индуктор, 7 – водоохлаждаемая стенка камеры

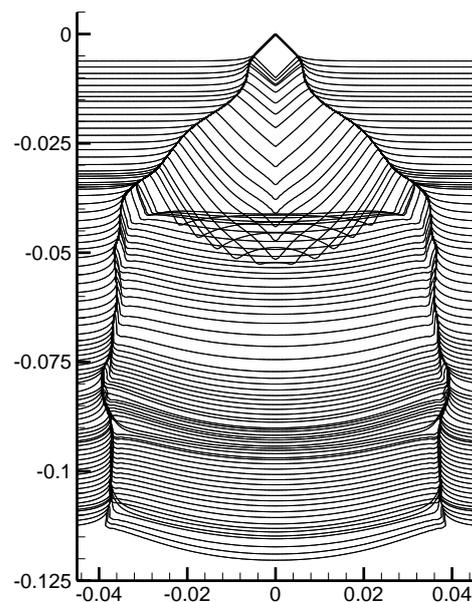
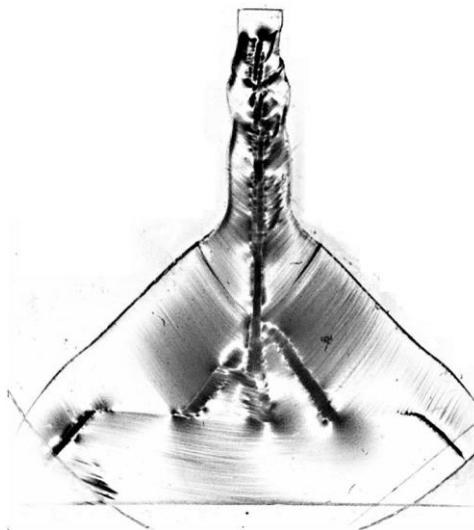


Рис. 5 Слева - снимок в поляризованном свете продольного сечения кристалла ГГГ, справа – расчетные линии роста

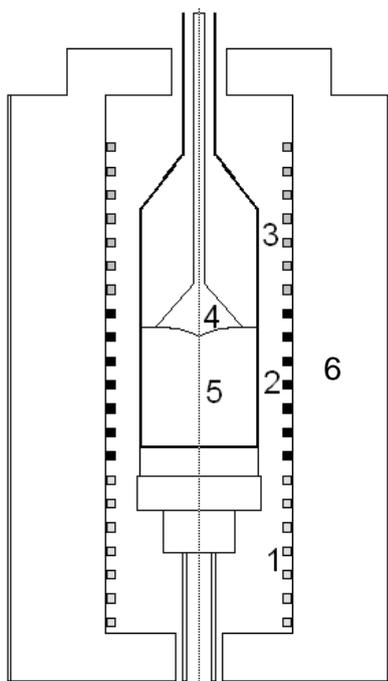


Рис. 6. Схема ростовой установки. 1, 2 и 3 – нижняя, средняя и верхняя секции резистивного нагревателя, 4 – кристалл, 5 – расплав, 6 – теплоизоляция

определяющих изменение температуры каждой секции, не опубликовано до сих пор, и корректирующие воздействия подбирались опытным путем.

В пятой главе исследуется рост кристаллов германата висмута в структуре силленита  $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$  способом Чохральского с малыми температурными градиентами. Указанная технология была разработана в Новосибирском Институте неорганической химии (ИНХ) СО РАН. В этом методе высококачественные кристаллы образуются при полностью ограненной межфазной границе, а для достижения низких градиентов используются многосекционные нагреватели. Благодаря данной технологии удалось получить образцы кристаллов германосилленита с чрезвычайно низкой плотностью дислокаций (порядка 10 на  $\text{см}^2$  [ЦЗ]). Однако подобное высокое качество достигалось не по всей длине кристалла, а лишь на некоторых участках, соответствующих определенным этапам роста. Это объясняется тем, что по мере увеличения длины кристалла и падения уровня расплава происходит изменение огранения фронта кристаллизации, и, как следствие этого, захват включений и возникновение дефектов. Изменение огранения вызвано изменением тепловых условий на фронте кристаллизации. Для обеспечения неизменности тепловых условий на фронте кристаллизации, т.е. неизменности его формы в процессе вытягивания, необходимо внести поправки в алгоритм управления многосекционным нагревателем. Как правило, при автоматическом управлении процессом роста сигнал обратной связи по весу подается с одинаковой амплитудой на все контуры регулирования температуры секций нагревателя, поддерживая эти температуры примерно одинаковыми. Физически обоснованных алгоритмов построения дополнительных соотношений,

Поиск данных соотношений с привлечением аппарата численного моделирования проводился для малой экспериментальной ростовой установки (рис. 6). Описание установки и стандартного процесса роста дано в **разделах 5.2 и 5.3**. Установка обладает цилиндрической симметрией. В самом центре на специальной подставке расположен платиновый тигель диаметром 70 мм, что позволяет вытягивать кристаллы до 50 мм в диаметре. В данной установке используется трехсекционный нагреватель, который представляет собой спираль диаметром 5 мм. Тепловая мощность в секциях нагревателя может регулироваться независимо друг от друга. Кристаллизационный узел помещен внутрь стальной камеры, стенки которой охлаждаются водой практически до комнатной температуры.

Контроль процесса роста осуществляется с помощью датчика веса, расположенного под установкой. Сигнал от датчика поступает на вход системы управления, где он сравнивается с задаваемым законом изменения веса кристалла. Разница между измеренным и заданным весами используется в дальнейшем для корректировки управляющих температур нагревателей. Значения управляющих температур поступают на блоки управления секциями нагревателя, причем у каждой секции свой собственный независимый блок. Каждый блок подгоняет напряжение на токопроводах нагревателя с тем, чтобы температура на соответствующей термопаре вблизи нагревателя сравнялась с заданным значением управляющей температуры. У каждой секции нагревателя есть своя термopapa, которая расположена между внутренней стороной теплоизоляции и витками нагревателя поблизости от середины секции.

В **разделе 5.4** показано, что при полностью ограниченном фронте кристаллизации возможно получение совершенных кристаллов германосилленита. Установлено, что наиболее воспроизводимые условия выращивания кристаллов хорошего качества в низкоградиентном методе Чохральского получаются при отношении глубины прогиба фронта кристалла в расплав к его диаметру от 1/3 до 1/2 и скорости кристаллизации 2.5 мм/ч [ЦЗ].

Результаты моделирования процесса роста кристаллов германосилленита приведены в **разделе 5.6**. Целью моделирования было нахождение такого управления тепловыделением в трехсекционном нагревателе, при котором форма фронта кристаллизации на стадии роста кристалла постоянного диаметра остается практически неизменной и близкой к заданной оптимальной. Решение этой задачи осуществлялось в два этапа. На первом этапе из решения задачи оптимизации находились дополнительные соотношения, определяющие изменение мощности в каждой секции в процессе вытягивания. На втором этапе для проверки эффективности найденного управления производилось прямое моделирование роста кристалла от момента затравления, используя разработанную динамическую модель процесса Чохральского.

При этом задача оптимизации была сформулирована следующим образом: при заданном фронте кристаллизации найти такие тепловые условия (в данном случае - тепловыделения в секциях резистивного нагревателя), при которых нарушение теплового баланса (условия Стефана) на этом фронте оказывается минимальным для каждой длины кристалла.

**Таблица 1.** Оптимальные температуры нагревателей

Длина кристалла, см	Температура нижнего нагревателя, К	Температура среднего нагревателя, К	Температура верхнего нагревателя, К	Разница температур нижнего и среднего, К	Разница температур верхнего и среднего, К
3.4	1185.9	1200.1	1211	-14.2	10.9
4.6	1181.5	1197.9	1214.6	-16.4	16.7
5.8	1180.2	1199.8	1214	-19.6	14.2
6.9	1180.9	1199.4	1213.7	-18.5	14.3

Предложенная оптимальная форма фронта относится к процессу с постоянным значением  $V$  равным 2.5 мм/ч и постоянной скоростью вращения кристалла 20 оборотов в минуту. Оптимальный фронт имеет полиэдрическую форму с максимальной глубиной прогиба 2.3 см, а в расчетах использовался близкий к нему осесимметричный фронт.

Найденные в результате оптимизации методом Нелдера и Мида [Ц4] температуры нагревателей для различных длин кристалла представлены в таблице 1. Длина кристалла 3.4 см соответствует моменту окончания процесса разращивания и началу стадии цилиндрического роста. Таким образом, при общей длине кристалла 6.9 см длина его цилиндрической части составляет 3.5 см.

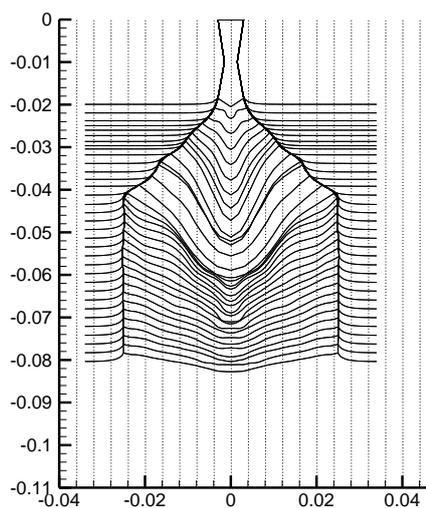


Рис. 7. Линии роста кристалла.  
Все размеры в метрах

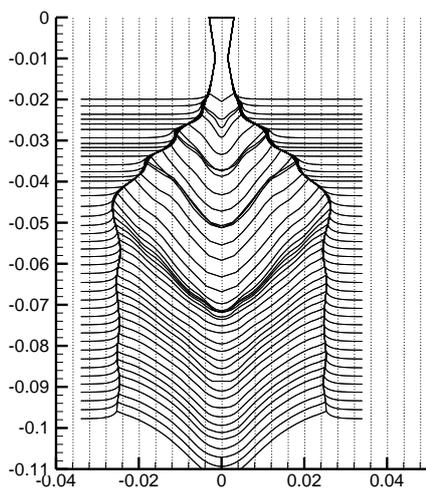


Рис. 8. Линии роста кристалла  
в случае оптимизированного  
алгоритма управления  
нагревателями

Проведенные расчеты выявили основные тенденции управления нагревателями. Выяснилось, что температура нижнего нагревателя относительно среднего должна убывать по мере роста кристалла, а температура верхнего нагревателя относительно среднего возрастать. Указанные тенденции были использованы на втором этапе расчетов при прямом динамическом моделировании роста кристалла.

Была выполнена серия расчетов. В первую очередь моделировался процесс выращивания кристалла со стандартным управлением, когда управляющие температуры всех трех нагревателей совпадали в течение всего процесса роста. Линии роста (рис. 7) наглядно иллюстрируют суть проблемы сохранения фронта прогнутым в расплав. В то время как в конце стадии разращивания и начале стадии цилиндрического роста форма фронта кристаллизации близка к оптимальной, то через 16 часов роста (что соответствует увеличению длины на 4 см, при скорости кристаллизации 2.5 мм/ч) фронт кристаллизации становится уже практически плоским.

Однако после внесения в управление изменений, основанных на результатах оптимизационных расчетов, картина изменилась. Кристалл, выращенный при оптимизированном управлении, сохраняет прогнутый в расплав фронт на всем протяжении процесса роста (рис. 8). Линии роста на стадии роста кристалла постоянного диаметра параллельны друг другу, что указывает на отсутствие каких-либо колебаний и более-менее быстрых изменений формы фронта. Тем не менее, следует отметить, что прогиб фронта кристаллизации по мере роста все-таки медленно уменьшается и в самом конце процесса оказывается меньше прогиба оптимального фронта, заданного в задаче оптимизации, и составляет 1.5, а не 2.3 см.

Требуемый эффект ослабления уплощения фронта по мере роста кристалла достигается не за счет ослабления вихря вынужденной конвекции, как можно было бы ожидать, а за счет сильного охлаждения придонной области расплава (рис. 9), благодаря чему поднимающийся по центру поток имеет очень низкую температуру близкую к температуре кристаллизации. Он не способен существенно проплавить кристалл в центральной части и тем самым заметно уменьшить прогиб фронта в расплав. Но здесь проявляет себя и главная опасность при выращивании кристаллов с оптимизированным управлением – в придонной части расплава

возникают переохлажденные области, что говорит о риске зарождения паразитного кристалла, растущего со дна тигля.

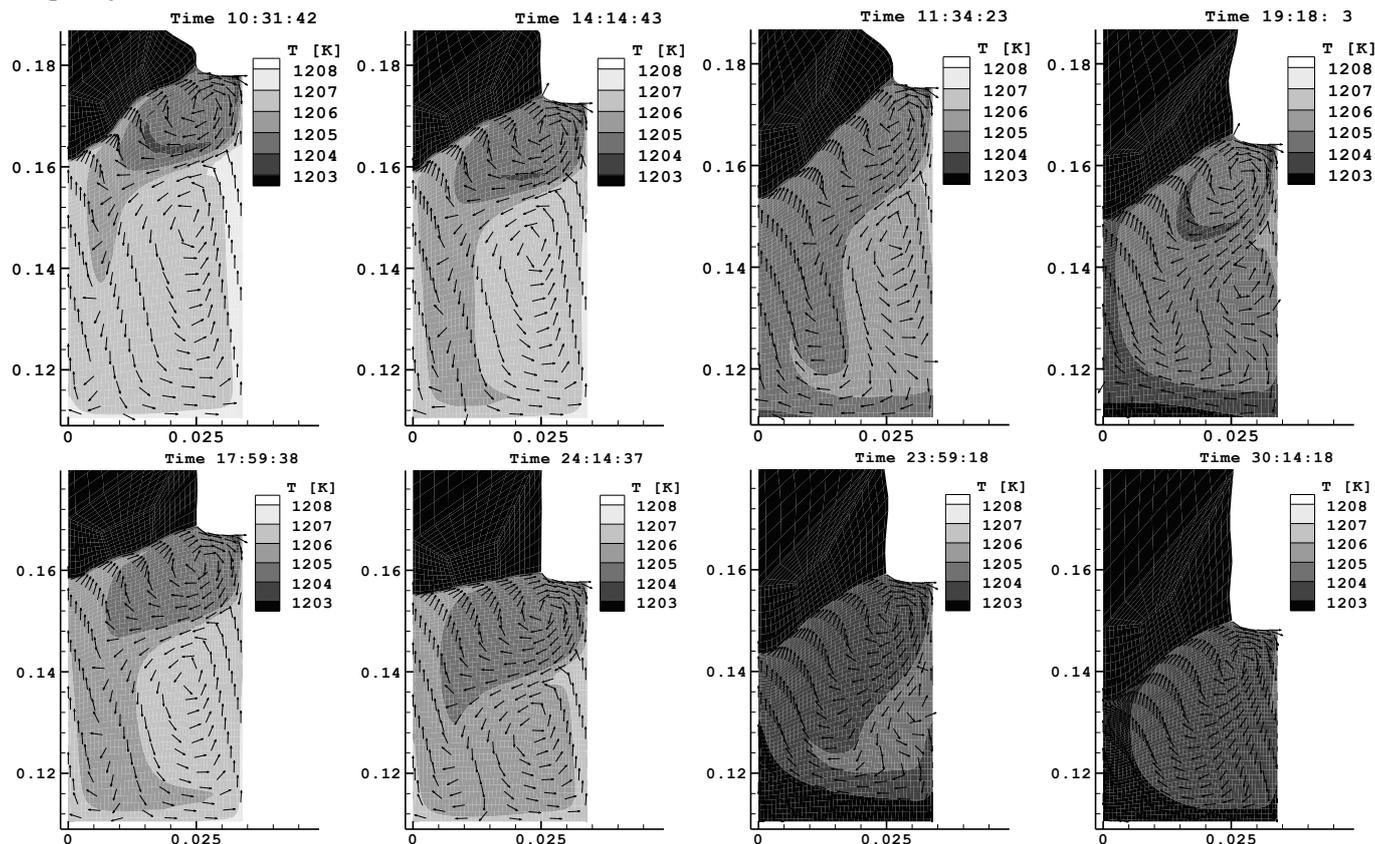


Рис. 9. Температурные поля и конвективные потоки в расплаве на разных стадиях цилиндрического роста (сверху указано время от момента затравления).

Слева - случай стандартного (одинакового) управления нагревателями.

Справа – случай оптимизированного управления нагревателями

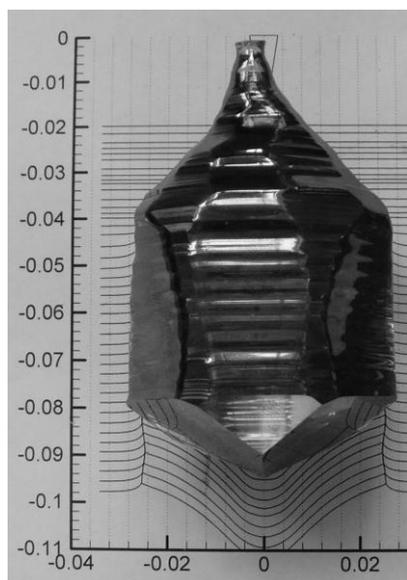


Рис. 10

Экспериментальная проверка предложенного алгоритма управления описана в разделе 5.7. На основе рекомендаций, полученных в результате моделирования, было выращено несколько кристаллов по новой, отличной от стандартной, программе управления. Один процесс был проведен от начала до конца (рис. 10), а два других заканчивались в самом конце разращивания, в начале стадии цилиндрического роста (рис. 11). Полученная форма фронта кристаллизации несколько отличается от заложенной в расчет оптимальной. Отношение глубины прогиба фронта в расплав к диаметру кристалла лежит в пределах 0.3-0.32, в то время как для оптимального фронта данное соотношение равно  $23/50 = 0.46$ . Это можно объяснить ограничением фронта. Ограниченный фронт должен иметь, по всей видимости, более уплощенную форму, чем фронт округлый, из-за неравномерности переохлаждения граней. Кроме того, памятуя о вероятности слишком сильного переохлаждения расплава, в данных экспериментах были заложены не оптимальные, а

несколько меньшие перепады температур между нагревателями.

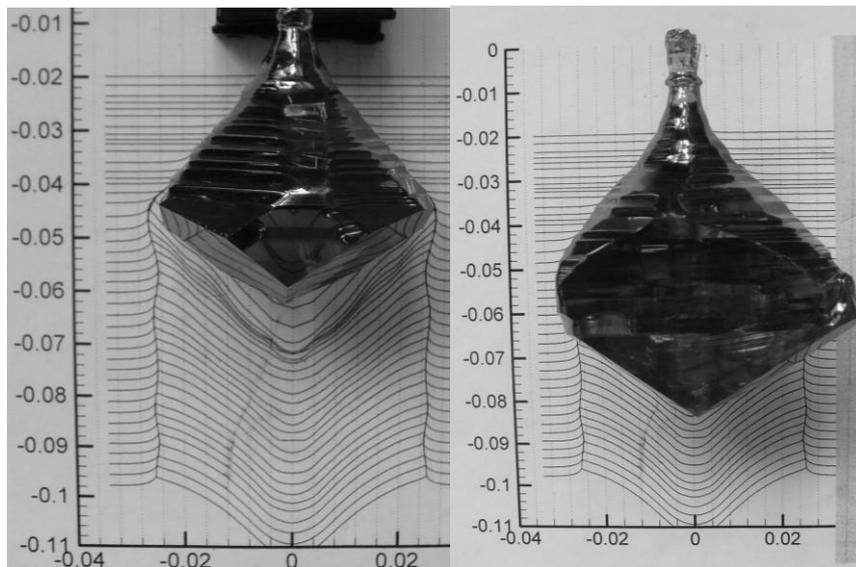


Рис. 11

Тем не менее, несмотря на отличие в глубине прогиба, форма фронта на протяжении всей стадии цилиндрического роста остается практически неизменной. При этом анализ выращенных кристаллов показал, что их качество является весьма высоким по всей длине кристалла.

В главе 6 приведены результаты исследований процесса выращивания базисноограненных (БО) лент лейкосапфира ( $Al_2O_3$ )

методом Степанова в Физико-техническом институте им. А.Ф. Иоффе. БО-ленты сапфира (то есть ленты, чья плоскость параллельна кристаллографической плоскости (0001)) представляют большой практический интерес, но выращивать их значительно сложнее, чем ленты сапфира других ориентаций, поскольку в БО-лентах очень трудно избежать образования блоков.

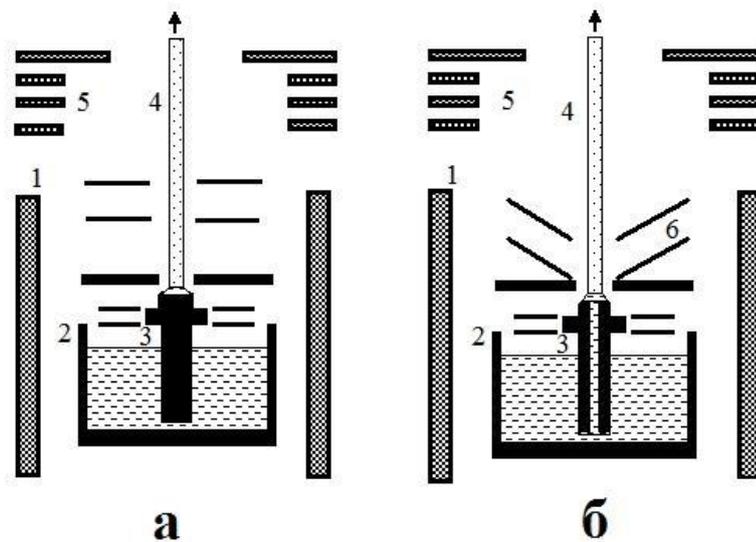


Рис. 12. Схемы тепловых зон для выращивания БО-ленты, шириной 30 мм. *а* – только горизонтальные тепловые экраны, *б* – установлены новые наклонные экраны над закрывающими тигель горизонтальными: 1 – нагреватель, 2 – тигель с расплавом, 3 – формообразователь, 4 – кристалл (сечение БО-ленты), 5 – графитовые экраны, 6 – молибденовые экраны.

мм использовалась обычная тепловая зона с системой горизонтальных экранов (рис. 12а). Однако оказалось, что в такой зоне ленты всегда получаются блочными. Модификация тепловой зоны путем замены горизонтальных экранов наклонными (рис. 12б) оказалась удачной и ленты, выращиваемые в ней, не имели блоков и обладали достаточно высоким структурным совершенством. Однако применение аналогичной модификации для выращивания 50 мм лент не позволило добиться стабильного, повторяемого процесса получения безблочных лент.

Известно, что дефектная структура (остаточные напряжения, блочность, дислокации) в кристаллах, выращиваемых из расплава, связана, главным образом, с пластической деформацией под действием термических напряжений. Показано, что для предотвращения образования дислокаций, а следовательно, и блоков, требования к кривизне температурного поля в теле вытягиваемой БО ленты должны быть существенно выше, чем в лентах другой ориентации.

Моделировалось выращивание лент сапфира шириной 30 и 50 мм. При этом для 30 мм лент экспериментатором удалось найти такую конфигурацию тепловых экранов, которая позволяет выращивать безблочные ленты, а для 50 мм – нет. Первоначально, для выращивания БО-лент шириной 30

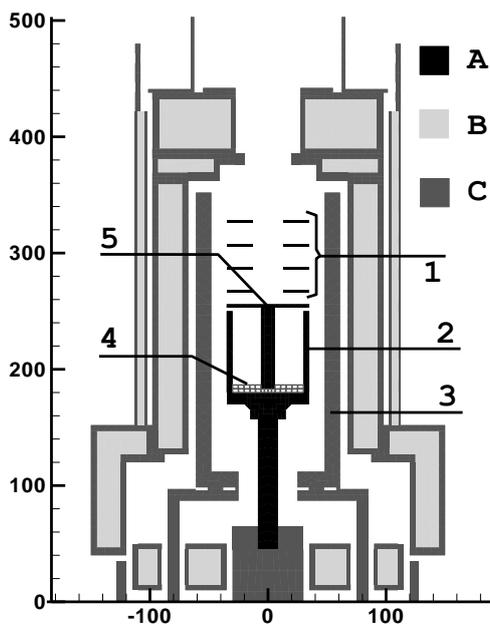


Рис. 13. Схема установки. 1 – экранирующая система, 2 – тигель, 3 – нагреватель, 4 – расплав, 5 – формообразователь. Буквами и цветом обозначены материалы узла: А – молибден, В – углеграфитовый войлок, С – графит. Размеры в мм

Постановка задачи и алгоритм численного решения описаны в **разделе 6.1**. Кристаллизационная установка, для которой проводились численные исследования, в целом, обладает цилиндрической симметрией (рис. 13). Исключение составляет только ее центральная часть, которая содержит графитовый нагреватель, тигель, формообразователь, сам кристалл и систему молибденовых экранов вокруг него. Это позволило проводить расчеты в упрощенной, а не в полностью трехмерной постановке. При этом моделирование разбивалось на два этапа. На первом из них с помощью коммерческого пакета CGSim ([www.str-soft.com](http://www.str-soft.com)) решалась задача глобального теплообмена во всей установке в осесимметричном приближении. В этом случае лента сапфира исключалась из рассмотрения, а система металлических экранов заменялась на систему кольцевых экранов. Найденные на первом этапе температурные поля служили для задания краевых условий на втором этапе, на котором решалась задача радиационно-кондуктивного теплообмена (РКТ) уже в трехмерном приближении, но не во всей установке, а только во внутренней ее части.

При решении трехмерной задачи РКТ полагалось, что поверхность молибденовых элементов зеркальная, поверхность ленты френелевская, а все остальные поверхности – диффузные. Показателя преломления сапфира брался равным 1.78. Полагалось также, что коэффициент поглощения сапфира не зависит от длины волны и температуры и составляет

величину равную  $0.2 \text{ см}^{-1}$ .

По результатам моделирования глобального теплообмена в установке, найденное распределение температуры в ленте использовалось для расчета термоупругих напряжений, с помощью которых оценивалось «качество» той или иной тепловой зоны. В качестве критерия «качества» обычно использовалась нормальная составляющая  $\sigma_{xx}$  тензора напряжений (ось X – это горизонтальная ось, лежащая в плоскости ленты), поскольку именно эта компонента имеет наибольшие значения в самой горячей области вблизи фронта кристаллизации, где порог пластической деформации оказывается наименьшим и наиболее вероятно образование дефектов.

С помощью описанного подхода для БО-лент шириной 30 мм проведены расчеты для трех тепловых зон (рис. 14). Результаты расчетов изложены в **разделе 6.2**. Зоны I и II соответствуют реальным тепловым зонам на рис. 12а и 12б, а конфигурация зоны III была предложена по результатам моделирования теплообмена в первых двух зонах.

Для экранировки I компонента  $\sigma_{xx}$  тензора напряжений достигает в центре фронта значения -40 МПа (рис. 15), затем меняет знак на противоположный и на расстоянии 7 мм от фронта достигает 18 МПа. В результате, касательные напряжения в призматической системе скольжения существенно превосходят критические значения, что должно приводить к образованию дислокаций и формированию блочной структуры в ленте. Таким образом, проведенные расчеты подтвердили непригодность тепловой зоны с горизонтальными экранами для выращивания безблочных БО-лент.

Высокий уровень напряжений в районе фронта кристаллизации связан со значительным отводом тепла посредством излучения. Для понижения этого уровня, тепловая зона была модифицирована путем перехода от горизонтальных экранов к наклонным (рис. 12б и вариант II на рис. 14). Расчеты показали (рис. 15), что в новой экранировке напряжение  $\sigma_{xx}$

действительно существенно снижается, но не у фронта, как предполагалось, а начиная с расстояния 4-5 мм от него. Оказалось, что наклонные экраны не уменьшили кривизну температурного поля около фронта, а защитили среднюю часть ленты от горячего нагревателя (рис. 16), что привело к более быстрому охлаждению ленты по ее длине, которое, в свою очередь, вызвало понижение кривизны температурного поля в средней части ленты и общее заметное снижение термических напряжений до уровня, когда блоки перестают образовываться.

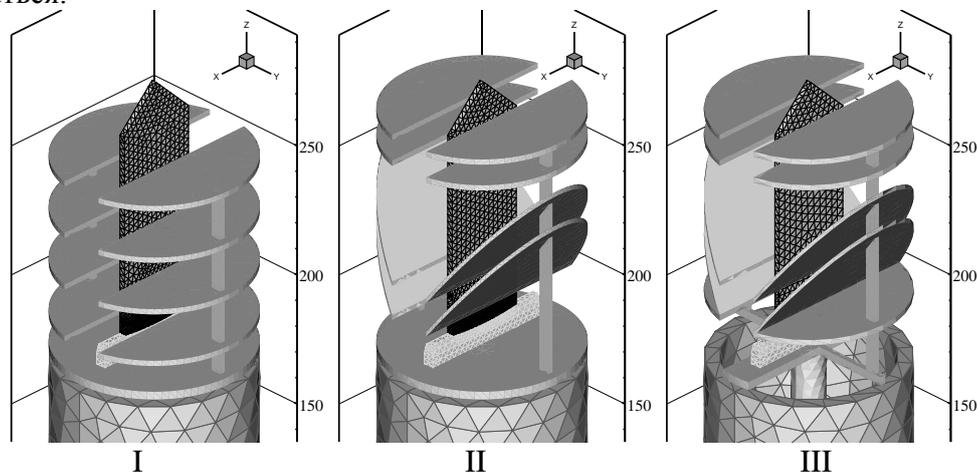


Рис. 14. Ленты шириной 30 мм. Расчетные экранировки

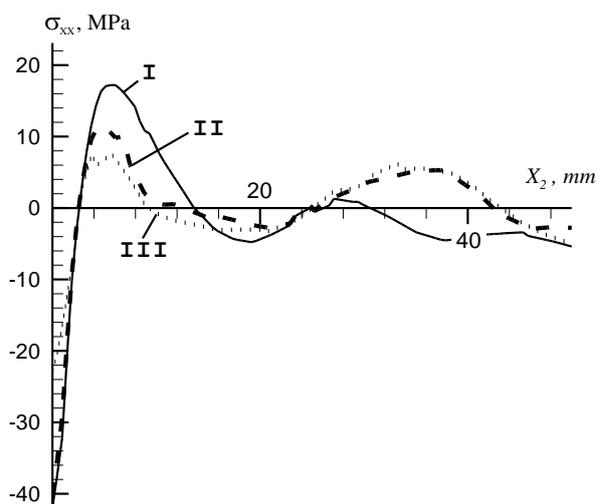


Рис. 15. Распределение XX компоненты расчетных термоупругих напряжений вдоль оси выращивания ленты.  $X_2$  – расстояние от нижнего края ленты

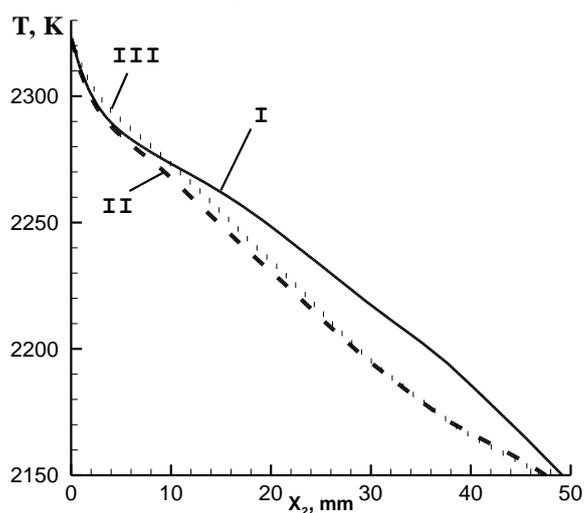


Рис. 16. Распределение температуры вдоль оси выращивания ленты.

На основании проведенных расчетов было предложено использовать для подогрева прифронтной области ленты и снижения кривизны температурного поля излучение, идущее не от нагревателя, а от расплава. С этой целью был убран массивный диск, закрывавший тигель с расплавом, и введен дополнительный горизонтальный экран чуть выше верхней кромки формообразователя (рис. 14, экранировка III). В результате, удалось получить относительно линейное температурное поле в диапазоне от температуры плавления до  $\sim 1500^\circ\text{C}$  (рис. 16) и более чем вдвое снизить уровень термических напряжений (рис. 15).

По результатам численного моделирования проведено выращивание БО-лент сапфира сечением  $30 \times 1.5$  мм в новой тепловой зоне, модифицированной в соответствии с экранировкой III на рис. 14. Выращенные таким путем ленты оказались безблочными и высокого качества. Чтобы провести количественное сравнение качества БО-лент, выращенных в различных тепловых зонах, были измерены поля остаточных напряжений в лентах

поляризационно-оптическим методом [Ц5], который позволяет оценить величины максимальных скалывающих напряжений (то есть разности квазиглавных напряжений) в теле кристалла (рис. 17). По результатам измерений сделаны следующие выводы:

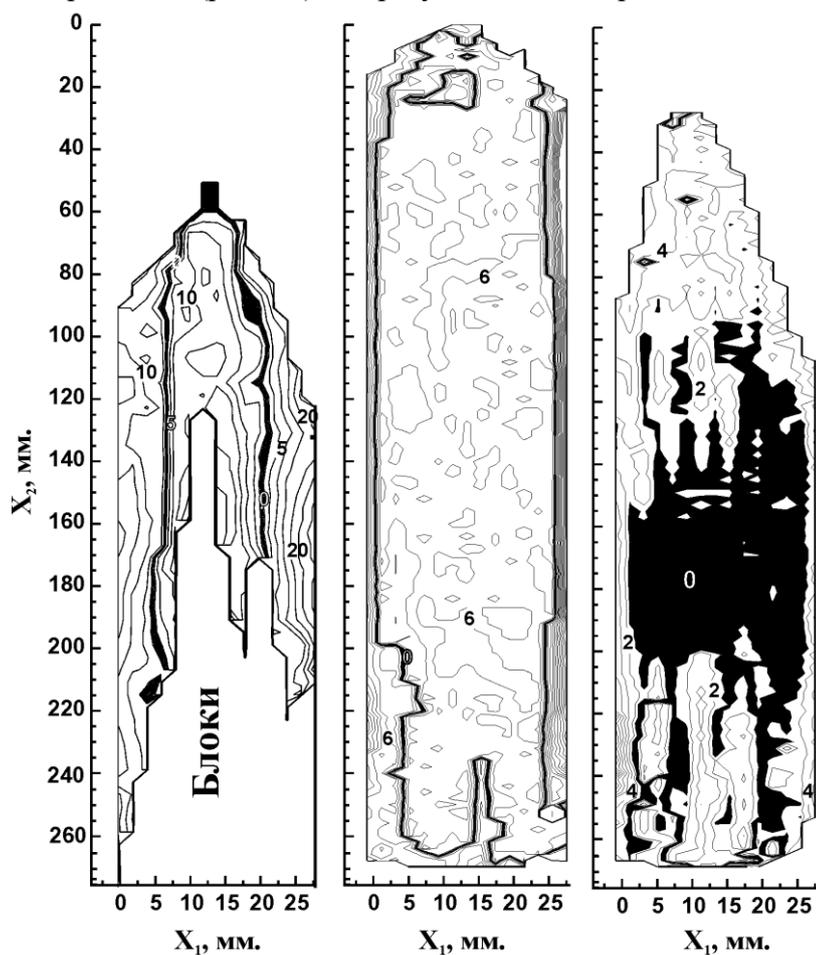


Рис. 17. Эпюры остаточных напряжений в лентах, выращенных в тепловых зонах, соответствующих рис. 6.1а (слева), рис. 6.1б (в центре) и рис. 6.12 (справа). Цифрами обозначены значения разности главных напряжений в МПа. Шаг изолиний составляет 5 МПа (слева) и 2 МПа (в центре и справа).

нулю, но, начиная с расстояния, примерно равного ширине ленты, она становится наибольшей в тензоре напряжений и достигает максимума именно на краях ленты;

3. третий вариант экранировки позволил наиболее сильно снизить уровень термоупругих напряжений, что привело к уменьшению интенсивности генерации новых дислокаций, а уменьшение времени пребывания кристалла в горячей зоне затруднило их перестройку в границы блоков. В результате данная тепловая зона позволяет устойчиво выращивать безблочные БО-ленты шириной 30 мм с очень низким уровнем остаточных напряжений (не более 3 МПа по всей ленте).

Однако БО-ленты сапфира шириной 30 мм являются модельным материалом. С практической точки зрения нужны ленты шириной не менее 50 мм. Но все попытки вырастить 50 мм безблочные БО ленты в зоне, аналогичной зоне с наклонными экранами для 30 мм лент на рис. 12б, оказались неудачными, поскольку более широкие ленты гораздо чувствительнее к тепловым условиям выращивания. Чтобы добиться существенного снижения термических напряжений в этом случае в разделе 6.3 было рассмотрено несколько вариантов внутренней экранировки (рис. 18) в рамках вычислительного эксперимента. Расчеты показали, что в ленте

1. в зоне с плоскими горизонтальными экранами БО-ленты всегда растут блочными, а уровень остаточных напряжений достигает 25 МПа в середине ленты. Причина – высокий уровень термоупругих напряжений, связанный с большой кривизной температурного поля у фронта кристаллизации.
2. применение наклонных экранов приводит к существенному перераспределению остаточных напряжений в выращиваемых лентах: в середине ленты напряжения не превышают 3–7 МПа, но на краях, по-прежнему, могут доходить до 30 МПа. В этой тепловой зоне были получены первые БО-ленты без блоков. Однако высокий уровень остаточных напряжений говорит о том, что в лентах, все же имела место интенсивная пластическая деформация. Возможно, высокие остаточные напряжения на краях ленты связаны с дислокациями, возникшими под действием осевой компоненты тензора напряжений  $\sigma_{zz}$ . Эта компонента у фронта кристаллизации равна

вблизи фронта кристаллизации наблюдается весьма сильная кривизна изгиб температурного поля, которая приводит к тому, что в базовом варианте I с горизонтальными экранами термоупругие напряжения вблизи фронта кристаллизации оказываются весьма большими и достигают величин порядка 50–60 МПа (рис. 19). Замена части горизонтальных экранов на наклонные (вариант II) приводит к некоторому перераспределению напряжений в ленте, но в нижней ее части уровень термоупругих напряжений остается столь же высоким. Применение экранирующей системы III, которая позволила в случае 30 мм лент вдвое понизить уровень максимальных напряжений, привело лишь к незначительному снижению термических напряжений для 50 мм лент. Горизонтальный нижний экран не обеспечивал требуемого подвода тепла к области кристалла около фронта. Поэтому дальнейшая модификация теплового узла состояла в замене горизонтального нижнего экрана наклонным.

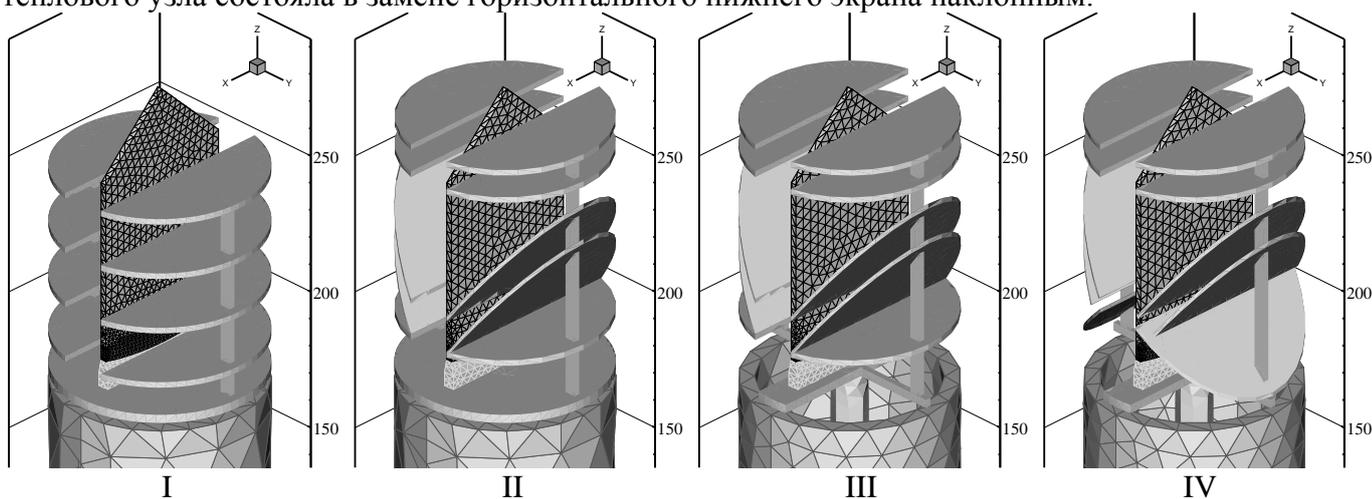


Рис. 18. Ленты шириной 50 мм. Расчетные экранировки

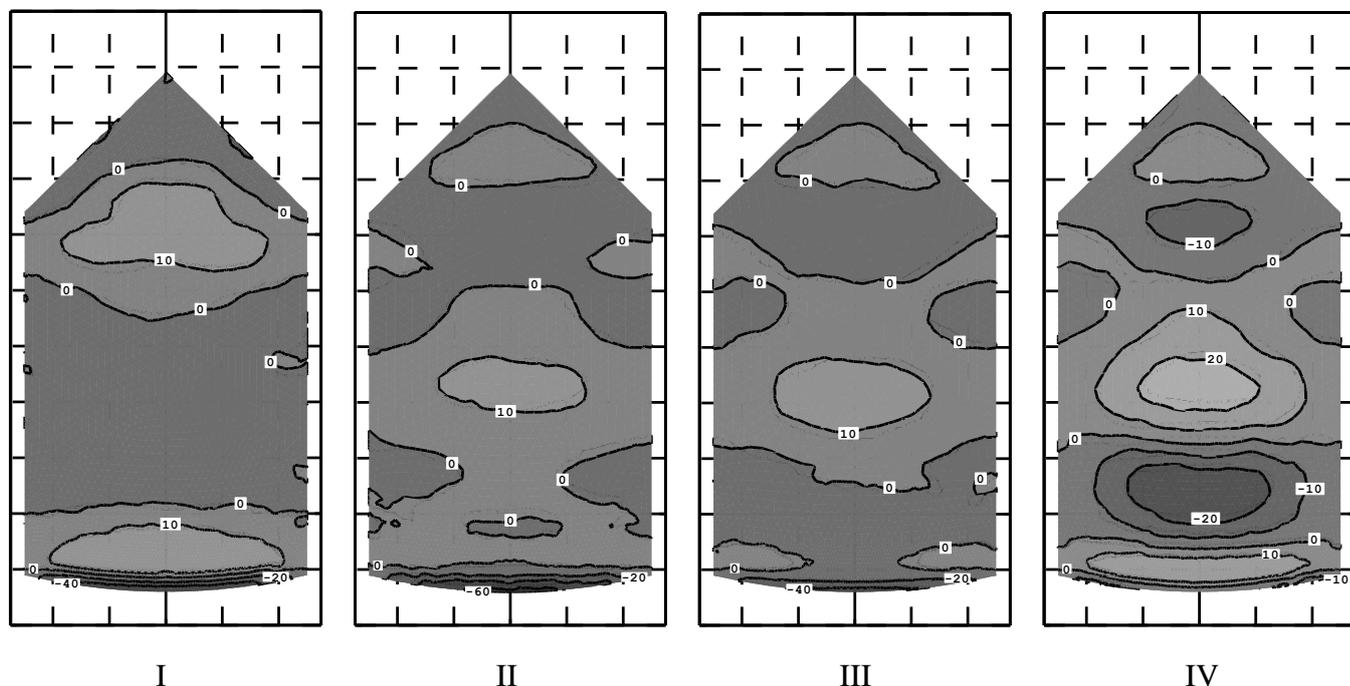


Рис. 19. Распределение XX компоненты тензора напряжений в ленте сапфира шириной 50 мм (в МПа)

Добиться существенного снижения уровня напряжений по сравнению с предыдущими конфигурациями удалось, когда был выбран вариант экранировки IV с достаточно крутым нижним наклонным экраном, который перекрывал зазор между верхними экранами. Кривизна температурного поля в окрестности фронта кристаллизации существенно уменьшилась, и

напряжения снизились до уровня 10–20 МПа (рис. 19). Однако за это пришлось заплатить появлением заметной кривизны температурного поля на расстоянии 25–30 мм от фронта кристаллизации, что привело к возникновению в этом месте напряжения более 20 МПа. Уменьшить напряжения ниже 20 МПа в нижней части ленты путем дальнейшего изменения положения экранов не удалось.

Таким образом, проведенный анализ показывает, что при выращивании лент шириной 50 мм в круговой тепловой зоне можно путем подбора тепловых экранов существенно снизить кривизну температурного поля в ленте вблизи фронта кристаллизации и за счет этого в 2–3 раза уменьшить термоупругие напряжения до уровня 20 МПа. Исходя из опыта выращивания лент шириной 30 мм, можно предполагать, что этого уже будет достаточно для предотвращения образования блоков. С другой стороны, необходимо отметить, что ни в одном из вариантов конструкции тепловых экранов не удалось получить распределение температуры в ленте близкое к линейному в пределах всей горячей части зоны и понизить уровень напряжений ниже 20 МПа, поэтому имеются определенные сомнения, что предлагаемые меры могут оказаться достаточными для создания устойчивого воспроизводимого процесса получения безблочных лент. По-видимому, надежное решение этой проблемы требует более существенных изменений конструкции, а наиболее перспективен переход к тепловой зоне с плоской геометрией.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработаны новые методы численного исследования процессов выращивания оксидных кристаллов методами Чохральского и Степанова. С помощью этих методов проведены исследования реальных ростовых процессов: метода Чохральского с низкими и высокими температурными градиентами, а также метода Степанова.

В частности, в варианте метода Чохральского с большими температурными градиентами проведено исследование явления инверсии фронта кристаллизации на стадии разрачивания гадолиний-галлиевого граната. Для низкоградиентного варианта метода Чохральского разработан алгоритм управления нагревателем в процессе выращивания кристалла германосилленита. Данный алгоритм обеспечил сохранение требуемой формы фронта кристаллизации на протяжении всего ростового процесса, что позволило устойчиво получать кристаллы высокого качества.

В методе Степанова проведено исследование влияния различных систем экранировок на распределение термоупругих напряжений в теле кристалла при выращивании базисноограниченных лент сапфира. По результатам численных экспериментов для лент шириной 30 мм предложена новая конфигурация тепловой зоны, обеспечившая стабильный рост безблочных лент с очень низким уровнем остаточных напряжений. А для лент шириной 50 мм найдена конфигурация тепловой зоны, позволяющая существенно уменьшить термоупругие напряжения.

### СПИСОК ЦИТИРУЕМЫХ РАБОТ

- Ц1. R.Viskanta, M.P.Menguc. Radiative heat transfer in combustion systems // Progr. Energy Combust. Sci., 1987, Vol.13, P.97.
- Ц2. Оцисик М.Н. Сложный теплообмен. М.: Мир, 1976. 616с.
- Ц3. V.N. Shlegel, D.S. Pantsurkin. Specific Features in Shaping  $\text{Bi}_{12}\text{GeO}_{20}$  Crystals Grown by Low Thermal Gradient Czochralski Technique // Cryst. Reports, 2009, Vol.54, No.7, P.1261-1264.
- Ц4. Химмельблау Д.М. Прикладное нелинейное программирование. Москва: Мир, 1975, С.163.
- Ц5. Денисов А.В., Крымов В.М., Пунин Ю.О. Исследование оптических аномалий и остаточных напряжений в базисноограниченных ленточных кристаллах сапфира, выращенных методом Степанова // Физика твердого тела, 2007, Т.49, Вып.3, С.454-459.

## МАТЕРИАЛЫ ДИССЕРТАЦИИ ОПУБЛИКОВАНЫ В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ:

### В журналах:

1. I.Yu. Evstratov, S. Rukolaine, V.S. Yuferev, M.G. Vasiliev, A.B. Fogelson, V.M. Mamedov, V.N. Shlegel, Ya.V. Vasiliev, Yu.N. Makarov, Global analysis of heat transfer in growing BGO crystals ( $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ) by low-gradient Czochralski method // *J. Crystal Growth*, 2002, Vol.235, P.371–376.
2. O.N. Budenkova, V.M. Mamedov, M.G. Vasiliev, V.S. Yuferev, Yu.N. Makarov. Effect of internal radiation on the crystal-melt interface shape in Czochralski oxide growth // *J. Crystal Growth*, 2004, Vol.266, P.96-102.
3. Rukolaine S.A., Vasilyev M.G., Yuferev V.S., Mamedov V.M. A numerical scheme for the solution of axisymmetric radiative transfer problems in irregular domains filled by media with opaque and transparent diffuse and specular boundaries // *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transfer*, 2004, Vol.84, P.371-382.
4. В.М. Мамедов, С.А. Руколайне. Численное решение задач радиационного теплопереноса в областях нерегулярной формы с зеркальными (френелевскими) границами. Осесимметричный случай // *Математическое моделирование*, т.16, №10, 2004г. С.15-28.
5. M.G.Vasiliev, O.N.Budenkova, V.S.Yuferev, V.V.Kalaev, V.N.Shlegel, N.V.Ivannikova, Ya.V.Vasiliev and V.M.Mamedov. Effect of heat shield on the shape of the solid-liquid interface and temperature field in the BGO-eulithine LTG Cz growth // *J. Crystal Growth*, 2005, Vol.275, P.745-750.
6. В.М. Мамедов, В.С.Юферев. Численное решение задач радиационного теплопереноса в трехмерных областях нерегулярной формы с зеркальными (френелевскими) границами // *Теплофизика высоких температур*, 2006г, т.44, №4, С.568-576.
7. V. M. Mamedov, V. S. Yuferev, S. I. Bakholdin, and Yu. G. Nosov. Investigation of the Heat Exchange Processes during Growth of Basal-Plane-Faceted Sapphire Ribbons by the Stepanov Method // *Crystallography Reports*, 2008, Vol.53, No. 7, P.1194–1202.
8. В.М. Мамедов, В.С. Юферев, Численная визуализация процесса инверсии фронта кристаллизации при выращивании оксидных кристаллов из расплава методом Чохральского // *Письма в ЖТФ*, 2008, том 34, вып. 14, С.75-81.  
*Английский вариант:* V.M. Mamedov, V.S. Yuferev, Numerical Simulation of the Crystallization Front Inversion in Oxide Single Crystals Grown from Melt using the Czochralski Method // *Technical Physics Letters*, 2008, Vol.34, No. 7, P.622–625.
9. В.М. Мамедов, В.С. Юферев. Нестационарная модель процесса выращивания оксидных кристаллов из расплава методом Чохральского // *Известия РАН. Серия физическая*, 2009, том 73, № 10, С.1486–1490.  
*Английский вариант:* V.M. Mamedov, V.S. Yuferev, Time-Dependent Model of the Growth of Oxide Crystals from Melt by the Czochralski Method // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2009, Vol.73, No. 10, P.1402–1405.
10. М.Г. Васильев, В.М. Мамедов, С.А. Руколайне, В.С. Юферев, Оптимизация тепловыделения в многосекционном нагревателе при выращивании кристаллов германата висмута низкоградиентным методом Чохральского // *Известия РАН. Серия физическая*, 2009, том 73, № 10, С.1491–1495.  
*Английский вариант:* M.G. Vasiliev, V.M. Mamedov, S. A. Rukolaine, and V. S. Yuferev, Heat Source Optimization in a Multisection Heater for the Growth of Bismuth Germanate Crystals by the Low-Gradient Czochralski Method // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2009, Vol.73, No. 10, P.1406–1409.
11. В.М. Мамедов, В.С. Юферев, С.И. Бахолдин, В.М. Крымов, Ю.Г. Носов, Моделирование тепловых полей и оптимизация тепловой зоны при выращивании базисноограниченных лент сапфира шириной 50 мм // *Известия РАН. Серия физическая*, 2009, том 73, № 10, С.1441–1444.  
*Английский вариант:* V. M. Mamedov, V. S. Yuferev, S. I. Bakholdin, V. M. Krymov, and Yu. G. Nosov, Thermal Field Simulation and Heat Zone Optimization for the Growth of 50-mm Basal-Plane-Faceted Sapphire Ribbons // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2009, Vol.73, No. 10, P.1360-1363.
12. В. М. Крымов, А. В. Денисов, М. И. Саллум, С. И. Бахолдин, В. М. Мамедов, В. С. Юферев, А. А. Русанов, П. В. Смирнов, Управление температурным полем и остаточными напряжениями при выращивании базисноограниченных сапфировых лент // *Известия РАН. Серия физическая*, 2009, том 73, № 10, С.1436–1440.  
*Английский вариант:* V.M. Krymov, A.V. Denisov, M.I. Sallum, S.I. Bakholdin, V.M. Mamedov, V.S. Yuferev, A.A. Rusanov, and P.V. Smirnov, Control of Temperature Field and Residual Stresses in Growing

**В Трудах конференций и семинаров:**

1. S.Rukolaine, M.G. Vasiliev, V.S. Yuferev, O.N. Budenkova, A.B. Fogelson, V.M. Mamedov, I.Yu. Evstratov, A.I. Zhmakin, V.N. Shlegel, Ya.V. Vasiliev. Numerical study of heat transfer in growing oxide crystal by Czohralski method // Proceedings of Fourth International Conference “Single Crystal Growth and Heat & Mass Transfer”, 24-28 september 2001, Obninsk, Vol.3, P.669-679.
2. С.А. Руколайне, М.Г. Васильев, В.С. Юферев, В.М. Мамедов. Численный метод решения осесимметричных задач радиационного теплопереноса в произвольных осесимметричных областях, заполненных поглощающей, излучающей и рассеивающей средой с переменными оптическими свойствами // Труды Третьей Российской Национальной Конференции по Теплообмену, 21-25 октября 2002 года, Москва, том 6 (Интенсификация теплообмена. Радиационный и сложный теплообмен), С.316-319.
3. Sergey Rukolaine, Mikhail Vasilyev, Valentin Yuferev, Vasif Mamedov. A numerical scheme for the solution of axisymmetric radiative transfer problems in complex domains filled by participating media with opaque and transparent diffuse and specular boundaries // Proceedings of Eurotherm 73 on Computational Thermal Radiation in Participating Media, 15-17 April 2003, Mons, Belgium. Vol.2, P.1-10.
4. Mamedov V.M., Rukolaine S.A., Yuferev V.S. A numerical method for the solution of radiative heat transfer problems in irregular domains with Fresnel interfaces: axisymmetric problems // Proceedings of the Fourth International Symposium on Radiative Transfer, Istanbul, Turkey, June 20-25, 2004, P.69-78.
5. Mamedov V.M., Rukolaine S.A., Yuferev V.S. Numerical solution of radiative heat transfer problems in three-dimensional irregular domains with Fresnel interfaces // The Fourth International Symposium on Radiative Transfer, Istanbul, Turkey, June 20 – 25, 2004, Poster abstracts, P.32–34.
6. V.M.Mamedov, S.A.Rukolaine, V.S.Yuferev. A numerical method for the solution of radiative heat transfer problems in irregular domains // Тезисы Шестого Международного Конгресса по Математическому Моделированию, 20-26 сентября 2004 года, Нижний Новгород, С.206.
7. В.М. Мамедов. Численное решение задач переноса излучения в осесимметричных и трехмерных областях сложной формы гибридным методом дискретных ординат и трассировки лучей // Вопросы математической физики и прикладной математики. Материалы семинара 16 июня 2005 года, Санкт-Петербург, 2005, С.198-207.
8. В.М. Крымов, С.И. Бахолдин, А.В. Москалев, В.М. Мамедов, В.С. Юферев, П.И. Антонов, А.В. Денисов, М.И. Саллум, Ю.О. Пунин, Управление температурным полем и остаточными напряжениями при выращивании базисноограниченных сапфировых лент шириной 30 мм // Труды XVIII Петербургских чтений по проблемам прочности и роста кристаллов, 21-24 октября 2008 г., Санкт-Петербург, т.1, С.43-45.
9. В.М. Мамедов, В.С. Юферев, С.И. Бахолдин, В.М. Крымов, Ю.Г. Носов, Моделирование тепловых полей и оптимизация тепловой зоны при выращивании базисноограниченных лент сапфира шириной 50 мм // Труды XVIII Петербургских чтений по проблемам прочности и роста кристаллов, 21-24 октября 2008 г., Санкт-Петербург, т.1, С.49-51.
10. В.М. Мамедов, В.С. Юферев. Нестационарная модель процесса выращивания оксидных кристаллов из расплава методом Чохральского // Труды XVIII Петербургских чтений по проблемам прочности и роста кристаллов, 21-24 октября 2008 г., Санкт-Петербург, т.1, С.62-64.
11. М.Г. Васильев, В.М. Мамедов, С.А. Руколайне, В.С. Юферев, Оптимизация тепловыделения в многосекционном нагревателе при выращивании кристаллов германата висмута низкоградиентным методом Чохральского // Труды XVIII Петербургских чтений по проблемам прочности и роста кристаллов, 21-24 октября 2008 г., Санкт-Петербург, т.1, С.65-67.

*Автор выражает глубокую благодарность своему научному руководителю Валентину Степановичу Юфереву за неоценимую помощь на протяжении всех этапов работы над диссертацией, Сергею Анатольевичу Руколайне за участие в разработке численных методов, Михаилу Георгиевичу Васильеву и Ольге Николаевне Буденковой за помощь в проведении расчетов, Владимиру Михайловичу Крымову, Сергею Ивановичу Бахолдину и Юрию Григорьевичу Носову за совместную работу по изучению роста лент сапфира, Яну Владимировичу Васильеву и Данилу Сергеевичу Панцуркину за сотрудничество в исследовании роста германосилленида, а также ОАО «Софт-Импакт» за предоставленную возможность использования ПО.*