



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **103465** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
C30B 15/20 (2006.01)
C30B 15/00
C30B 17/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: а 2013 13675	(72) Винахідник(и): Кривоносов Євген Володимирович (UA), Литвинов Леонід Аркадійович (UA), Коневський Павло Вячеславович (UA)
(22) Дата подання заявки: 25.11.2013	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.12.2015	(73) Власник(и): ІНСТИТУТ МОНОКРИСТАЛІВ НАЦІОНАЛЬНОЇ АКАДЕМІЇ НАУК УКРАЇНИ, пр. Леніна, 60, м. Харків, 61001 (UA)
(41) Публікація відомостей про заявку: 10.04.2014, Бюл.№ 7	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.12.2015, Бюл.№ 24	

(54) СПОСІБ ОПТИМІЗАЦІЇ ПАРАМЕТРІВ РОСТУ ДЛЯ ВИРОЩУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ МЕТОДОМ КІРОПУЛОСА

(57) Реферат:

Спосіб оптимізації параметрів росту для вирощування монокристалів методом Кіропулоса в якому для кожного кристалу, який вирощено на конкретній установці, яку оснащено системою автоматичного регулювання потужності на нагріванні та реєстрації набору ваги кристала, що росте, по геометричній формі кристала і динаміці набору його ваги створюють віртуальний образ (комп'ютерну модель) процесу кристалізації, припускаючи форму фронту кристалізації у вигляді конуса із змінним кутом у вершини. Оптимізують створений віртуальний образ, вносячи відповідні зміни у значення швидкості кристалізації і швидкості витягування кристала з розплаву. З урахуванням оптимізації за допомогою комп'ютерної моделі розраховують динаміку набору ваги кристала, яку реалізують у наступному процесі кристалізації на цій же установці.

UA 103465 U

Корисна модель належить до способів вирощування монокристалів тугоплавких оксидів методом Кіропулоса, зокрема сапфіра, вироби з яких широко використовуються в оптиці, фотоніці, електроніці, медицині та інших галузях науки і техніки.

Метод Кіропулоса - один з перспективних методів вирощування великих монокристалів.

5 Якість і форма кристала визначаються швидкістю кристалізації, швидкістю витягання кристала з розплаву і формою фронту кристалізації. Основна проблема при вирощуванні кристалів цим методом - є контроль динаміки процесу кристалізації. Швидкість витягання кристала з розплаву в процесі кристалізації може змінюватися оператором відповідно до заданої програми. Швидкість кристалізації визначається динамікою зміни електричної потужності на нагрівачі кристалізатора і формою фронту кристалізації. При деградації елементів теплового вузла в процесі експлуатації форма фронту кристалізації може змінюватись. Ці зміни носять накопичувальний характер і стають істотними через 5-10 проведених підряд процесів, що приводить до зниження якості вирощених кристалів. Знайдені дослідним шляхом режими кристалізації вимагають коректування через 5-6 процесів, що пов'язане із значними матеріальними витратами на проведення додаткових експериментальних кристалізацій.

15 На сьогодні залишається ряд невирішених проблем, що затрудняють роботу технолога і оператора ростового устаткування: неможливість точного визначення істинної ваги кристала, зануреного в розплав; відсутність інформації про діаметр кристала і форму фронту кристалізації протягом ростового процесу; деградація теплового вузла ростової установки через екстремальну температуру експлуатації його матеріалів. Ці проблеми обмежують можливість проведення процесу кристалізації при оптимальних технологічних режимах.

Відомі спроби прогнозування методом чисельного моделювання процесу кристалізації, для чого створено комп'ютерні програми, що призначені для розрахунку температурного поля ростової зони, сформованого різною системою теплоізолюючих екранів [S.E. Demina, E.N. Bystrova, V.S. Postolov et al. Use of numerical simulation for growing high-quality sapphire crystals by the Kyropoulos method // Journal of Crystal Growth 310 (2008) 1443-1447; S.E. Demina, V.V. Kalaev 3D unsteady computer modeling of industrial scale Ky and Cz sapphire crystal growth // Journal of Crystal Growth 320 (2011) 23-27; W.J. Leea, Y.C. Lee, H.H. Jo, Y.H. Park Effect of crucible geometry on melt convection and interface shape during Kyropoulos growth of sapphire single crystal // Journal of Crystal Growth 3241angnpIO33 (2011) 248-254]. Ці програми дозволяють оцінювати вплив конструкційних особливостей кристалізатора і теплових умов в ростовому просторі на процес масопереносу в розплаві і формування термпружних напруг у кристалі, що росте.

Проте, такі програми не враховують динаміку зміни основних технологічних параметрів процесу кристалізації, а також не дозволяють їх відстежувати і оптимізувати. На даний момент немає методу комплексного аналізу і контролю реального процесу кристалізації методом Кіропулоса.

В основу корисної моделі поставлена задача розробки способу оптимізації технологічних параметрів при вирощуванні монокристалів методом Кіропулоса з можливістю контролю і управління динамічними параметрами процесу кристалізації для поліпшення якості вирощених монокристалів.

40 Поставлена задача вирішується тим, що у способі оптимізації параметрів росту для вирощування монокристалів методом Кіропулоса, згідно корисної моделі для кожного кристалу, який вирощено на конкретній установці, яка оснащена системою автоматичного регулювання потужності на нагрівачі та реєстрацією набору ваги кристала, що росте, по його геометричній формі і динаміці набору ваги створюють комп'ютерну модель віртуального процесу кристалізації, припускаючи форму фронту кристалізації у вигляді конуса із змінним кутом у його вершини, оптимізують цей віртуальний процес кристалізації, вносячи відповідні зміни в значення швидкості кристалізації і швидкості витягування кристала з розплаву, далі за допомогою комп'ютерної моделі ті з урахуванням оптимізації розраховують динаміку набору ваги кристалом, яку реалізують у наступному процесі кристалізації на цій же установці.

Динаміка зміни форми фронту кристалізації в основному визначається конфігурацією теплового поля в робочому просторі кристалізатора і характеризує технологічні особливості конкретної ростової установки. При деградації теплового вузла установки відбувається зміна конфігурації теплового поля кристалізатора, що приводить до відхилення динамічних параметрів процесу кристалізації від оптимальних значень. Враховуючи і компенсуючи ці відхилення, регулюванням швидкості витягання кристала з розплаву і темпом зниженням потужності на нагрівачі можна збільшити кількість якісних кристалізацій.

Комп'ютерна модель дозволяє одержати дані про динамічні параметри реального процесу кристалізації (форма кристала, форма фронту кристалізації і швидкість його переміщення, темп набору ваги кристала, що росте, рівень розплаву у тиглі), які визначають форму і якість

кристала. На підставі одержаних даних при необхідності їх оптимізації досягають бажаного значення для всіх динамічних параметрів віртуального процесу кристалізації, підбираючи значення швидкості витягання кристала з розплаву та швидкості переміщення фронту кристалізації.

У результаті оптимізації віртуального процесу кристалізації одержують динаміку набору ваги віртуального кристала (зміна в часі ваги кристала в процесі цього зростання). Ця характеристика у вигляді функції за часом використовується як завдання для регулювання потужності на нагрівачі при проведенні наступного реального процесу кристалізації. Регулятор потужності реалізує задану динаміку набору ваги кристала під час реального процесу, контролюючи вагу кристала, що росте, за даними свідчення датчика ваги (фіг. 1).

На фіг. 1 приведено схему аналізу і контролю динамічних параметрів кристалізації сапфіра методом Кіропулоса.

На фіг. 2 приведено комп'ютерну модель процесу кристалізації, яка створена за формою і динамікою набору ваги реально вирощеного:

модельювання темпу набору ваги кристалом, що росте;
модельювання профілю кристала і фронту кристалізації.

На фіг. 3 представлені динамічні параметри реального процесу кристалізації, що розраховані по комп'ютерній моделі кристала:

характер зміни параметра форми фронту кристалізації (кут вершини фронту кристалізації);
швидкість кристалізації (швидкість переміщення фронту кристалізації).

На фіг. 4 представлено комп'ютерну модель профілю кристала оптимізованого процесу.

На фіг. 5 представлено графік динаміки набору ваги кристала для оптимізованого процесу.

На фіг. 6 приведено фото кристалів сапфіра, вирощених до (а) і після (б) оптимізації динамічних параметрів процесу кристалізації, а також віртуальні профілі цих кристалів у момент їх проростання до дна тиглю.

Запропонований спосіб реалізують таким чином.

Приклад 1. Для корекції режимів кристалізації з метою отримання кристала діаметром 175-180 мм без тріщин і включень іншої фази, проводять аналіз динамічних параметрів процесу кристалізації сапфіра вагою 30кг незадовільної якості, вирощеної на установці "Омега-200".

Методом фотометрії відцифровують профіль вирощеного кристала з точністю $\pm 0,25$ мм. На підставі геометричних розмірів внутрішньої порожнини тигля (висота 350 мм, діаметр вгорі 225 мм, діаметр внизу 215 мм); вага завантаження початкової сировини (30 кг); початкового діаметру розрощування (45 мм) і швидкості витягання кристала з розплаву (0,2 мм/ч) створюють комп'ютерну модель (віртуальний образ) процесу кристалізації, яка по динаміці набору ваги і формі кристала відповідає реально вирощеному кристалу, припускаючи форму фронту кристалізації у вигляді конуса із змінним кутом у його вершини (фіг. 2).

По комп'ютерній моделі (віртуальному образу) визначають динамічні параметри реального процесу кристалізації (фіг. 3). Варіюючи значення швидкості витягання кристала з розплаву (в межах 0,1...0,3 мм/ч) і швидкості кристалізації (в межах 1...3 мм/ч), коректують віртуальний образ, і визначають динаміку набору ваги для наступного процесу кристалізації (фіг. 4, 5).

Значення швидкості витягання кристала з розплаву і динаміку набору ваги кристала, що росте, одержані з результатів оптимізації віртуального образу, вводять як початкове завдання у систему автоматичного регулювання ростової установки. Реальний процес кристалізації ведуть, регулюючи потужність на нагрівачі і реалізуючи динаміку набору ваги кристала, що росте, відповідно до динаміки набору ваги оптимізованого віртуального процесу.

Стандартними методами оцінюють оптичну і структурну якість вирощеного кристала і при необхідності, використовуючи комп'ютерну модель (віртуальний образ) цього кристала, проводять чергову корекцію швидкості кристалізації для наступного технологічного процесу.

Оптимізація динаміки набору ваги кристалом, що росте, відповідно до комп'ютерної моделі (віртуального образу) попереднього технологічного процесу дозволяє забезпечити необхідну якість і задану форму кристала (фіг.6). Контроль і корекція основних динамічних параметрів кожного процесу кристалізації знижує вплив змін теплового поля кристалізатора, що відбуваються в результаті деградації теплового вузла ростового устаткування при експлуатації. Це дозволяє ефективно використовувати кожну конкретну ростову установку.

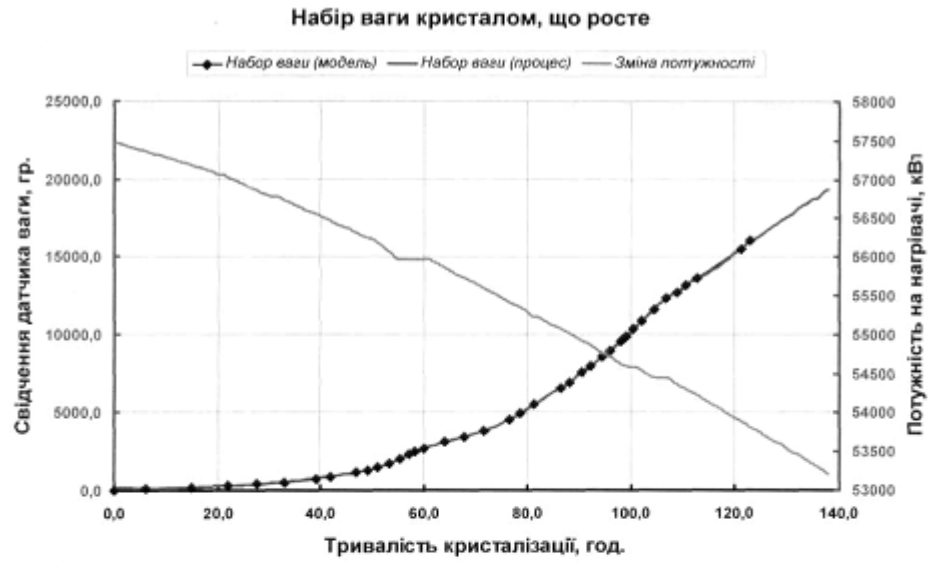
ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб оптимізації параметрів росту для вирощування монокристалів методом Кіропулоса, який відрізняється тим, що для кожного кристалу, який вирощено на конкретній установці, яку

- 5 оснащено системою автоматичного регулювання потужності нагрівання та реєстрації набору ваги кристала, що росте, по геометричній формі кристала і динаміці набору його ваги створюють віртуальний образ (комп'ютерну модель) процесу кристалізації, припускаючи форму фронту кристалізації у вигляді конуса із змінним кутом у вершини, оптимізують створений віртуальний образ, вносячи відповідні зміни у значення швидкості кристалізації і швидкості витягування кристала з розплаву, далі з урахуванням оптимізації за допомогою комп'ютерної моделі розраховують динаміку набору ваги кристала, яку реалізують у наступному процесі кристалізації на цій же установці.

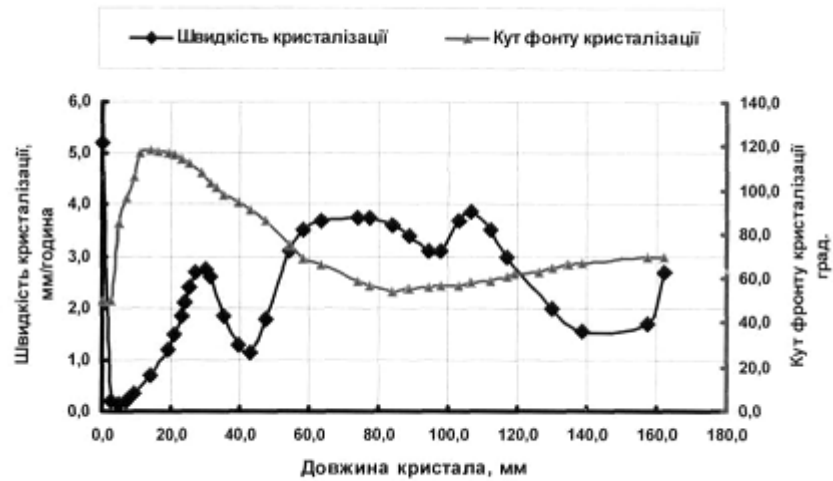


Фіг. 1

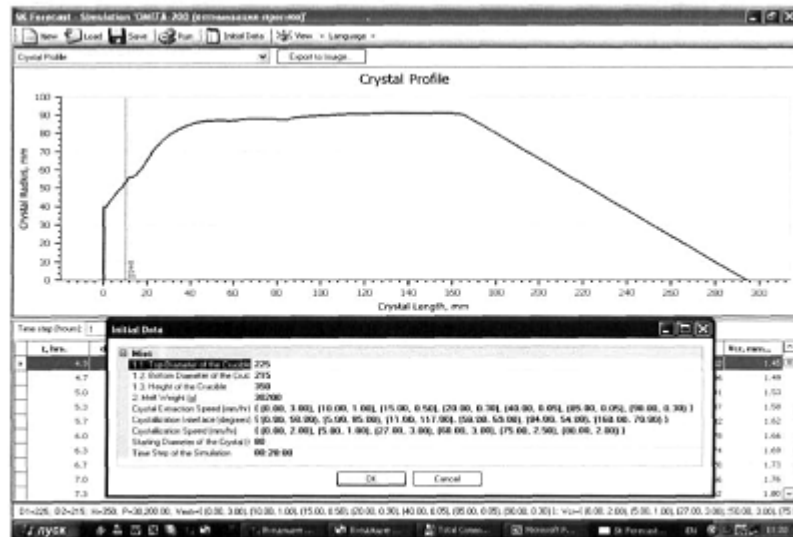


Фіг. 2

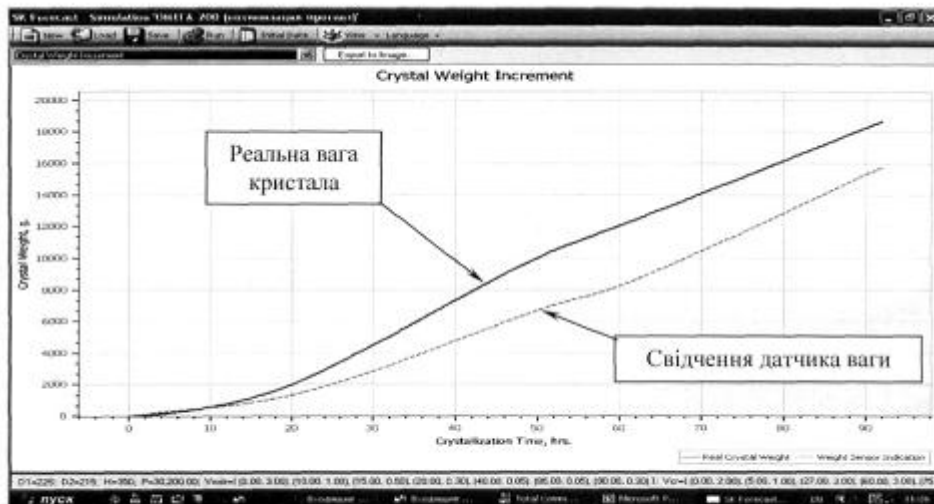
Динамічні параметри процесу кристалізації



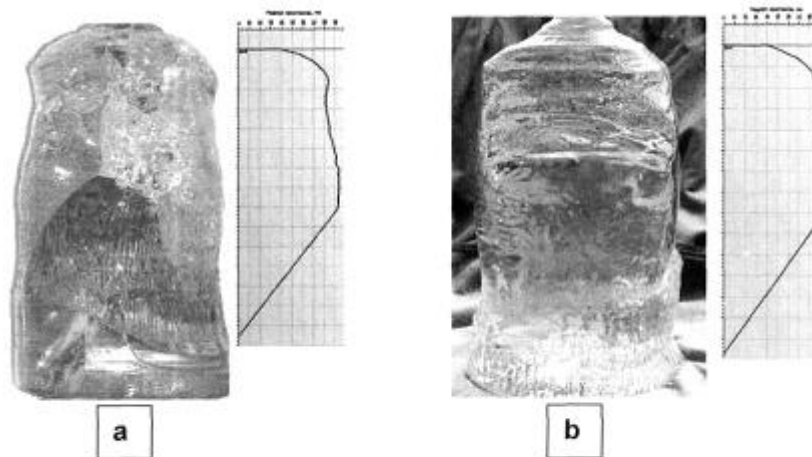
Фіг. 3



Фіг. 4



Фіг. 5



Фіг. 6

Комп'ютерна верстка Л. Ціхановська

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601