

**Отделение Физических наук РАН
Научный совет РАН по физике конденсированных сред
Межгосударственный координационный совет
по физике прочности и пластичности материалов
Санкт-Петербургский научный центр РАН
Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН**

**Всероссийское совещание
ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ
СПОСОБОМ СТЕПАНОВА, ПЛАСТИЧНОСТЬ И
ПРОЧНОСТЬ КРИСТАЛЛОВ**

Программа Совещания

Тезисы докладов

**Санкт-Петербург
Физико-технический институт
им. А.Ф.Иоффе РАН**

22-24 октября 2003 г

Организационный комитет совещания

Председатель

Никаноров С.П.

Программный комитет

Антонов П.И.

Бахолдин С.И.

Пименова Т.Ф.

Подготовка материалов

Антонов П.И.

совещания

Куандыков Л.Л.

и их публикация

Румянцева С.Е.

Программа совещания и публикация материалов

Фильера - это олицетворение строгого
приучения; к ее жесткому
оттиску слова и ходы пишутся полезные
формы образования - более огульные -
решая систему ее изменения
принимая все формальные, включая
и близкую к ним и форму

Андрей



Участники Первого совещания по способу Степанова,
Ленинград, 13 апреля 1967 г.

Заседание I. 22 октября 2003 г., утро, 10 час. 30 мин.

- **Физико-химические основы и теория процессов выращивания профилированных кристаллов и изделий из расплава.**

Открытие совещания. Вступительное слово. *С.П.Никаноров.*

- 1.1 *В.Н.Курлов, С.Н.Рассоленко.* Управление формой и качеством кристаллов сапфира при выращивании методом некапиллярного формообразования.....6
- 1.2 *В.Н.Назаров.* Реализация обратного метода Степанова для получения различных изделий из алюминия и кремния.....8
- 1.3 *А.В.Шишкин, А.П.Черепанов, А.С.Басин.* Исследование технологических параметров при выращивании кремниевых лент и прутков вниз из расплава.....10
- 1.4 *Л.И.Ивлева, В.В.Воронов, И.С.Воронина, Н.М.Полозков, П.А.Лыков, В.В.Осико.* Особенности кристаллизации и реальная структура объемно-профилированных оксидных монокристаллов.....12
- 1.5 *Б.Н.Корчунов, В.Н.Осипов, В.В.Пеллер, Г.Г.Хохлов.* Некоторые особенности капиллярного формообразования при кристаллизации способом Степанова алюминиевых поликристаллических изделий.....14
- 1.6 *П.И.Антонов, С.И.Бахолдин, Л.Л.Куандыков, Ю.К.Лингарт.* Явление скачков теплового поля в монокристаллических лентах сапфира.....16
- 1.7 *Л.А.Литвинов, С.А.Ткаченко.* Выращивание сапфировых капилляров.....18
- 1.8 *А.В. Жданов, М.В.Юдин.* Выращивание труб с малым внутренним диаметром из расплава способом Степанова.....20
- 1.9 *Л.Л.Куандыков, С.И.Бахолдин, Е.В.Галактионов, И.Л.Шульпина, П.И.Антонов.* Ориентационная зависимость термических напряжений в монокристаллических лентах лейкосапфира.....22
- 1.10 *Л.Л.Куандыков, С.И.Бахолдин, П.И.Антонов.* Динамика мениска при отрыве профилированного кристалла.....24
- 1.11 *А.Я.Данько, Н.С.Сидельникова, С.В.Нижанковский, В.М.Пузиков.* Особенности оптических свойств кристаллов сапфира, выращенных в восстановительных газовых средах.....26
- 1.12 *Л.Л.Куандыков, В.С.Юфереv,* Капиллярное формообразование базисноограненной ленты сапфира.

Заседание II. 23 октября 2003 г., утро, 10 час.

- **Физико-механические свойства профилированных монокристаллов и изделий.**
- **Прочность микро – и макро пластичность кристаллов.**

- 2.1 *А.Б.Синани, А.С.Власов, Е.Л.Зильбербранд, А.А.Кожушко, А.И.Козачук, М.И.Степанов, С.И.Бахолдин, П.И.Антонов.* Пластины лейкосапфира для прозрачных высокопрочных защит от высокоскоростного удара.....28
- 2.2 *А.В.Волошин, Л.А.Литвинов, Е.Л.Островская, И.Б.Тимченко.* Влияние кристаллографии на трибологические характеристики кристаллов корунда, выращенных методом Степанова.....30

2.3а	<i>В.Ю.Федоров, С.Б.Кустов, Р.Шаллер.</i> Механические свойства изделий, выращенных способом Степнова из сплава Al-Si (11,7%).....	32
2.3б	<i>В.Ю.Федоров, С.Б.Кустов.</i> Прочность, пластичность и микроструктура термообработанных лент, выращенных способом Степнова из сплава Al-Si(11,7%)..	34
2.4а	<i>В.Ю.Федоров.</i> Влияние температуры перегрева расплава на зависимость дисперсности структуры изделий из сплава Al-Si(11,7%) от параметров процесса выращивания.....	36
2.4б	<i>С.Б.Кустов, В.Ю.Федоров.</i> Влияние условий термической обработки на размеры частиц кремния в эвтектическом сплаве Al-Si(11,7%).....	38
2.5	<i>Ю.А.Фадин, В.В.Пеллер, Г.Г.Хохлов.</i> Влияние структуры направленно закристаллизованных сплавов на параметры трения.....	40
2.6	<i>С.А.Пульнев, К.В.Бетехтин, В.И.Николаев, С.Л.Кузьмин.</i> Генерация и релаксация реактивных напряжений в монокристаллах CuAlNi, обладающих эффектом памяти формы.....	42
2.7	<i>Г.С.Казакевич, В.В.Пеллер, Б.Н.Корчунов, В.Н.Осипов, Г.Г.Хохлов, М.Б.Клюквин.</i> Пластическая деформация эфтектики Al-Si, закристаллизованной по способу Степанова.....	44
2.8	<i>М.П.Волков, В.Н.Гурин, С.П.Никаноров, Ю.А.Буренков, Л.И.Деркаченко, Л.Л.Регель, В.В.Вилкокс.</i> Влияние левитации и центрифугирования на структуру и свойства Al-Si и Al-Si-Ge сплавов.....	46
2.9	<i>О.В.Клявин, Б.А.Мамырин, В.И.Николаев, Л.В.Хабарин, Ю.М.Чернов, В.В.Шнейзман.</i> Проникновение гелия в моно- и нанокристаллическую медь при ее деформировании в среде жидкого гелия.....	48
2.10	<i>Ю.Г.Носов, Л.И.Деркаченко, П.И.Антонов.</i> Последствие при испытании корунда на микротвердость.....	50
2.11	<i>В.М.Крымов, А.В.Москалев, В.И.Николаев, П.И.Антонов.</i> Анизотропия светорассеяния на микродефектах в профилированных монокристаллах лейкосапфира.....	52

Заседание III. 23 октября 2003 г., вечер, 15 час.

- **Получение и свойства сложных материалов и структур.**
- **Тепломассообмен при росте профилированных кристаллов.**

3.1	<i>С.А.Пульнев, К.В.Бетехтин, С.П.Никаноров, Е.Л.Гюлиханданов.</i> Новые дисперсноупрочненные монокристаллические материалы на основе Cu-Al с эффектом памяти формы.....	54
3.2	<i>Б.С.Редькин, Д.В.Иржак, Д.В.Роцупкин.</i> Формирование регулярных доменных структур в кристаллах LiNbO ₃ при выращивании методом Степанова.....	56
3.3	<i>Г.А.Горюшин.</i> Тепловые процессы и распределение температуры вблизи фронта кристаллизации при выращивании кристаллов из расплава.....	57
3.4	<i>В.И.Николаев, Р.Б.Тимашов, С.И.Бахолдин, В.М.Крымов.</i> Эпитаксиальный рост слоев твердых растворов Al(Ga,In) на самоограничивающихся сапфировых лентах, выращенных по способу Степанова.....	58
3.5	<i>Н.В.Абросимов, В.Н.Курлов, С.Н.Россоленко, Х.Риман.</i> Управление профилем распределения компонентов при выращивании монокристаллов Si:Ge по методу Чохральского.....	60

3.6	<i>В.Н.Курлов, С.В.Беленко.</i> Получение модулированных структур $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:Ti}^{3+}$ различными вариантами метода Степанова.....	62
3.7	<i>Д.Н.Борисенко, В.А.Бородин, А.В.Жданов, Л.П.Николаева.</i> Температурные поля в трубах, получаемых из расплава методом локального формообразования.....	64
3.8	<i>В.М.Крымов, А.В.Москалев, П.И.Антонов.</i> Выращивание сложных монокристаллических изделий из лейкосапфира способом Степанова.....	66
3.9	<i>С.И.Бахолдин, В.М.Крымов, Л.Л.Куандыков, А.В.Москалев, П.И.Антонов.</i> Экспериментальное изучение вариаций мощности нагревателя в процессе роста профилированных монокристаллов сапфира.....	68
3.10	<i>О.И.Буденкова, М.Г.Васильев, В.С.Юфев,</i> Влияние радиационного переноса тепла на форму фронта кристаллизации на стадии разращивания ленты сапфира.	

Заседание IV. 24 октября 2003 г., утро, 10 час.

- **Перспективы развития и применения способа Степанова.**
- **Экономика и экология.**

4.1а	<i>В.В.Пеллер</i> Области применения профилированных изделий из Al сплавов и композиций на их основе.....	70
4.1б	<i>В.В.Пеллер.</i> Стратегия создания промышленного производства Al профилей способом Степанова.....	72
4.1в	<i>Ю.А.Лайнер, В.В.Пеллер.</i> Состояние и перспективы сырьевой базы производства алюминиевой продукции.....	74
4.2.	<i>Б.Е.Бураков.</i> Применение сапфировых трубчатых изделий для проведения экспериментов в условиях высоких радиационных полей и механически агрессивных сред.....	75
4.3	<i>Т.А.Компан, А.С.Корнев, А.Я.Лукин, В.М.Крымов, А.В.Москалев, П.И.Антонов.</i> Эталонные меры теплового расширения из профилированных монокристаллов лейкосапфира.....	76
4.4	<i>С.И.Бахолдин, В.М.Крымов, А.В.Москалев, П.И.Антонов.</i> Телевизионно-компьютерная система измерения размера профилированных монокристаллов лейкосапфира в процессе выращивания.....	78
4.5	<i>А.В.Шкульков</i> Синтез поликристаллических материалов для выращивания монокристаллов из расплава.....	80
4.6	<i>Б.Т.Мелех, Ю.Н.Филин, В.В.Бахарев, И.В.Коркин, Н.Ф.Картенко.</i> Использование особенностей прямого ВЧ плавления в холодном тигле для получения различных классов материалов.....	82
4.7	<i>С.В.Алексеев, В.В.Пеллер.</i> Использование плазменных технологий при получении профилированных изделий из сплавов на основе алюминия методом кристаллизации из расплава.....	84
4.8а	<i>В.В.Пеллер.</i> Вопросы экономики при получении профилированных Al изделий.....	86
4.8б	<i>В.В.Пеллер.</i> Экологические проблемы при получении и использовании Al профилей.....	88
4.9	<i>Г.А.Горюшин, В.И.Добровольская, Н.Е.Липавская, В.Б.Толстоусов.</i> Оборудование для выращивания кристаллов.....	90

Общая дискуссия.

1.1. УПРАВЛЕНИЕ ФОРМОЙ И КАЧЕСТВОМ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ МЕТОДОМ НЕКАПИЛЛЯРНОГО ФОРМООБРАЗОВАНИЯ

В.Н. Курлов, С.Н. Россоленко

Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черноголовка, Россия

E-mail: kurlov@issp.ac.ru; Тел.: (095)5764254; Факс: (096)5249701

В настоящее время наиболее актуальной задачей при выращивании профилированных кристаллов сапфира различными модификациями способа Степанова является, прежде всего, повышение качества выращиваемых кристаллов.

Метод некапиллярного формообразования (NCS – Noncapillary Shaping) был разработан для выращивания высококачественных профилированных кристаллов с большой площадью поперечного сечения. Этот метод позволяет исключать образование встречных потоков расплава под фронтом кристаллизации, характерных для выращивания кристаллов большого сечения при использовании капиллярной подпитки.

В методе NCS реализован вариант способа Степанова со смачиваемым расплавом формообразователем, когда расплав подается под отрицательным давлением, в противоположность тому, как в классическом варианте способа с несмачиваемым расплавом формообразователем расплав подается под положительным давлением. В отличие от EFG метода подъем расплава к фронту кристаллизации осуществляется через некапиллярный канал (поперечный размер канала превышает значение капиллярной постоянной расплава).

Разработана автоматизированная система управления процессом выращивания профилированных кристаллов сапфира методом некапиллярного формообразования, позволяющая осуществлять контроль не только формы растущего кристалла, но и его качества на всех стадиях выращивания (затравливание, стационарный рост трубы и стержня и формирование переходного участка, рис. 1). Автоматизированная система управления позволяет предотвращать переохлаждение на межфазной границе и дальнейшее образование газовых включений, связанное с ограничением фронта кристаллизации.

Метод некапиллярного формообразования с применением автоматизированного контроля был успешно реализован для выращивания высококачественных кристаллов сапфира: стержней с различной формой поперечного сечения, толстостенных труб, пластин, тиглей, полусферических заготовок.

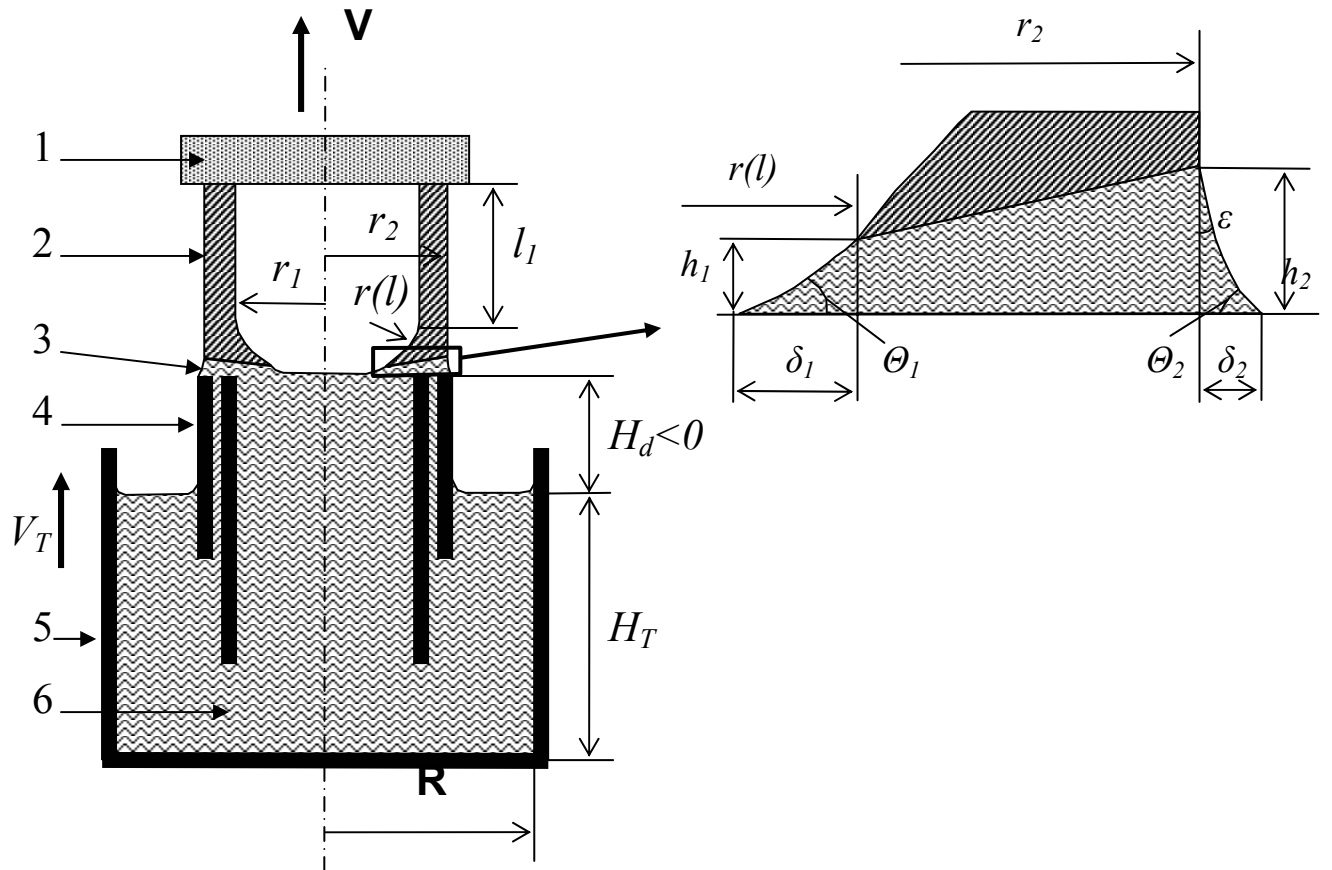


Рис. 1. Схема формирования переходного участка от трубы к стержню для случая использования пластинчатой затравки. 1 – затравка, 2 – кристалл, 3 – мениск, 4 – формообразователь, 5 – тигель, 6 – расплав.

Выражение для программной массы, взвешиваемой датчиком веса, описывается следующим выражением:

$$M = \pi \rho_s (r_2^2 - r_1^2) l_1 + \pi \rho_s (r_2^2 \int V dt - \int r^2(l) V dt) - H_d \rho_L ((r_2 + \delta_2)^2 - (r(l) - \delta_1)^2) + \\ + \pi \rho_L (r_2 - r(l))^2 h_m + 2\pi \rho_L (a^2 r_m \cos \varepsilon - a^2 r_d \sin \Theta_m),$$

где r_1 и r_2 – внутренний и внешний радиусы трубы соответственно; l_1 – длина трубчатой части кристалла до начала переходного участка; ρ_s и ρ_L – плотности кристалла и расплава соответственно; V – скорость вытягивания; H_d – расстояние от уровня поверхности расплава до рабочих кромок формообразователя (в рассматриваемом случае $H_d < 0$); δ_1 и δ_2 – размеры проекций внутренней и внешней частей мениска на горизонтальную плоскость формообразователя соответственно; $h_m = (h_1 + h_2)/2$ – средняя высота мениска; $r_m = (r(l) + r_2)/2$ – средний радиус мениска; ε – угол роста; $\Theta_m = (\Theta_1 + \Theta_2)/2$ – средний угол между мениском и поверхностью формообразователя.

1.2. РЕАЛИЗАЦИЯ ОБРАТНОГО МЕТОДА СТЕПАНОВА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ

В.Н. Назаров

*НТЦ «Профиль-3», 630132 Новосибирск, ул. Железнодорожная 8/1, к. 150
Телефон-факс: (3832) – 18-41-69; факс: (3832) – 25-58-66*

В реализованной технологии изделия непрерывно вытягиваются вниз из короткого мениска расплава, образующегося в отверстии формообразователя, встроенного в дно большого тигля с расплавом [1]. Изделие кристаллизуется ниже насадка за счет интенсивного охлаждения подходящим газом и жидкостью. Тигель является герметичным, что позволяет создавать условия вакуума над поверхностью расплава в тигле. Вакуум компенсирует давление столба расплава в отверстии насадка и позволяет устойчиво удерживать мениск в исходном состоянии, в момент введения затравки и в течение всего процесса получения длинномерных изделий, отрезаемых за устройством вытяжки.

Необходимое давление в тигле поддерживается специальной системой регулирования, отверстие датчика которой совмещено с устройством добавки исходного вещества. Колебания давления над расплавом, вызываемые расходом и добавкой вещества, частично самокомпенсируются за счет изменения положения мениска внутри формующего насадка.

Проведенные визуальные и фото-исследования показали, что наиболее устойчивым является процесс, при котором зазор между алюминиевым изделием и насадком составляет 1–1,5 мм, а скорость вытягивания изделия не превышает 15 мм/с. Фронт кристаллизации при этом отстоит от нижней плоскости насадка на 3–4 мм, а зона формирования мениска может находиться на 1–1,5 мм выше дна тигля.

В ходе работ проведены многочисленные опыты по получению различных профильных изделий из чистого алюминия, из алюмомагниевого и других сплавов: стержней, лент, труб и др. профилей. Некоторые изделия показаны на фото рис. 1, 3, 4. Оптимальная скорость вытягивания была тем меньше, чем сложнее профиль. Например, при получении ленты шириной 150 мм и толщиной около 2 мм (длина отрезков ~10 м) скорость составляла 4,5 мм/с. Такие ленты из сплава Al+4,5%Mg были опробованы как заготовки для производства дисков магнитной памяти. Эти диски имели исключительно равномерную структуру поверхности монокристаллического характера, без усадочных и газовых пор и раковин, так что были признаны вполне пригодными в качестве основы для жестких дисков ЭВМ.

Были проведены также опыты по получению кремниевых изделий (рис. 5). Эти работы затруднены требованием вакуумно-плотного материала тигля. Опробовались многие марки чистого и силицированного графита; некоторые из них показали вполне приемлемые результаты. В ходе опытных пусков экспериментального стенда было установлено, что скорость вытяжки кремниевых стержней и узких лент тоже может составлять до 10–15 мм/с. Однако при этом получают только монокристаллические образцы, поверхность которых не вполне равномерна (в отличие от Al-изделий) ввиду неконтролируемого вырастания усов с размером до зазора между изделием и стенкой формующего насадка. Проводятся дальнейшие исследования этих образцов с целью установить особенности строения кремниевого кристалла и распределения примесей.

Данная работа была начата в Институте теплофизики СО РАН (г. Новосибирск).

Литература

1. Способ непрерывного получения изделий из расплава. Патент RU 2159691 C1 от 27.11.2000. Бюл. № 33. Автор – В.Н. Назаров.

ИСХОДНЫЕ ОБРАЗЦЫ ИЗ АЛЮМИНИЯ И КРЕМНИЯ

 Алюминиевые проволоки и стержни. Монокристаллы. Материалы: А7, А85	 Пластина, $\delta = 2$ мм, монокристалл. Материал: Al (А7)	 Кремниевый стержень, монокристалл. Материал: <i>p</i>-Si, легированный бором (КСД-1).
---	---	--

I I I I I I I I I I I I I I см

ОБРАЗЦЫ ОБРАБОТАННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ ПЛАСТИН

 Диск для винчестера ЭВМ, монокристаллическая структура. Материал: сплав АМг-4.	 Мишень для распыления, монокристалл. Материал: Al (А85) + 0,5%Cu (М06)
	 Диск для винчестера ПЭВМ, микрозернистая структура. Материал: дюралюмин Д16.

1.3. ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРЕМНИЕВЫХ ЛЕНТ И ПРУТКОВ ВНИЗ ИЗ РАСПЛАВА

Шишкин А.В., Черепанов А.Н. *, Басин А.С.

(*basin@itp.nsc.ru*, (383-2)33-10-96, факс: (383-2)34-34-80)

Институт теплофизики СО РАН (630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 1),

**Институт теоретической и прикладной механики СО РАН*

Цель работы - определение оптимальных технологических режимов выращивания кремниевых изделий обратным методом Степанова, рис. 1. В относительно широком диапазоне технологических размеров кремниевой ленты существенное влияние на устойчивость роста изделия оказывает термокапиллярная конвекция. Поэтому изучение этого влияния и нахождение оптимальных условий выращивания кремниевых лент и прутков различной толщины является актуальным. Путем совместного аналитического решения стационарных уравнений гидродинамики и теплопроводности с учетом эффекта Марангони получены формулы, которые использованы для оптимизации устойчивости процесса выращивания тонких кремниевых лент и прутков. Найденные формулы и численные данные могут быть использованы для проведения инженерных конструктивно-технологических расчетов и достижения оптимальных технологических параметров. Установлено, что увеличение скорости вытягивания и оптимизация условий теплоотдачи от струи и изделия могут способствовать повышению устойчивости формы струи и геометрии изделия.

На рис. 2–6 представлены важнейшие зависимости технологических параметров выращивания ленты толщиной $2\delta = 0,1$ мм от материала формообразователя и других факторов. Приняты следующие обозначения: v_p - скорость вытягивания, см/мин; α - коэффициент теплоотдачи, Вт/м²К; T – температура, К; T_c - температура кристаллизации кремния; ΔT - перегрев расплава; t - средняя температура по сечению; Θ - угол смачивания; h и r_m - высота и полутолщина струи расплава; k - коэффициент превышения размера отверстия формообразователя (ФО) над толщиной ленты.

Увеличение температуры расплава и скорости вытягивания приводят к росту высоты струи, а увеличение теплоотвода уменьшает их влияние. Варьирование величины выходного отверстия ФО позволяет регулировать кривизну мениска и угол роста ψ . При теплоотводе порядка 60 Вт / м²К для кремниевой ленты можно рекомендовать режим 4 на рис. 5. В этом случае еще вполне допустимо увеличение скорости вытягивания по сравнению с просчитанными значениями.

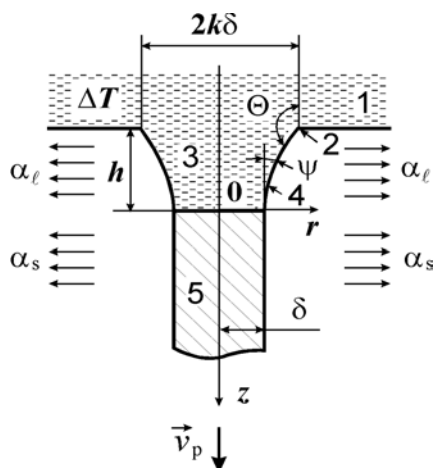


Рис. 1. Схема метода

1 - расплав; 2 - край ФО; 3 - струя расплава;
4 - мениск; 5 - кристаллизующееся изделие.

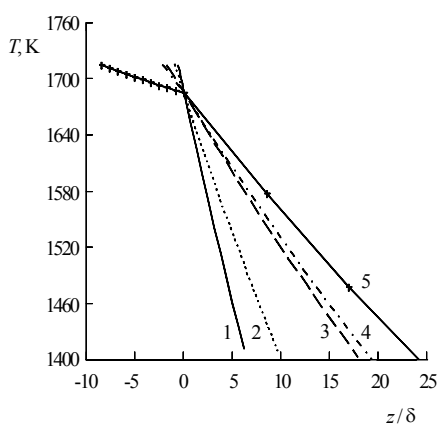


Рис. 3.

5 - $v_p = 9$, $\alpha = 60$; $\Delta T = 30$ K;
остальные обозначения аналогично рис. 2.

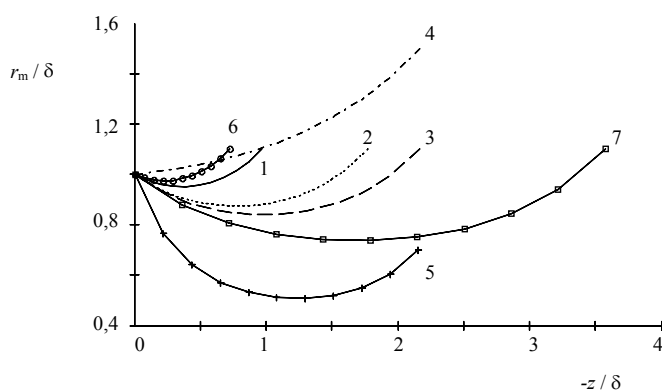


Рис. 5.

SiO_2 на Si_3N_4 ; $\Theta = 150^\circ$; 1 - $v_p = 0,9$, $\alpha = 200$, $k = 1,1$, $\Delta T = 30$; 2 - $v_p = 0,9$, $\alpha = 60$, $k = 1,1$, $\Delta T = 30$; $v_p = 2,7$, $\alpha = 60$; 3 - $k = 1,1$, $\Delta T = 30$; 4 - $k = 1,5$, $\Delta T = 30$; 5 - $k = 0,7$, $\Delta T = 30$; 6 - $k = 1,1$, $\Delta T = 10$; 7 - $k = 1,1$, $\Delta T = 50$.

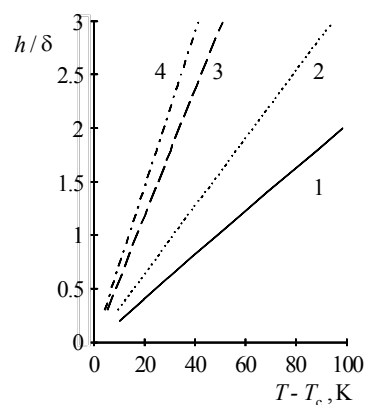


Рис. 2.

1 - $v_p = 0,9$, $\alpha = 480$; 2 - $v_p = 0,9$, $\alpha = 200$;
3 - $v_p = 0,9$, $\alpha = 60$; 4 - $v_p = 2,7$, $\alpha = 60$.

$10^4 \cdot (T/t - 1)$

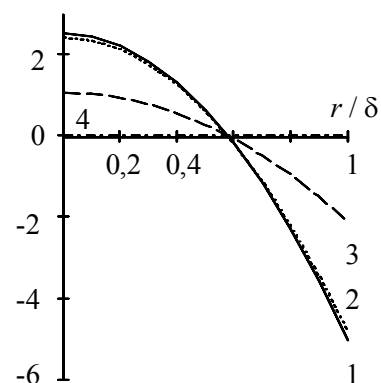


Рис. 4.

1 - $z = 0$; 2 - $z = 10h$;
3 - $z = 100h$; 4 - $z = 1000h$.

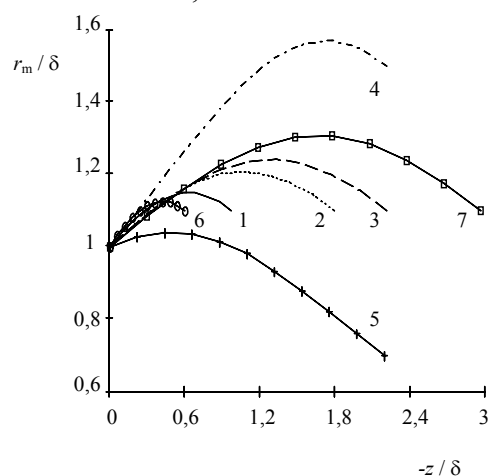


Рис. 6.

SiC ; $\Theta = 15^\circ$; $v_p = 0,9$, $\alpha = 60$, $k = 1,1$;
6 - $\Delta T = 10$; 7 - $\Delta T = 50$; остальные
обозначения аналогично рис. 5.

1.4. ОСОБЕННОСТИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ И РЕАЛЬНАЯ СТРУКТУРА ОБЪЕМНО-ПРОФИЛИРОВАННЫХ ОКСИДНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Л.И. Ивлева, В.В. Воронов, И.С. Воронина, Н.М. Полозков, П.А. Лыков, В.В. Осико

Научный центр лазерных материалов и технологий ИОФ РАН, Москва, ул. Вавилова, 38, 119991, e-mail: ivleva@ran.gpi.ru; тел. (095) 132-82-88; факс (095) 135-02-70

Рассматривается рост сложных оксидных монокристаллов: ниобата лития (LN), вольфрамата бария (BWO), твердых растворов ниобата бария-стронция (SBN) способом Степанова из расплава. Исследованы особенности кристаллизации и реальная структура объемно-профилированных кристаллов, обусловленные как физико-химической природой материалов, так и условиями выращивания. Изучено влияние конструкции формообразующего устройства, состава расплава, температурных условий роста и отжига, скоростей вытягивания и вращения на оптическое качество профилированных монокристаллов.

Реальная структура кристаллов исследована оптическими методами и методами рентгеновской топографии (рис.1-3). Установлены основные факторы, определяющие структурные неоднородности материалов, и предложены способы оптимизации процессов кристаллизации. Формирование плоской границы раздела кристалл-расплав, оптимизация состава расплава и объемной скорости кристаллизации являются необходимыми условиями повышения оптической однородности объемно-профилированных кристаллов, выращиваемых из расплавов с использованием формообразователей капиллярного типа.

Однородность химического состава выращенных монокристаллов определялась методами рентгеноспектрального микроанализа и спектрофотометрии. Рост проводился из расплавов стехиометрического и конгруэнтного составов, как номинально чистых, так и легированных различными примесями.

Изучена дислокационная структура кристаллов. Топограммы плотности дислокаций получены методом избирательного химического травления.



(a)

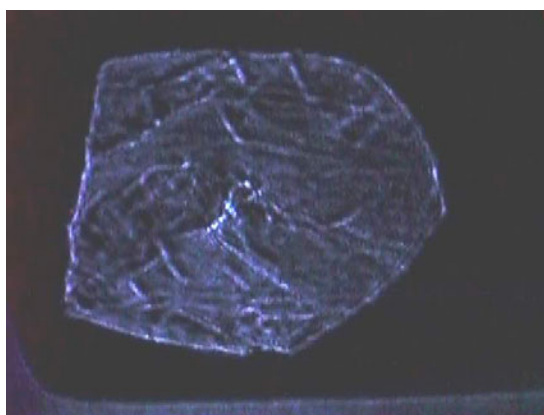


(б)

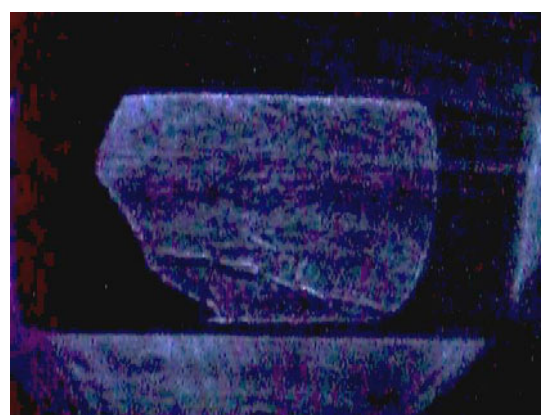
Рис. 1. Рентгеновские топограммы продольного (а) и поперечного (б) срезов профилированного кристалла LN.



Рис. 2. Рентгеновская топограмма С-среза профилированного монокристалла SBN.



(a)



(б)

Рис.3. Реальная структура профилированных кристаллов BaWO_4 , выращенных из расплавов а) $\text{BaWO}_4 + 1 \text{ вес. \% } \text{WO}_3$; б) $\text{BaWO}_4 + 1,5 \text{ вес. \% } \text{WO}_3 + 1 \text{ вес. \% } \text{NdNbO}_4$.

1.5. НЕКОТОРЫЕ ОСОБЕННОСТИ КАПИЛЛЯРНОГО ФОРМООБРАЗОВАНИЯ ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА АЛЮМИНИЕВЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ.

Корчунов Б.Н., Осипов В.Н., Пеллер В.В., Хохлов Г.Г.

Физико-Технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: G.Xoxlov@mail.ioffe.ru, тел.(812)247-99-98, факс: (812)247-53-33.

Профилированные поликристаллические изделия, получаемые способом Степанова, имеют однородную структуру и высокое качество поверхности. Однако, стабильность формы и точность воспроизведения размеров поперечного сечения выращиваемого изделия не всегда удовлетворительны.

В работе проведено сравнение поперечных сечений закристаллизованных изделий с соответствующими формой и размерами профилирующих отверстий. Показано, что наиболее стабильны размеры вогнутых элементов. Стабильность размеров выпуклых элементов значительно хуже. (Рис.1а). Максимальные отклонения наблюдаются в местах сопряжения выпуклых и вогнутых поверхностей со значительно различающимися радиусами кривизны. (Рис.1б). Во всех случаях нестабильность размеров поперечного сечения связана с локальным изменением высоты фронта кристаллизации.

Для объяснения опытных фактов предложена модель капиллярного формообразования учитывающая:

1) действие сил поверхностного натяжения, которые стремятся уменьшить свободную поверхность столба расплава. На вогнутых поверхностях это приводит к улучшению зацепления расплава за верхнюю кромку несмачиваемого формообразователя. На выпуклых поверхностях, наоборот, условия зацепления ухудшаются;

2) влияние динамического давления воздуха, используемого для принудительного охлаждения кристаллизуемого изделия. Поток воздуха искажает форму мениска расплава и может привести к срыву зацепления расплава за верхнюю кромку формообразователя;

3) зависимость от условий зацепления расплава способности формообразователя отбирать теплоту перегрева, что в свою очередь влияет на высоту фронта кристаллизации и в конечном счёте приводит к отклонению размеров поперечного сечения выращиваемого изделия от заданных. (Рис.2).

Результаты работы дают возможность конструировать технологическую оснастку, позволяющую улучшить устойчивость зацепления столба расплава за верхнюю кромку формообразователя, и обеспечить постоянство высоты фронта кристаллизации по периметру выращиваемого изделия.

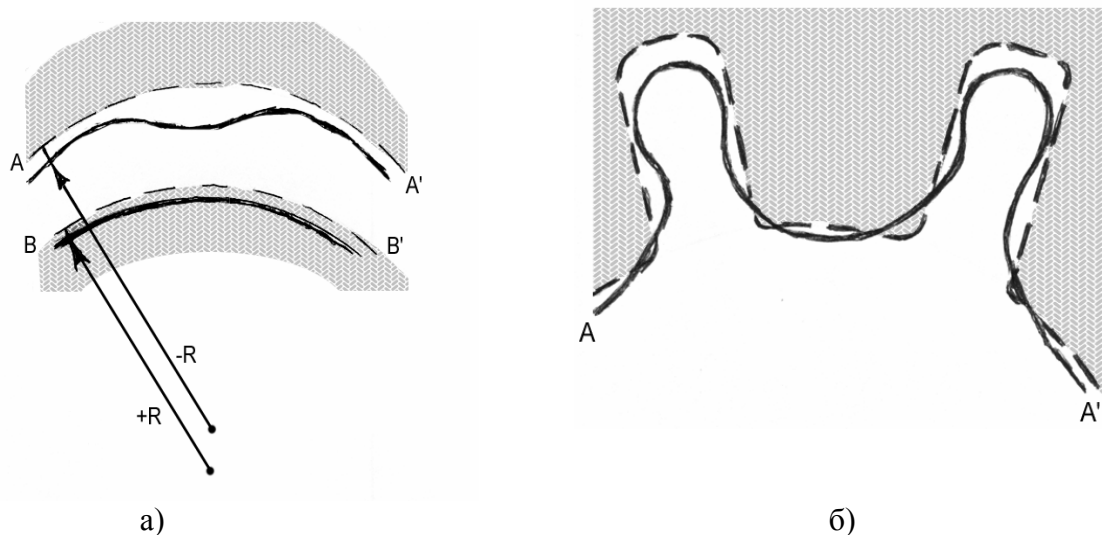


Рис.1. Сравнение поперечного сечения закристаллизованного образца (сплошные линии) с профилирующим отверстием формообразователя (пунктирные линии).

а)-фрагмент профиля состоит из выпуклой поверхности с отрицательным радиусом кривизны и вогнутой поверхности, радиус кривизны которой положителен.

б)-профиль образован поверхностью с переменным по знаку и величине радиусом кривизны.

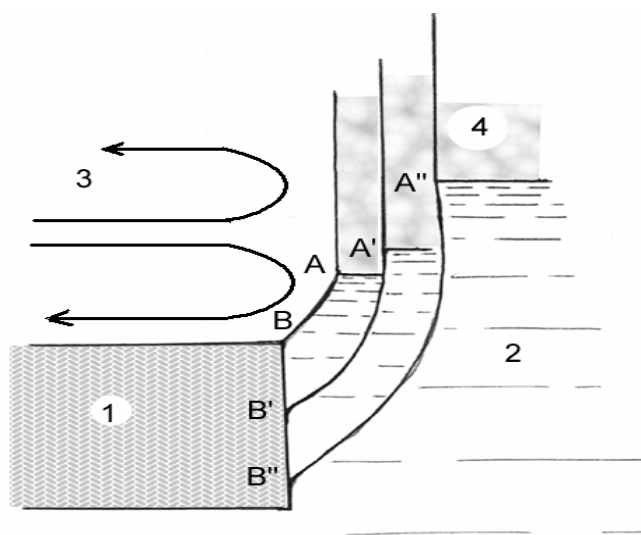


Рис.2. Схема капиллярного формообразования из несмачиваемого расплавом формообразователя с использованием принудительного охлаждения. 1-пластина формообразователя, 2-расплав, 3-струи охлаждающего воздуха, 4-выращиваемый образец. Смещение зацепления расплава с верхней кромки формообразователя в глубину профилирующего отверстия ($B \rightarrow B' \rightarrow B''$) приводит к увеличению высоты фронта кристаллизации ($A \rightarrow A' \rightarrow A''$).

В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТАХ САПФИРА.

П.И. Антонов¹, С.И. Бахолдин¹, Л.Л. Куандыков¹, Лингарт Ю.К.²

¹Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
e-mail: p.antonov@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

²"Progressive Technologies", Прага, Чешская Республика.

В серии независимых экспериментов по измерению распределения температуры в выращиваемой ленте монокристаллического сапфира выращиваемых по способу **Степанова** (рис.1) и **ГНК** (рис.2) были обнаружены сильные скачки показания термопары (пирометра в ГНК), в несколько раз превышающие уровень шумов.

1. Способ Степанова.

В монокристаллических лентах сапфира 50x6x200 мм измерение температуры методом **вращаемых термопар**. Процесс роста проходил в атмосфере аргона с резистивным графитовым нагревателем и скоростью вытягивания ленты 1 мм/мин. Показания термопары регистрировались компьютерной системой раз в секунду.

На рис.1 представлен участок кривой показаний термопары, вращенной в монокристаллическую ленту сапфира (затравление происходило на такую же ленту) от момента затравления до момента, когда длина кристалла L достигла 60 мм. В этом и остальных 4 опытах наблюдались:

1. Скачки температуры на первых 30-40 мм кристалла (в области высоких температур $T = 2050 - 1850$ °C). Обычно 3-4 крупных скачка 30-50 °C на протяжении 2-3 минут.
2. Около 10 мелких скачков 10-20 °C за 1 минуту. При временной остановке роста на 40 мм характер и амплитуда мелких скачков не менялась.
3. Собственный шум W/Re термопары и измерительной системы ± 0.3 °C, шум термопары в нагретой камере с аргоном ± 0.5 °C, там же, но вращенной в кристалл $\pm 2-3$ °C.

2. ГНК.

Пластины сапфира выращивались методом ГНК размером 250-270x150x20-25 мм в вольфрамовом тепловом узле. В окно CaF_2 100x20 мм, осуществлялось визирование специального **ИК-пирометра**, работающего в области непрозрачности сапфира. Измерения проводились непосредственно в технологическом процессе, как с помощью ИК-пирометра, так и **градиентным датчиком**, который позволял точно знать длину кристалла. Разрешающая способность градиентного датчика - сотые доли градуса. Кроме того, при каждом измерении осуществлялась самоградуировка датчика по температуре фазового перехода сапфира. По сравнению с термопарой – сканирование пирометром (или градиентным датчиком) проходило практически мгновенно. Из рис. 2 видно, что температурные колебания возникают примерно в одной и той же области кристалла независимо от его длины, причем амплитуда колебаний достигала 45 - 50 °. Мелких скачков не наблюдалось.

Природа скачков заключается в колебаниях радиационного потока идущего по кристаллу от фронта кристаллизации.

В настоящий момент существует три предположения:

- К фронту кристаллизации подходит расплав разной прозрачности. По оценкам изменение коэффициента поглощения расплава от 25 до 35 см^{-1} дает изменение температуры спая термопары в 27°.
- Явление инверсии теплового поля [1] является причиной нестационарного распространения излучения идущего из расплава сквозь диффузно рассеивающий слой вблизи фронта кристаллизации в кристалл. Такой диффузной границей может являться как слой микропузырей (наблюдаемый в ГНК), так и сам фронт кристаллизации.
- Мелкие скачки, возможно, вызваны непрерывной конвекцией расплава в тигле.

[1] J. Linhart, Inversion of the Temperature Field in Optical Crystals, Cryst. Res. Technol., 37, 2002, No 8, pp. 849-867

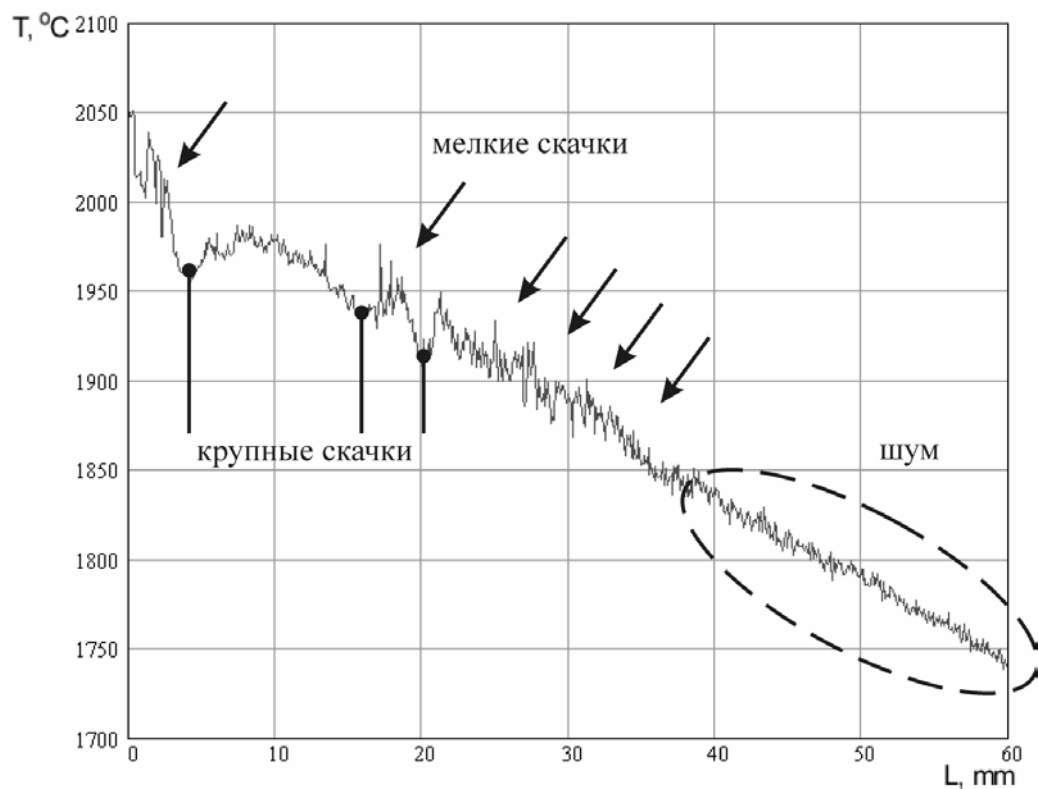


Рис. 1. Способ Степанова. Показания термопары вращенной в ленту сапфира 50х6х200 мм.

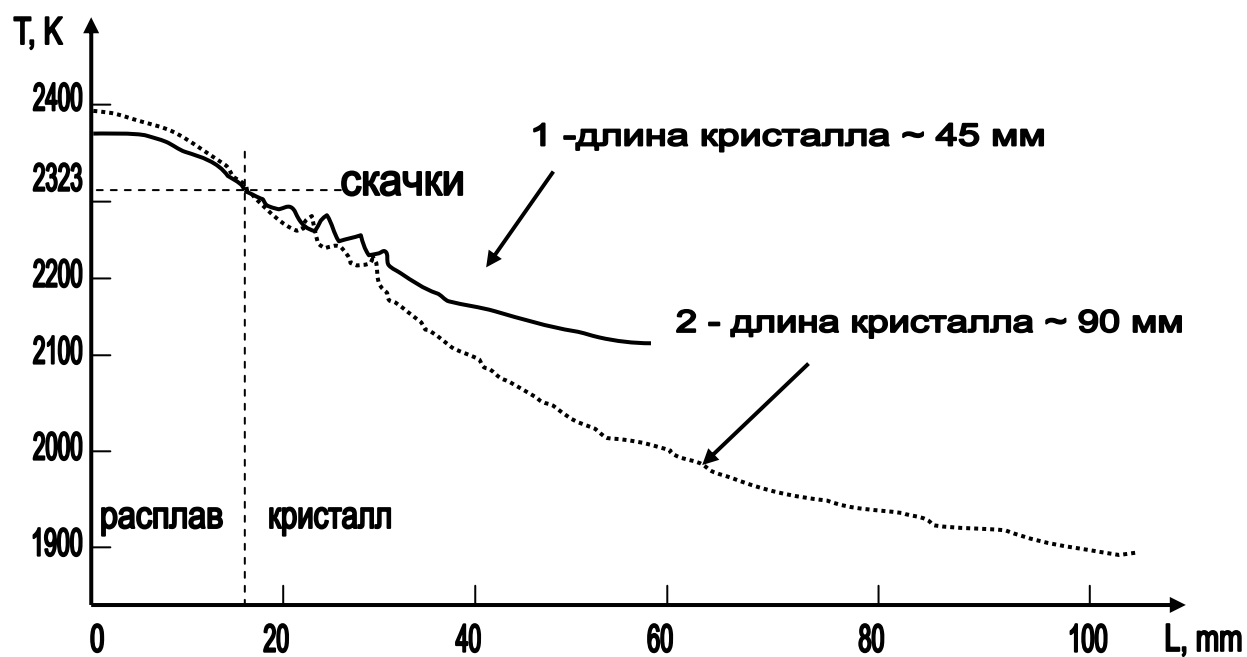


Рис. 2. ГНК. Тепловое поле просканированное ИК-пирометром в пластине сапфира 250-270х150х20-25 мм

Л.А.Литвинов, С.А.Ткаченко

НТК “Институт монокристаллов” НАН Украины, Харьков

E – mail: lytvynov@isc.kharkov.com; тел. (0572) 30-83-36

Единственный способ получения капиллярных каналов в сапфире – выращивание профилей методом Степанова (EFG) с формированием каналов в процессе роста.

Обычно размер и форма капиллярного канала задается углублением (отверстием) в поверхности формообразователя (рис.1а). С уменьшением диаметра канала возрастает лапласово давление Δp , которое приводит к заполнению капиллярного канала и отверстия формообразователя расплавом. Величина Δp зависит от сил поверхностного натяжения расплава и условий смачивания кристалла и формообразователя расплавом: $\Delta p = (\rho_1 - \rho_2)gh_0 = -2\sigma_{12}/r$, где ρ_1 – плотность жидкости, ρ_2 – плотность газа, σ_{12} – межфазное поверхностное натяжение, g – ускорение свободного падения, h_0 – высота столба жидкости, r – радиус средней кривизны поверхности мениска $1/r = 1/R_1 + 1/R_2$, R_1 и R_2 – радиусы кривизны мениска в двух взаимно перпендикулярных плоскостях сечения.

С уменьшением диаметра канала неустойчивость фронта кристаллизации приводит к заполнению капилляра и формообразующего отверстия расплавом. При этом формообразующее устройство выходит из строя.

В работе в качестве одного из вариантов предложено формировать капиллярный канал стержнем, выступающим над поверхностью формообразователя [1] (рис.1а). Стержень изготавливали из вольфрама, так как краевой угол смачивания вольфрама расплавом оксидом алюминия составляет 15° , что вдвое больше, чем у молибдена. Благодаря этому удалось получить капилляры диаметром до 0,5 мм и длиной 50-80 мм.

Для стабилизации формирования капилляра и снижения вероятности его заполнения расплавом были усовершенствованы классические формообразующие устройства с каналобразующим углублением (рис.1б). Каналообразующее углубление было соединено с атмосферой камеры (рис.1в). Благодаря этому в случае замыкания капиллярного канала и каналообразующего отверстия расплавом появилась возможность их повторного открытия в процессе роста за счет создания разрежения над каналообразующим отверстием с последующим заполнением его газом из атмосферы камеры через соединительное отверстие. Описанное решение стабилизирует формирование капиллярного канала и позволяет многократно использовать формообразующее устройство. Таким способом получены капилляры длиной до 500 мм и диаметром 0,6 мм.

Изменение поверхности формообразователя с плоской на вогнутую [2] (рис.1г) повлекло изменение формы фронта кристаллизации. По сравнению с плоской такая форма имеет ряд преимуществ, главное из которых – возможность извлечения расплава из каналообразующего отверстия и создания условий, не допускающих поступления расплава в капиллярный канал. Предложенные решения обеспечивают получение капилляров с диаметром канала 0,4 мм и длиной до 500 мм. Разработанная конструкция формообразователя дает возможность многократного открытия канала, а следовательно и многократного использования формообразующего устройства. Управляемое открытие и закрытие канала может применяться для получения сапфировых герметично закрытых ампул наполненных газом из ростовой камеры.

1. Пат. №36892А Украина, С30В15/34, Устройство для выращивания профилированных кристаллов / Литвинов Л.А., Ткаченко С.А. Заяв. №2000020991, Публ.16.04.01, Бюл. №3.

2. Пат. №47846А Украина, С30В15/34, Устройство для выращивания профилированных монокристаллов / Литвинов Л.А., Коваль Ю.Н., Ткаченко С.А. Заяв. №2001106818, Публ. 15.07.02, Бюл. №7.

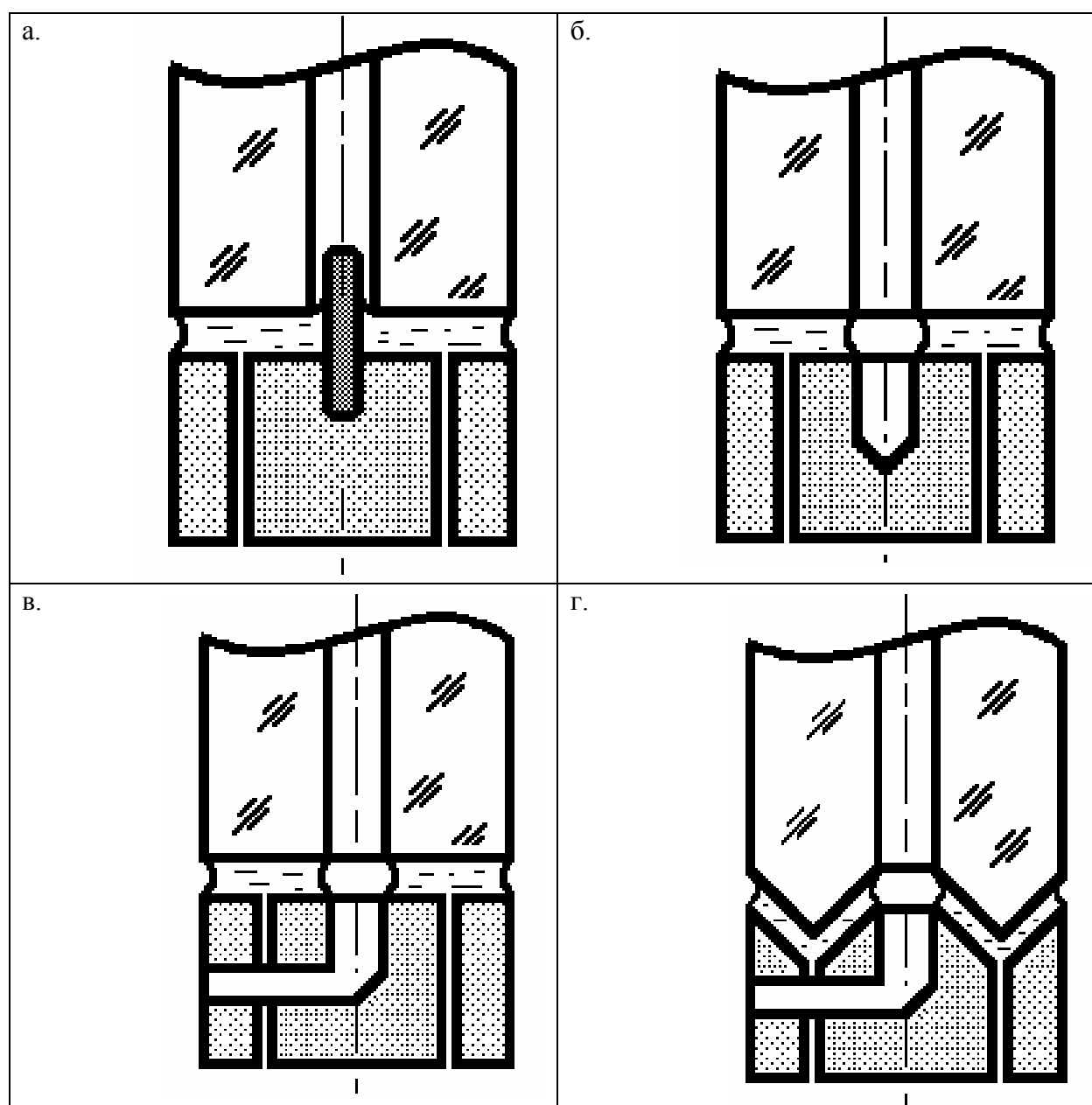


Рис.1. Схема формирования капиллярного канала:

а. выступающим стержнем;

б. углублением в поверхности формообразователя;

в. углублением сообщенным с атмосферой камеры.

г. Предлагаемая оптимальная схема формирования капиллярного канала.

1.8. ВЫРАЩИВАНИЕ ТРУБ С МАЛЫМ ВНУТРЕННИМ ДИАМЕТРОМ ИЗ РАСПЛАВА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

Жданов А. В., Юдин М.В.

142432, Черноголовка, Московская область,

Институт физики твердого тела РАН

Сапфировые трубы с малым диаметром отверстия (от 1 мм и менее), получаемые из расплава методом Степанова, представляют промышленный интерес с точки зрения их использования в качестве форсунок для агрессивных сред, износостойких фильер, капилляров. Их получение обычным способом Степанова вызывает ряд трудностей, связанных с поддержанием постоянного значения внутреннего отверстия. В процессе роста незначительные изменения оператором мощности нагрева часто бывают таковыми, что приводят к схлопыванию внутренней полости трубы. Поэтому был предложен другой тип формообразователя, в котором создание внутреннего диаметра идет за счет наличия тонкого цилиндрического стержня в его центре, верхний торец которого расположен выше, чем внешний край формообразователя (см. рис.1-а).

Такой тип формообразователя требует проведения исследований, связанных с вероятностным изменением мощности генератора, приводящего к изменению температур внешней среды, что в свою очередь может привести к такому изменению толщины выращиваемой трубы, что возможен либо захват кристаллом формообразующего стержня (примораживание), либо обрыв мениска вследствие потери его устойчивости.

На основе математической модели были проведены исследования процесса роста кристалла при воздействии прямоугольного температурного импульса в зависимости от его амплитуды и продолжительности действия. Для указанной конструкции формообразующего устройства был определен технологически допустимый интервал и продолжительность изменения значений температуры внешней среды, при котором вызванные вариации во времени высоты мениска и толщины трубы не приводят ни к схлопыванию центрального канала, ни к эффекту вмораживания в кристалл формообразующего стержня. Для этого проведены исследования поведения внешнего и внутреннего радиусов растущей трубы (см. рис.2). Так же была исследована устойчивость жидкого мениска, образуемого формообразователем применяемой конструкции.

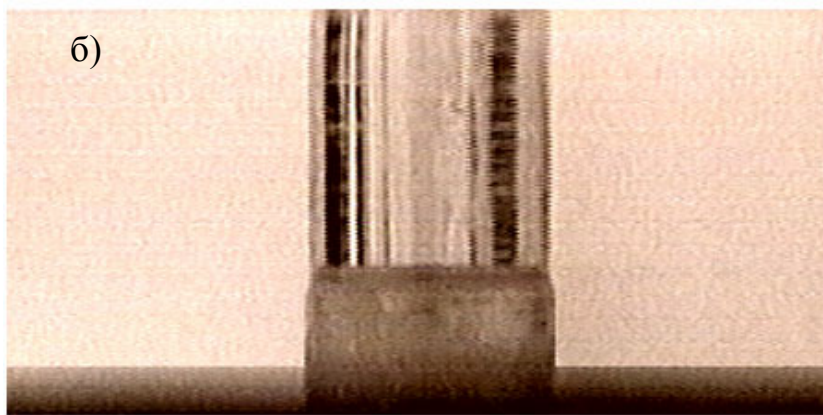
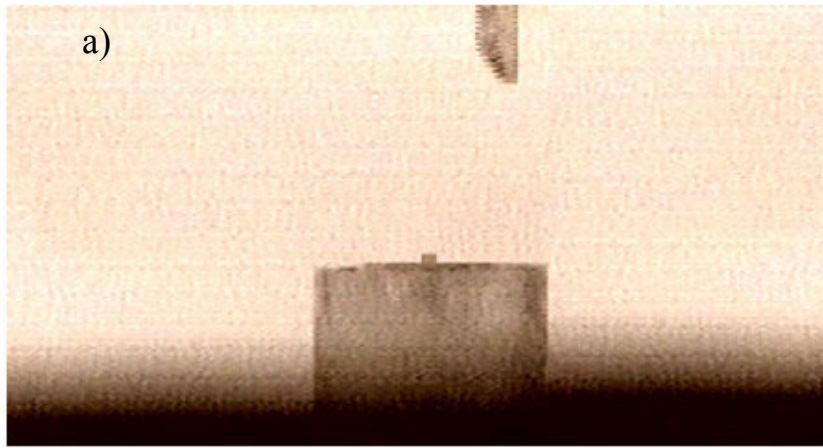


рис. 1 а) – формообразователь и процесс затравливания; б) – процесс роста кристаллической трубы малого внутреннего диаметра.

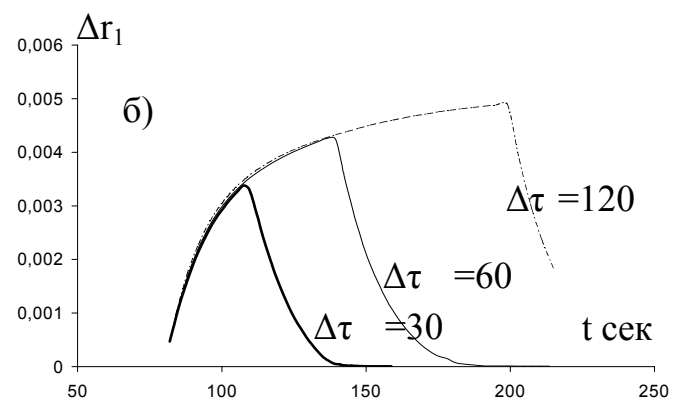
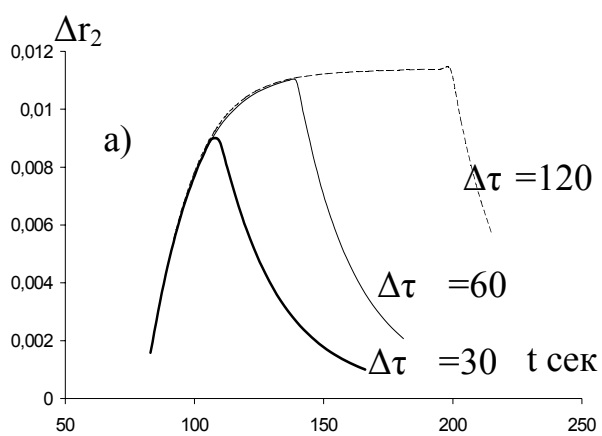


Рис. 2 Изменения внешнего Δr_2 - а) и внутреннего Δr_1 - б) радиусов в зависимости от времени температурного импульса $\Delta \tau$ с амплитудами $A = -5^\circ \text{C}$, $B = -8^\circ \text{C}$ и $\Delta \tau = 30, 60, 120$ сек.

1.9.ОРИЕНТАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ТЕРМОУПРУГИХ НАПРЯЖЕНИЙ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТАХ САПФИРА.

Л.Л.Куандыков, С.И.Бахолдин, В.М.Галактионов, И.Л.Шульпина, П.И. Антонов

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

e-mail: lev@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

Известно, что относительно тонкие и широкие монокристаллические ленты сапфира с боковой поверхностью параллельной плоскости базиса (базисноограниченные) обладают развитой блочной структуры [1]. Ранее ориентационная зависимость термоупругих напряжений в лентах лейкосапфира рассматривалась в 2-х мерном приближении для модельного температурного поля [2], но причин повышенной блочности лент этой ориентации установлено не было.

В настоящей работе на основе экспериментально измеренного распределения температуры в ленте сапфира 38x1.5 мм (рис.1а,б) и расчета термоупругих напряжений в 3х мерной модели ленты установлено, что такой причиной является сильная ориентационная зависимость термоупругих напряжений, действующих в базисной системе скольжения (рис.2). Компоненты тензора напряжений, вычисленные в изотропном приближении в пакете программ CosmosM 2.6, основанном на методе конечных элементов, пересчитывались в касательные среднеквадратичные напряжения, действующие в базисной τ_{BS} и призматической τ_{PS} системах скольжения по алгоритму, описанному в [3].

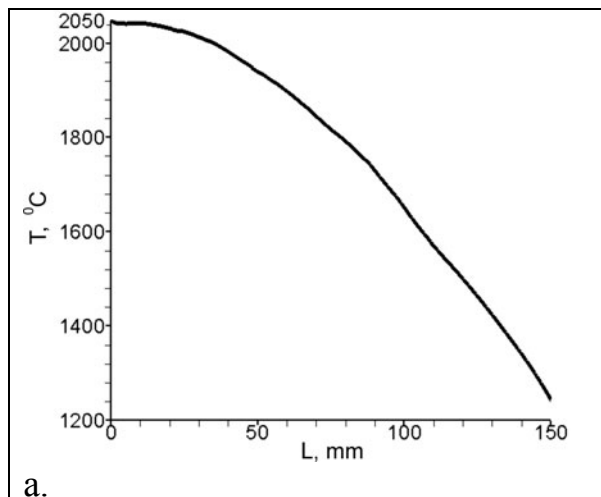
На рис.2 представлена зависимость касательных напряжений от угла отклонения боковой поверхности ленты от плоскости базиса при повороте вокруг оси вытягивания (α). Видно, что в лентах с углами отклонения $3^\circ - 90^\circ$ τ_{BS} значительно превосходят критические значения $\tau_{CR BS}$, поэтому интенсивно работает базисная система и фактические значения напряжений не могут сильно превышать $\tau_{CR BS}$. Этого уровня недостаточно для активации призматической системы и генерации призматических дислокаций. Только в лентах с углами отклонения $0^\circ - 3^\circ$ базисная система перестает действовать и становится возможной работа призматической системы, в которой $\tau_{PS} \sim \tau_{CR PS}$. Таким образом, в ленте появляются призматические дислокации, способные образовывать границы блоков, наблюдаемых в эксперименте.

В относительно толстых лентах базисная система скольжения работает во всех ориентациях. Это объясняет отсутствие в них блочной структуры характерной для тонких базисноограниченных лент.

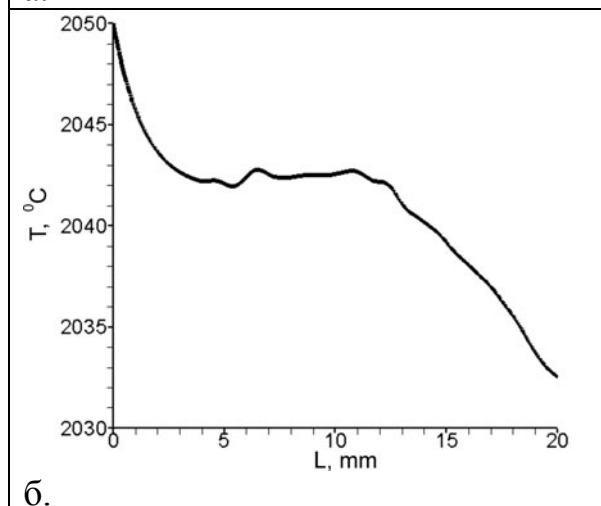
[1] П.И.Антонов, С.И.Бахолдин, В.М.Крымов и др. Поверхность, 10 (2001) 21.

[2] С.И.Бахолдин, Е.В.Галактионов и др., Известия АН, Сер.Физ., 58(9) (1994) 32.

[3] С.И.Бахолдин, Е.В.Галактионов и др., Известия АН, Сер.Физ., 63(9) (1999) 1816.



а.



б.

Рис.1. Тепловое поле в монокристаллической ленте сапфира сечением 38x1.5 мм полученное путем вращения W/Re термопары. Вращение узла термопары проводилось под затравку длиной 20 мм сечения 38x1.5 мм. L - расстояние от узла термопары до фронта кристаллизации (длина выращенного кристалла).

а - распределение температуры по всему кристаллу ($L < 150$ мм);
б - распределение температуры вблизи фронта кристаллизации ($L < 20$ мм).

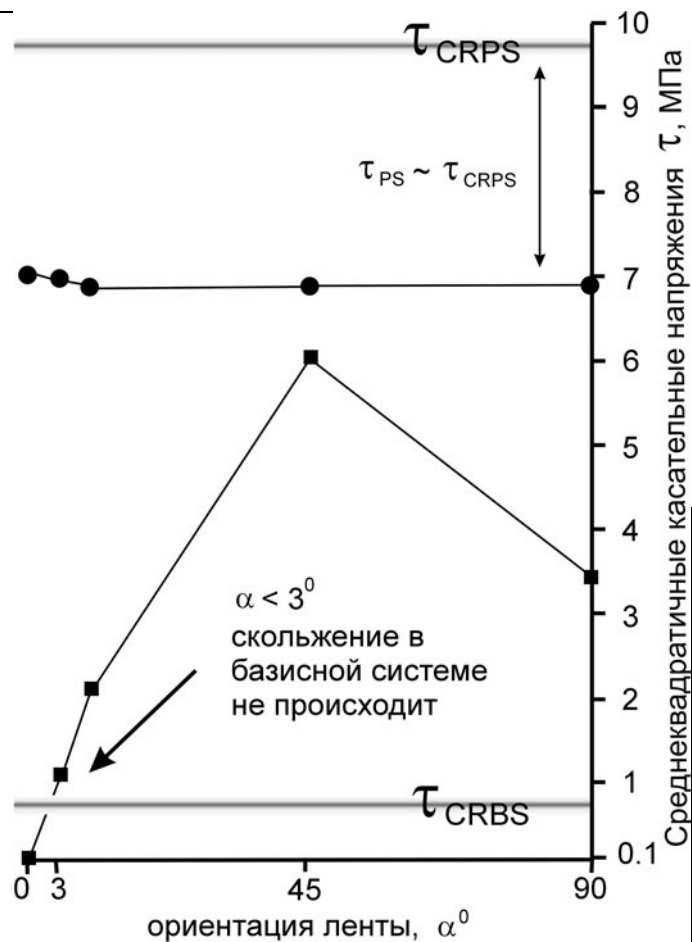


Рис.2. Расчетные максимумы напряжений τ действующих в базисной τ_{BS} и призматической τ_{PS} системах скольжения вблизи фронта кристаллизации ($L < 20$ мм) для лент ориентаций $\alpha = 0^\circ, 5^\circ, 10^\circ, 45^\circ$ и 90° . τ_{CRBS} , τ_{CRPS} - критические сдвиговые напряжения в базисной и призматической системах*.

Призматические дислокации, способные образовывать границы блоков появляются только в лентах с $\alpha = 0^\circ - 3^\circ$.

* К.Р.Д. Lagerlof et al., J. Amer.Ceram.Soc., 77(2) (1994) 385.

ДИНАМИКА МЕНИСКА ПРИ ОТРЫВЕ ПРОФИЛИРОВАННОГО КРИСТАЛЛА.

Л.Л. Куандыков, С.И. Бахолдин, П.И. Антонов.

*Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
e-mail: lev@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24*

Проведено детальное изучение процесса отрыва профилированного кристалла от столба расплава на примере монокристаллической трубы сапфира с внешним диаметром $D_{out} = 8,2$ мм, внутренним $D_{in} = 1,5$ мм и Мо формообразователя с плоским торцом. Процесс отрыва начался при подъеме высоты фронта кристаллизации от некоторого начального значения $h < 0.1$ мм до $h = 0.43 \pm 0.01$ мм вследствие увеличения мощности нагревателя (рис.1). Скорость вытягивания 1 мм/мин, время от начала сужения кристалла до полного отрыва кристалла 26 мин. Выращенный кристалл был разрезан на 4 части, для каждой измерены D_{out} и D_{in} и вычислены профильные кривые менисков из ур. Лапласа.

Из экспериментальных и расчетных данных установлено, что D_{out} при отрыве начинает уменьшаться с ускорением. Наличие ускорения вызвано существованием зависимости между углом роста ϕ и D_{out} при отрыве расплава от кромок формообразователя (рис.2). Значительных изменений в D_{in} не происходило. Эффект ускорения наиболее заметен при малых диаметрах ($D_{out} < 4$ мм).

По измеренным D_{out} , углу смачивания молибдена сапфиром для конкретного сырья ($\theta = 31 \pm 2^\circ$) и вычисленной зависимости ϕ (D_{out}) установлено новое [1-3] значение равновесного угла роста для сапфирового стержня $\phi_0 = 19 \pm 3^\circ$.

Предложено использовать термин “эффективно капиллярное давление” (P_{eff}) для более ясного понимания динамических капиллярных процессов. В ур. Лапласа обозначение P_{eff} вводится следующим образом (пример для внешнего мениска):

$$\sigma(1/r_1 + 1/r_2) = P_{ext} \quad \Rightarrow \quad \{P_{eff\ out} = \sigma/r_2\} \quad \Rightarrow \quad 1/r_1 = P_{ext} - P_{eff\ out},$$

здесь r_1 и r_2 радиусы кривизны мениска в сечениях перпендикулярном и параллельном торцу формообразователя, σ - поверхностное натяжение, P_{ext} - внешнее давление. На внешний и внутренний мениск эффективное давление действует с разным знаком (рис.3). Для внешнего мениска $P_{eff\ out}$ растет в процессе отрыва, что вызывает прогиб мениска, уменьшение угла роста и ускорение отрыва (рис.2).

Авторы выражают глубокую благодарность В.М.Крымову за помощь и предоставленные материалы.

[1] $\phi_0 = 12 \pm 1^\circ$ Satunkin G.A., Tatarchenko V.A. and Shaitanov V.I. // J. Of Crystal Growth. 1980. V. 50. P. 133-139.

[2] $\phi_0 = 17 \pm 4^\circ$ Dreeben A.B., Kim K.V., Schujko A. // J. Of Crystal Growth. 1980 T.50. C. 126.

[3] $\phi_0 = 25 \pm 5^\circ$ Tatarchenko V.A., Satunkin G.A. // J. Of Crystal Growth. 1977 T. 37. C. 285.

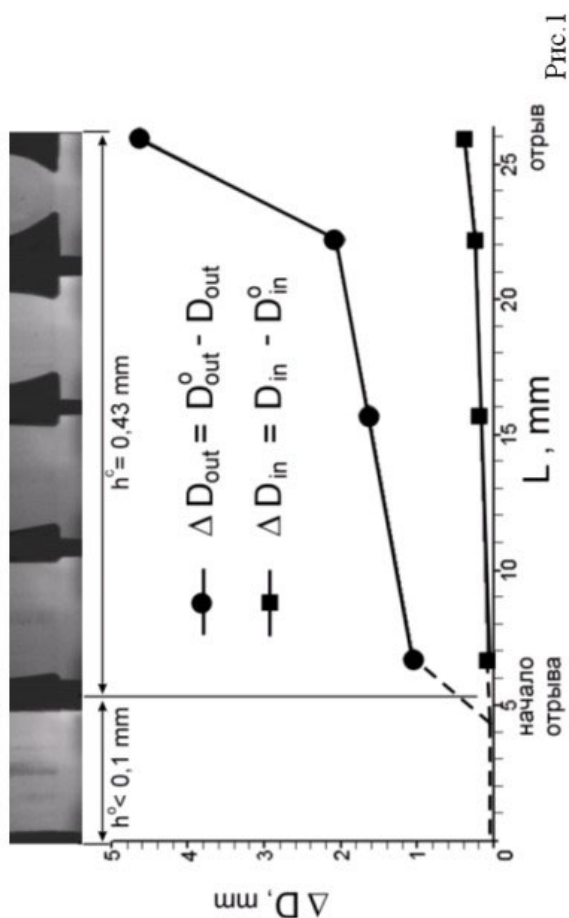


Рис. 1. Отклонения внешнего ΔD_{out} и внутреннего ΔD_{in} диаметров монокристаллической трубы сапфира длиной L от начальных стационарных значений ($D_{out}^0 = 8,2$ мм, $D_{in}^0 = 1,52$ мм) в процессе отрыва с высотой фронта $h^C = 0,43$ мм.

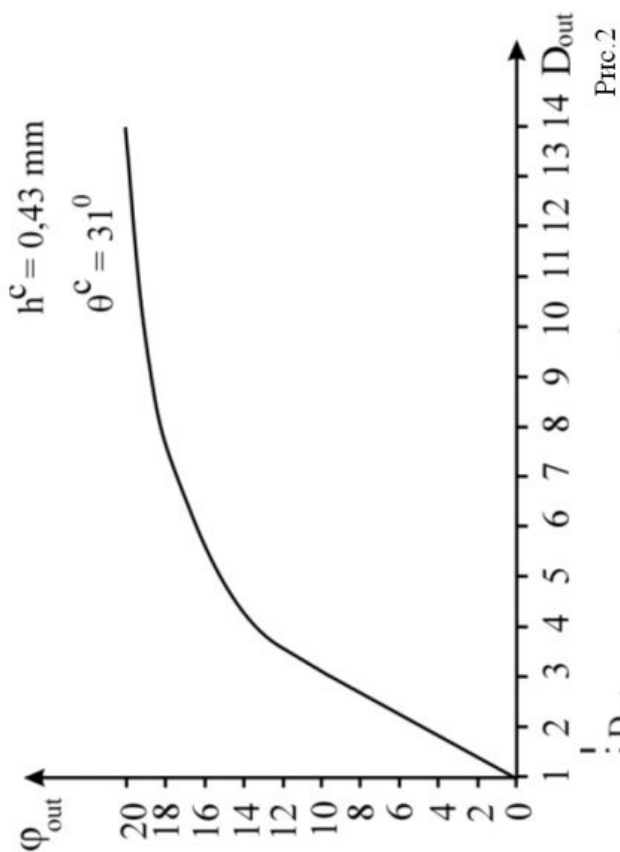


Рис. 2

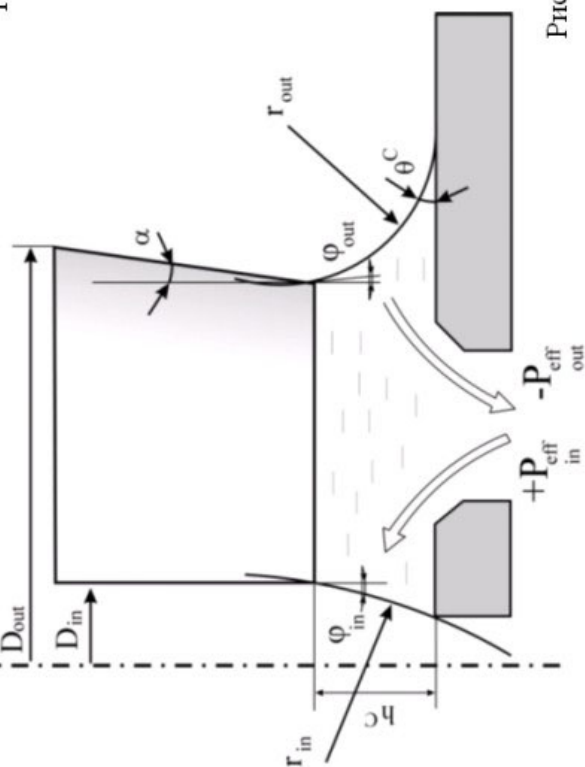


Рис. 3.

Рис. 2. Численно вычисленная из ур. Лапласа зависимость угла роста ϕ_{out} от внешнего диаметра трубы D_{out} после отрыва мениска от кромок формообразователя (т.е. при постоянном угле смачивания θ^C)

Рис. 3. Схема действия эффективного капиллярного давления P_{eff} на внешний и внутренний мениски трубы. Положительное давление $+P_{eff_{in}}$ “держит” мениск у кромок формообразователя, а отрицательное $-P_{eff_{out}}$ стремится его оторвать, поэтому отрыв трубы при постоянном h^C начинается именно с внешних кромок формообразователя.

1.11. ОСОБЕННОСТИ ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРИСТАЛЛОВ САПФИРА, ВЫРАЩЕННЫХ В ВОССТАНОВИТЕЛЬНЫХ ГАЗОВЫХ СРЕДАХ.

А.Я.Данько, Н.С.Сидельникова, С.В.Нижанковский, В.М.Пузиков.

НТК «Институт монокристаллов» НАН Украины,

НИО " Оптические и конструкционные кристаллы ",

Украина, 61001, Харьков, пр. Ленина, 60.

E-mail: danko@isc.kharkov.com; тел.(0572)30-79-78; факс: (0572)32-00-19.

Разработка технологии выращивания крупногабаритных (до 230×230×35 мм) кристаллов сапфира методом ГНК в защитной (содержащей восстановительные компоненты CO, H₂) газовой среде позволила значительно повысить рентабельность метода и сделать его конкурентным на мировом рынке больших сапфировых элементов массового применения. Оптические характеристики таких кристаллов имеют ряд особенностей, связанных с наличием в среде выращивания восстановительной компоненты. Кристаллы, выращенные при давлении среды не превышающем критических значений, имеют высокое оптическое качество и структурное совершенство. Неоднородность оптических характеристик по длине и толщине таких кристаллов, связанная с неоднородным распределением анионных вакансий и примесей, может быть значительно снижена в результате использования специальных приемов подготовки сырья и высокотемпературного отжига кристаллов (рис.1).

Повышение давления защитной среды выше критических значений приводит к возникновению в кристаллах специфических дефектов размером от 1 до 3...5 мкм, имеющих неправильную форму, либо огранку близкую к кубической (рис.2). Эти дефекты заметно не влияют на оптическую прозрачность кристаллов, если их концентрация $<10^5 \text{ см}^{-3}$. При более высоких концентрациях микрочастиц ($\geq 10^5 \text{ см}^{-3}$) их влияние на величину оптической прозрачности становится заметным, а при концентрациях микрочастиц $>10^6 \text{ см}^{-3}$ сапфир становится непригодным для применения в оптике (рис.3). Предположительно, эти дефекты представляют собой твердые включения – микрочастицы фазы, обедненной кислородом (наиболее вероятно AlAl_2O_4), механизм образования которых связан с нарушением стехиометрии расплава Al_2O_3 в восстановительной среде выращивания кристаллов. Возможность устранения этих дефектов в результате высокотемпературного отжига не установлена. На основании экспериментальных данных обсуждаются механизм их образования и условия, необходимые для выращивания в защитных средах повышенного (>1 торр) давления кристаллов сапфира, не содержащих таких включений.

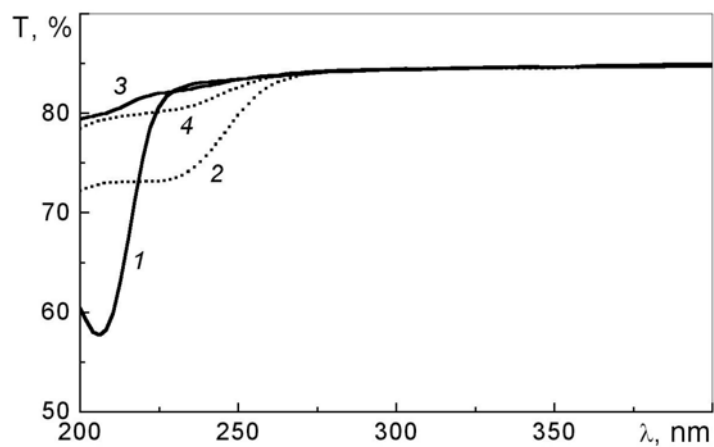


Рис.1. Спектры $T(\lambda)$ крупногабаритного (длина >200 мм) кристалла сапфира: 1, 2 – исходные, 3, 4 – после высокотемпературного отжига (в начале и конце кристалла соответственно). Толщина 1 мм.

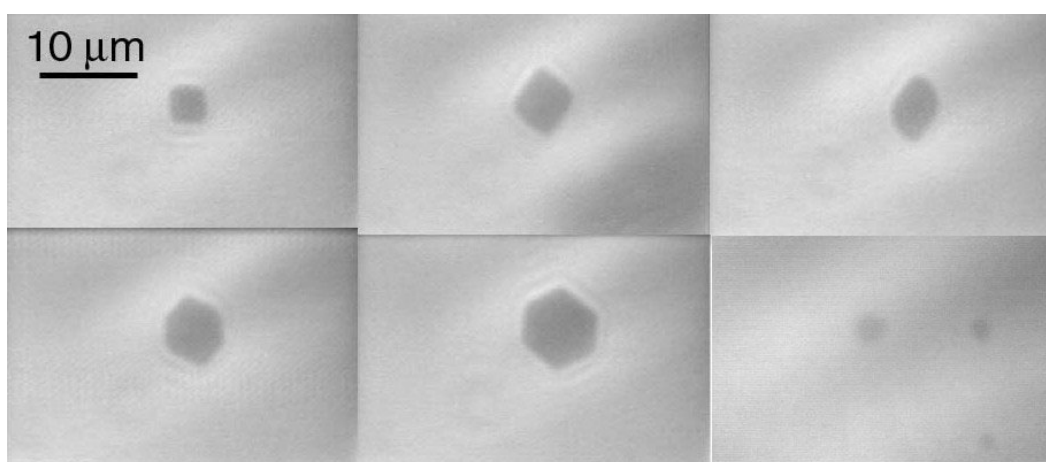


Рис.2. Микродефекты в кристаллах сапфира, выращенных в среде, содержащей восстановительные компоненты (H_2 , CO).

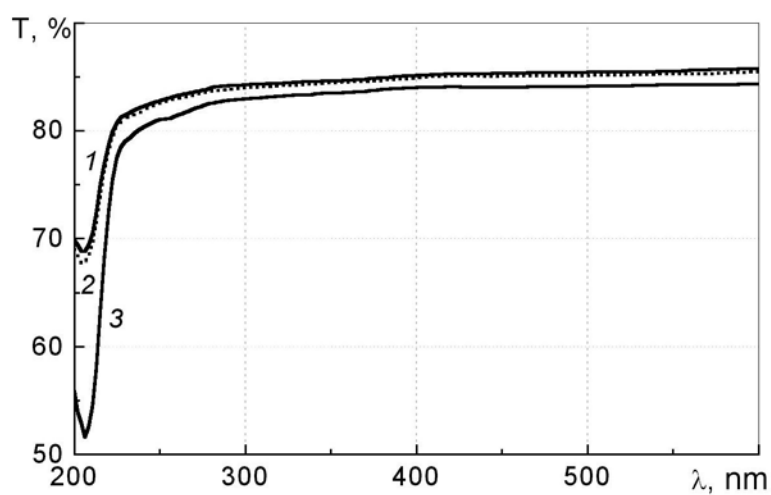


Рис.3. Спектры $T(\lambda)$ сапфира с различной концентрацией микродефектов: 1 – $<10^4 \text{ см}^{-3}$, 2 – $6 \dots 7 \cdot 10^5 \text{ см}^{-3}$, 3 – $\sim 5 \cdot 10^6 \text{ см}^{-3}$. Толщина 1 мм.

2.1. ПЛАСТИНЫ ЛЕЙКОСАПФИРА ДЛЯ ПРОЗРАЧНЫХ ВЫСОКОПРОЧНЫХ ЗАЩИТ ОТ ВЫСОКОСКОРОСТНОГО УДАРА.

А.Б.Синани, А.С.Власов, Е.Л.Зильбербранд, А.А.Кожушко, А.И.Козачук,
М.И.Степанов, С.И.Бахолдин, П.И.Антонов

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: p.antonov@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

Проблема создания прозрачной защиты до настоящего времени решалась лишь путем увеличения толщины стеклопакета, которая для удержания пуль с бронебойным сердечником достигает 70-80 мм. Очевидно, что такая защита имеет большой вес и может быть использована лишь в стационарных условиях. Для уменьшения толщины защиты ранее был использован эффект упрочнения стекла путем удаления дефектов с его поверхности. Однако и такая защита оказалась эффективной лишь в случае мягкого ударника ($HВ \approx 2$ ГПа) при скоростях удара до 700 м/с. Экспериментально установлено, что в случае твердого ударника (HR_c-60) и высокой скорости удара первостепенное значение имеет твердость поверхностного слоя защиты. Поэтому проблема может быть решена путем создания многослойной системы с лицевым слоем предельно высокой твердости. Лейкосапфир является единственным прозрачным материалом, пригодным для этой цели. Получение пластин лейкосапфира способом Степанова открывает практический путь к созданию такой системы.

В данной работе изготовлена и испытана прозрачная защитная система (табл.1), по схеме: лейкосапфир + обычное стекло + упрочненное стекло + защитное покрытие из поликарбаната. Результаты баллистических испытаний приведены на рис.1 и 2. Снимки получены методом высокоскоростной фотографии. Из них следует, что данная система выдерживает удары стального высокотвердого сердечника летящего со скоростью до 850 м/с. Первичным процессом в этом взаимодействии является локальная пластическая деформация, хотя бы в малой степени (по А.В.Степанову). Она вызывает деформацию ударника, его притупление, распределяет нагрузку на большую площадь, снижает уровень контактных растягивающих напряжений и тем самым увеличивает долговечность пластины. Вследствие высокой твердости, сапфировый протектор хорошо сопротивляется пластическому деформированию и внедрению ударника, тем самым надежно прикрывая от повреждения упрочненное стекло. В дальнейшем, высокая кинетическая энергия остатков ударника гасится высокопрочным стеклом.

Табл.1. Основные характеристики прозрачной защитной системы

	Ударник (1)	Лейкосапфир (2)	Обычное стекло (3)	Упрочненное стекло (4)
Размеры, мм	Ø7,62xL30	50x50x6	50x50x3	50x50x10
Прочность, σ ГПА	1,5	0,5	0,05-0,4	3
Твердость H_v , ГПА	7,5	18	6	6

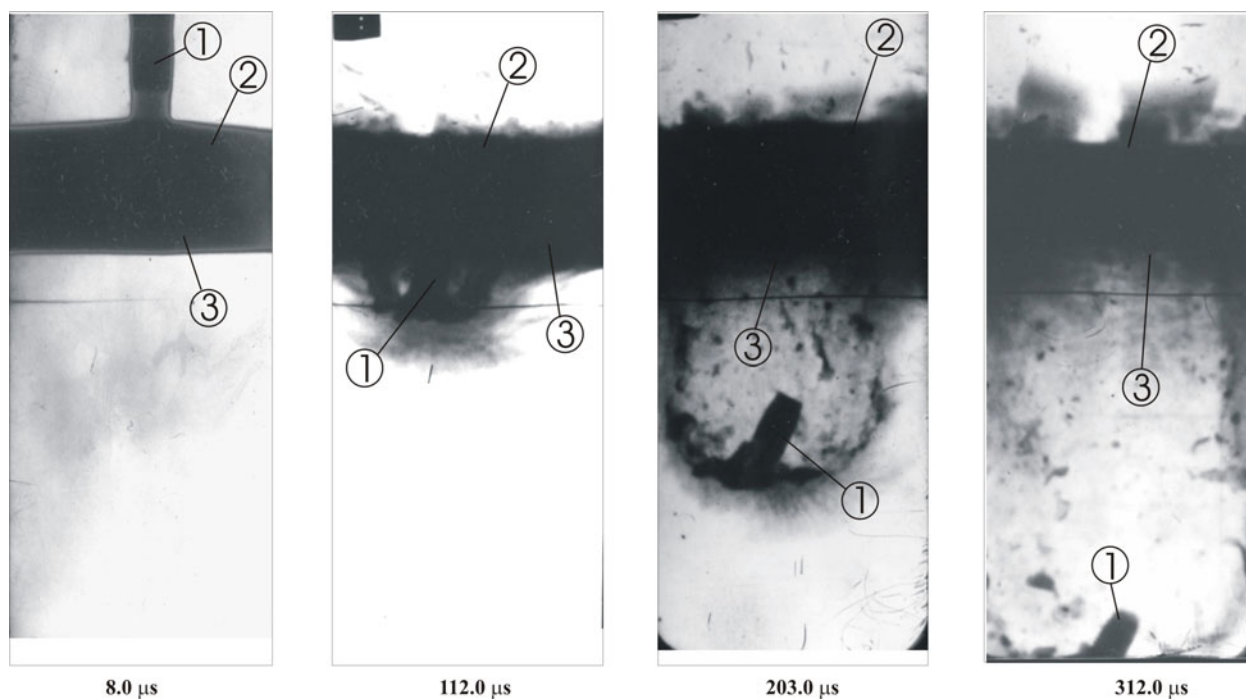


Рис.1. Проникновение ударника в защитную систему с неупрочненным стеклом.

Цифры в кружках соответствуют номерам в первой строке табл.1.

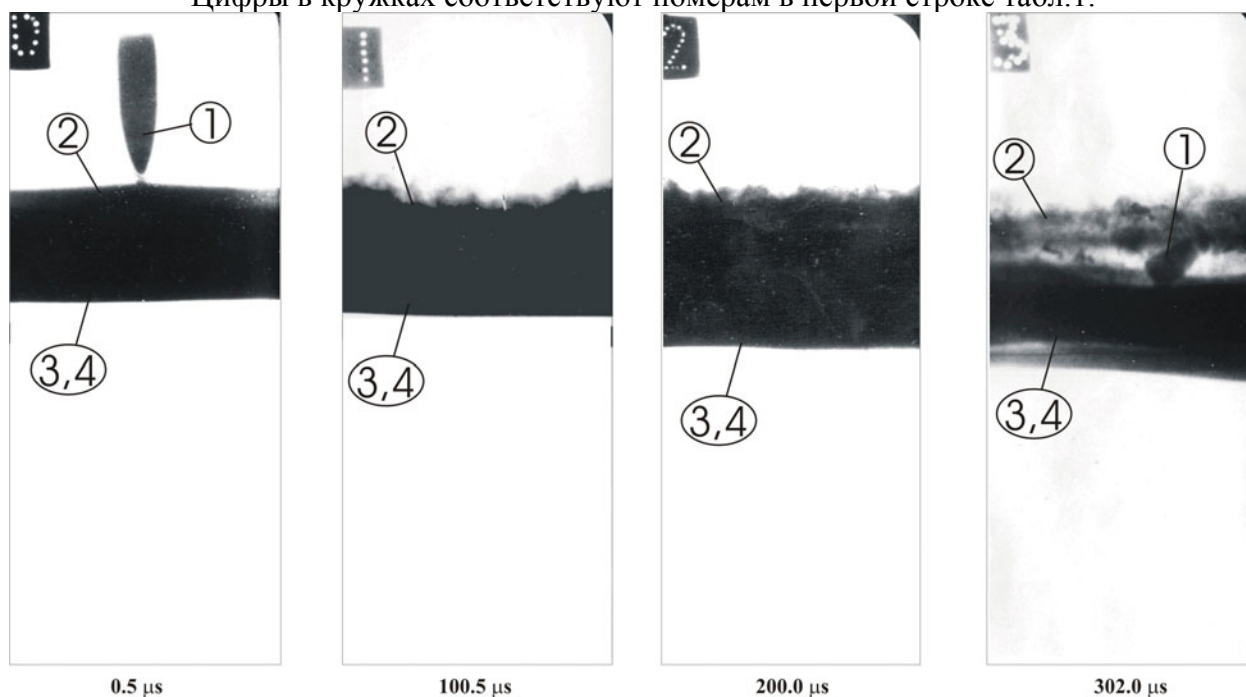


Рис.2. Проникновение ударника в защитную систему с упрочненным стеклом.

2.2. ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИИ НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛОВ КОРУНДА, ВЫРОЩЕННЫХ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА

А.В. Волошин, Л.А. Литвинов
(НИО ОКК НТК "Институт монокристаллов", Харьков),
Е.Л. Островская
(ФТИНТ НАНУ, Харьков), И.Б. Тимченко (ИПС АМНУ, Харьков)

Сапфир – один из самых износостойких материалов, чем обусловлено его широкое применение в узлах трения приборов. Использование сапфира в суставах имеет ряд особенностей, но также зависит от трибологических характеристик. Однако влияние кристаллографии на трение и износ изучено мало.

Сапфир - анизотропный кристалл с существенно отличающейся ретикулярной плотностью кристаллографических плотностей. Так, на плоскости (0001) содержится 0,2254 ат/Å, а плотность атомов на плоскости {1120} почти в два раза меньше (0,1199 ат/Å). Столь значительное различие в плотности в сочетании с еще большими различиями в межплоскостном расстоянии (в 2,5 раза) сказываются на анизотропии оптических, химических [1] и механических характеристик.

Целью работы было исследование износа и коэффициента трения основных кристаллографических плоскостей сапфира при механических нагрузках.

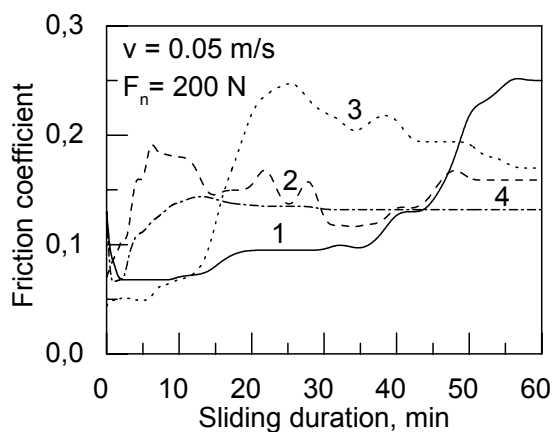
Скорость истирания изучали на образцах $D=13$, $\delta=5$ мм, изготовленных из кристаллов, выращенных методом Степанова. Исследуемые плоскости были параллельны наиболее часто используемым в технике кристаллографическим плоскостям. Образцы обрабатывались свободным или закрепленным абразивом при скорости вращения шпинделя 100 об/мин и разных нагрузках.

Скорость истирания лейкосапфира (мм/час)

Тип абразива			Свободный абразив, карбид бора N 4				Закреплен. абразив АСМ80/63	
Образец			Нагрузка $\times 10^{-2}$, кг/мм ²					
плоскость	межпл. раст., Å	число свободных связей	3	5	7	11	2,2	5
(0001)	2,165	6,6	1,97	2,52	3,48	3,84	2,12	7,12
{1011}	3,479	3,5	2,49	3,38	4,22	3,76	6,23	17,8
{1120}	2,379	4,8	3,45	4,83	6,48	7,83	2,31	8,29
{1010}	1,374	-	3,26	4,97	7,48	8,11	3,59	11,8

Коэффициент трения изучался при трении скольжения на трибометре УТИ по схеме disk-on-disk (face loaded) configuration с добавлением нормальной нагрузки перпендикулярно торцевой поверхности дисков. Нижний вращающийся образец имел диаметр 18 мм и высоту 10мм, а верхний неподвижный образец – 14 и 15 мм соответственно. Частота вращения нижнего образца - 65 об/мин. (максимальная скорость скольжения 0.05 м/с); нормальная нагрузка- 200 или 1000 Н. Сила трения постоянно контролировалась. Рабочие поверхности всех исследуемых образцов были отполированы.

Из таблицы следует, что минимальная скорость истирания наблюдается в плоскости базиса при обработке как закрепленным, так и свободным абразивом. При обработке свободным абразивом - это плоскость, параллельная плоскости {1010}, а для закрепленного абразива - плоскости {1011}.



Влияние кристаллографической ориентации на коэффициент трения для сапфир-сапфировых пар: 1- (0001); 2- (1010); 3- (1120); 4- (1012). Для всех случаев другой деталью был образец с поверхностью параллельной плоскости (0001).

Наблюдаемые существенные различия в скорости истирания образцов, по-видимому, обусловлено влиянием режима шлифования на механизм

сколообразования, который зависит от ориентации. Так, при истирании свободным абразивом скорость износа коррелирует с величиной, обратной ретикулярной плотности атомов исследуемых плоскостей и величиной, обратной числу свободных связей на единицу поверхности [2].

Механизмы шлифования связанным и свободным абразивом несколько отличаются. Быстро движущееся и жестко закрепленное в инструменте абразивное зерно при врезании в сапфир образует густую сеть микротрещин. Развитие трещин в свою очередь зависит от спайности и отдельности кристалла. В сапфире, состоящем из двух сортов ионов, спайность возникает при соединении пары параллельных сеток, каждая из которых образована крупными анионами. В плоскостях с одинаково заряженными сетками атомов снижаются силы притяжения. Чем больше расстояние между сетками такой пары, тем резче выражена спайность. Поэтому наиболее вероятное появление спайности по плоскости $\{1120\}$ (расстояние между сетками $0,79 \text{ \AA}$). Для сеток, параллельных плоскости $\{1011\}$, это расстояние еще больше ($1,2 \text{ \AA}$). Но в данном случае, вероятно, имеет место процесс двойникования по плоскости, близкой к ромбоэдру. Двойникование по плоскости $\{1011\}$ наблюдается преимущественно при низких температурах и высоких скоростях деформации [3]. Эти процессы, по-видимому, активируются при обработке связанным абразивом. Кроме того, для разрушения сапфира по плоскости $\{1011\}$ требуется меньше энергии (6 Дж/м^2), чем для разрушения по базисной плоскости (40 Дж/м^2) [4].

При исследовании коэффициента трения рассматривались плоскости, которые существенно отличались по механическим и кристаллографическим параметрам. Наиболее низкие значения коэффициента трения получены на паре (0001)-(1012), у которой максимальная разница в микротвердости и в ретикулярной плотности. Контактные поверхности обоих элементов пар практически не имеют следов износа. Поверхности после эксперимента отличались от исходных только изменением отражающей способностью поверхности.

Результаты работы могут представлять интерес для техники, где существует проблема изготовления приборов, в которых продолжительность эксплуатации узлов трения является главным критерием надежности, но и для медицины, где наблюдается дефицит современных эндопротезов суставов.

1. В.Г. Потапова, Т.В. Друзенко, Л.А. Литвинов, А.Б. Бланк, Функциональные материалы, 2000, № 2, Том 3.
2. А.В. Волошин, Л.А. Литвинов, Функциональные материалы, 2002, №3, Том 9, с.555. 7, с. 333.
3. М.В. Классен-Неклюдова, Х.С. Багдасаров, Рубин и сапфир, Наука, Москва, 1974, с. 141.
4. S.M. Widerhorn, J. Amer. Ceram. Soc., 1969, 52, p.485.

2.3 а. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ ВЫРАЩЕННЫХ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА ИЗ Al-Si (11.7%) СПЛАВА

В. Федоров¹, С. Кустов¹, Р. Шаллер²

1 – Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН

2 – Федеральный Политехнический институт, Лозанна, Швейцария

Ранее отмечалось, что структура изделий выращенных методом Степанова из немодифицированного эвтектического сплава Al-Si оказывается схожей со структурой модифицированных сплавов [1]. В настоящей работе исследованы механические свойства ленточных образцов полученных при различных режимах кристаллизации.

Обнаружено, что образцы из немодифицированного эвтектического сплава демонстрируют пластичность и прочность типичную для модифицированных сплавов. В зависимости от режима кристаллизации пластичность лежит в пределах 12-16%, при значениях прочности соответственно 230-170 МПа, рис.1(а). Каждая точка на рис.1(а) отвечает среднему значению для пяти образцов, выращенных при фиксированной производительности процесса. Индекс качества Q , определяемый из максимального напряжения σ_b и относительного удлинения δ (%), $Q = \sigma_b + K \log \delta$ [2], подсчитанный для наших образцов ($K=150$ для системы Al-Si), принимает значения 350-390, рис. 1(б). Полученные значения прочности, пластичности и индекса качества соответствуют полностью модифицированным сплавам [3]. Показано, что прочность образцов коррелирует с производительностью процесса выращивания.

В работе анализируются диаграммы деформирования образцов, микроструктуры исследованные методом оптической микроскопии, рис 2, и фрактограммы поверхностей разрыва, рис.3, – методом электронной микроскопии. Показано, что влияние производительности процесса на механические свойства изделий обусловлено изменением дисперсности микроструктуры, рис. 2а и 2б, рис. 3а и 3б. Анализ микроструктуры позволяет объяснить повышенные значения пластичности и прочности округлой формой и высокой дисперсностью частиц кремния.

1. V. Fedorov, Bull. of Russian Acad. Sci., Physics, 63 (1999) 1847.
2. A.M. Samuel, J. Gouthier, F.H. Samuel, Metall. Mater. Trans. A, 27A (1986) 1785.
3. H. Liao, Y. Sun, G. Sun, Mat. Sci. Engn. A, A335 (2002) 62.

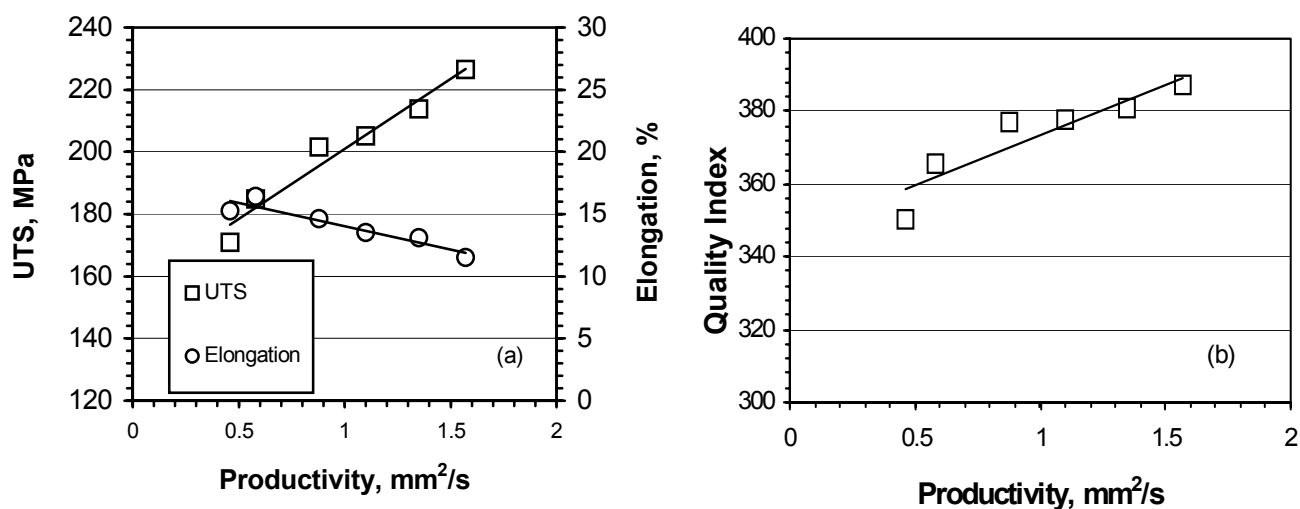


Рис.1. Временная прочность (UTS) и максимальное удлинение (а) и индекс качества (b) в зависимости от производительности процесса роста для образцов немодифицированного эвтектического сплава Al-Si выращенного способом Степанова

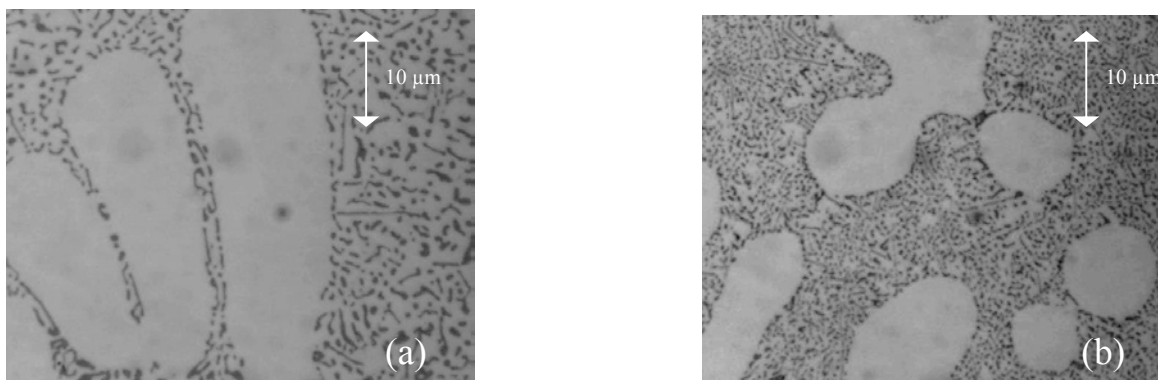


Рис.2. Фотографии микроструктуры показывающие области дендритной α -фазы (светлые зоны) и области с эвтектическими выделениями частиц кремния для Al-Si (11.7%) изделий выращенных с производительностью 0.58 (а) и 1.35 мм²/с (b). Следует отметить различный размер дендритов α -фазы и частиц кремния в (а) и (b).

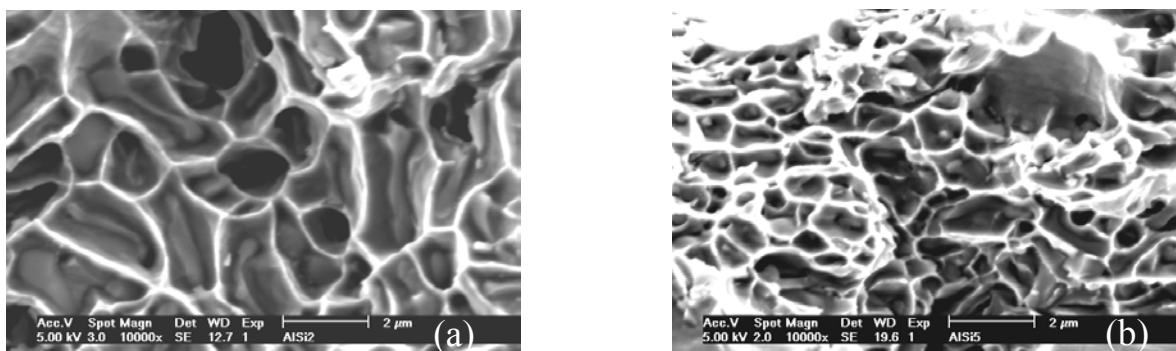


Рис.3. Фотографии поверхности разрушения показывающие пластичное разрушение Al матрицы в Al-Si (11.7%) изделиях выращенных с производительностью 0.58 (а) и 1.35 мм²/с (b). Видны также частицы кремния различного размера в (а) и (b), расположенные внутри пластичных ячеек Al матрицы.

2.3 б. ПРОЧНОСТЬ, ПЛАСТИЧНОСТЬ И МИКРОСТРУКТУРА ТЕРМООБРАБОТАННЫХ ЛЕНТ, ВЫРАЩЕННЫХ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА ИЗ СПЛАВА Al-Si(11,7%).

В.Ю.Федоров, С.Б.Кустов

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН

В работе исследуется влияние высокотемпературного отжига на микроструктуру, прочность и пластичность образцов из эвтектического силумина Al-Si(11,7%), выращенных способом Степанова с различными значениями производительности процесса. Ленточные образцы подвергались отжигу при температуре 0.9 Тпл с последующей закалкой (Q образцы) или охлаждением на воздухе (АС образцы). Прочность и пластичность образцов исследовалась в испытаниях на растяжение при комнатной температуре.

Обнаружено, что высокотемпературный отжиг практически ликвидирует влияние режима роста изделий и приводит к заметному снижению прочности изделий и росту их пластичности, рис.1. Режим охлаждения, следующей за отжигом, влияет на механические свойства изделий: прочность Q образцов оказывается выше, чем в АС образцах, при некотором снижении пластичности. На кривых деформирования Q и АС образцов проявляется эффект Портевена - Ле Шателье, рис.2, в Q образцах он сильнее и продолжается до окончания зоны упрочнения, в АС образцах этот эффект слабее и происходит вплоть до момента разрушения образца.

Показано, что дендритная структура α -твердого раствора не изменяется в результате термообработки. Обнаружено, что в разрушенных образцах, как в Q, так и в АС, наблюдается значительный рост размеров выделений кремния (до 10-15 мкм) по сравнению с недеформированными образцами (около 5 мкм), рис.3. Наибольший размер частиц кремния наблюдается вблизи места разрушения образца, рис.3 (б).

В результате проведенного исследования можно утверждать, что прочность эвтектического сплава Al-Si (11,7%) определяется не дисперсностью дендритов α - твердого раствора, а дисперсностью и формой выделений кремния. Обнаруженное явление значительного укрупнения выделений кремния в результате пластической деформации и особенности наблюдаемого эффекта Портевена-Ле Шателье в Q и АС образцах могут быть объяснены интенсивной диффузией кремния в неоднородных полях механических напряжений вблизи выделений кремния.

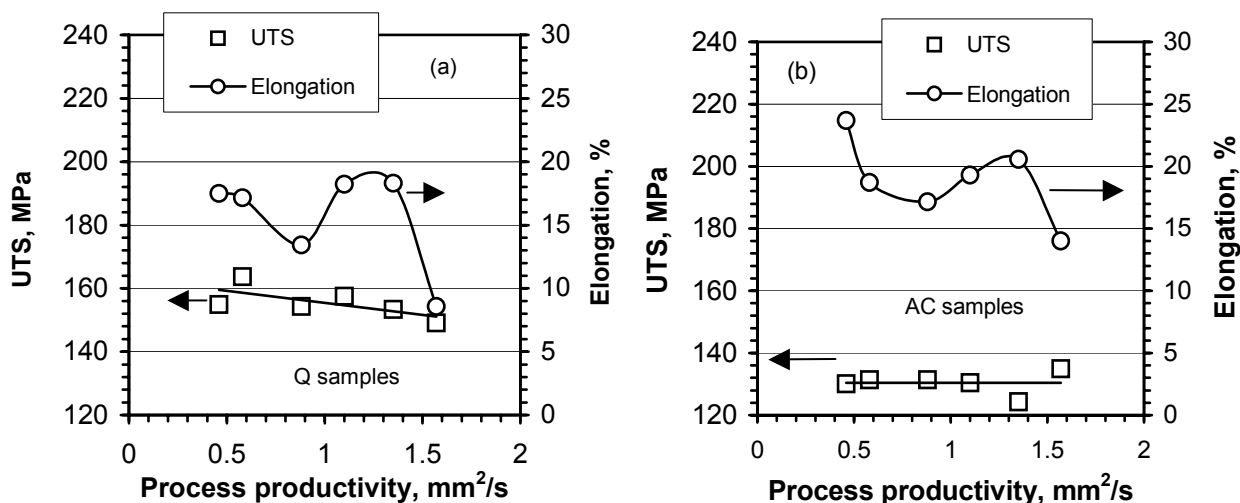


Рис. 1. Максимальная прочность (UTS) и удлинение образцов, подвергнутых отжигу с последующей закалкой (а) и охлаждением на воздухе (б) в зависимости от производительности процесса выращивания исходных лент Al-Si (11.7%).

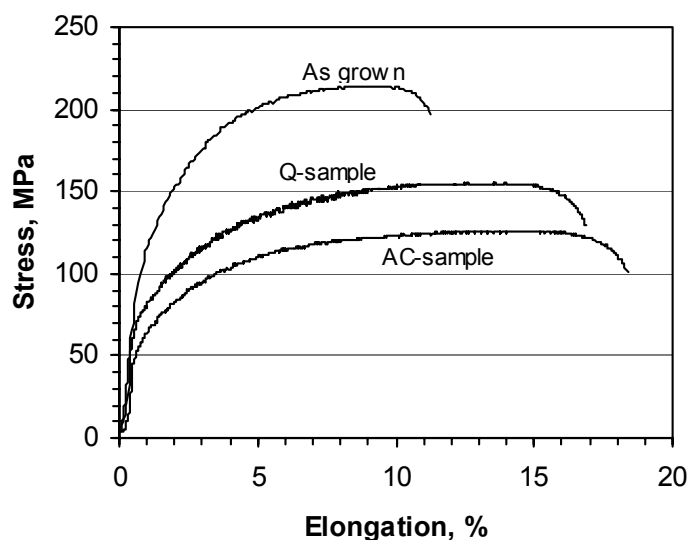


Рис. 2. Диаграммы деформирования образцов приготовленных из ленты выращенной с производительностью 1.35 мм²/с в исходном состоянии (As grown) а также после отжига и закалки (Q-sample) и после отжига и охлаждения на воздухе (AC sample)

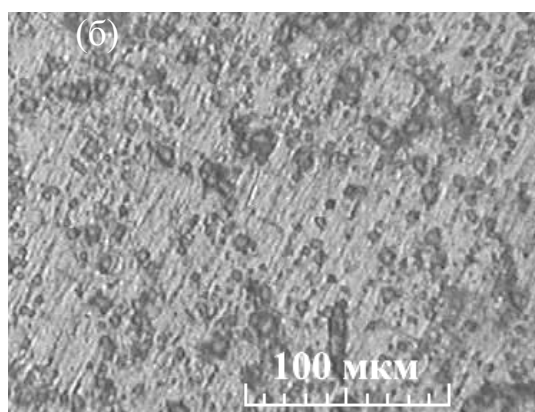
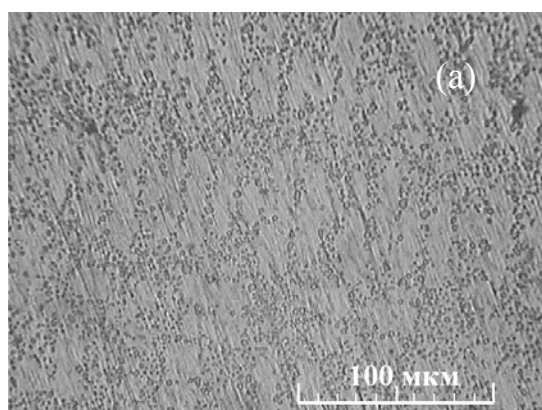


Рис.3. Микроструктура образцов из сплава Al-Si(11.7%), выращенных с производительностью процесса 0.58 мм²·с⁻¹, подвернутых отжигу с последующей закалкой:
а) – образец до деформации, б) – деформированный образец вблизи зоны разрушения.

2.4 а. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЕРЕГРЕВА РАСПЛАВА НА ЗАВИСИМОСТЬ ДИСПЕРСНОСТИ СТРУКТУРЫ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СПЛАВА Al-Si (11,7%) ОТ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ВЫРАЩИВАНИЯ.

В.Ю.Федоров

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН

Ранее была найдена зависимость дисперсности структуры от параметров процесса выращивания изделий из сплава Al-Si (11,7%) для температуры расплава 650°С [1]. Найденная зависимость может быть использована в качестве общего, для способа Степанова, критерия дисперсности микроструктуры, если будет доказано, что он применим к режимам с различными рабочими температурами расплава.

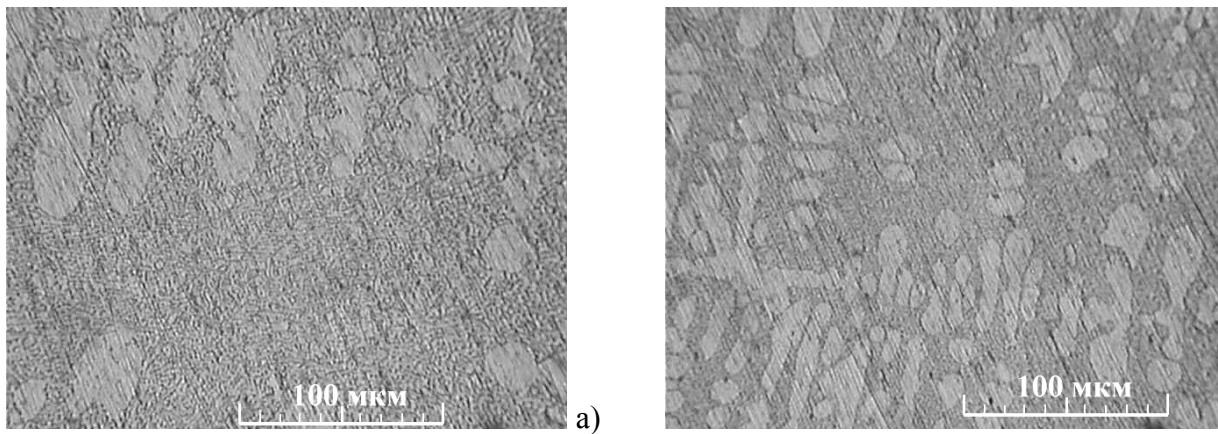
Для проверки применимости ранее найденного критерия, в настоящей работе повторяется комплекс исследований структуры изделий, полученных из расплава с более низкой рабочей температурой - 610°С. В образцах, выращенных при различных значениях производительности процесса, исследованы структурный объемный состав сплава, абсолютная удельная поверхность дендритов α - твердого раствора, оценена дисперсность частиц кремния в междендритном пространстве.

В результате выполненных исследований показано, что снижение температуры перегрева расплава приводит к небольшому снижению объемной доли дендритов в структурах образцов для всех режимов роста и увеличению разориентации осей I порядка дендритов α - твердого раствора относительно оси вытягивания, рис.1. Увеличение разориентации дендритов привело к изменению значений изометрической и плоскостной составляющих удельной поверхности дендритов в зависимости от производительности процесса. Но это не вызвало изменения зависимости абсолютной удельной поверхности дендритов от производительности процесса, рис.2.

Показано, что изменение температуры перегрева расплава практически не сказывается на зависимости дисперсности дендритов от производительности процесса выращивания.

Оценка величины дисперсности частиц кремния в междендритном пространстве дает значения на порядок большие, чем для дендритов α - твердого раствора. Увеличение производительности процесса выращивания сопровождается ростом дисперсности частиц кремния.

1. В.Ю.Федоров, Изв.Академии Наук, Т.63, №9 (1999), 1847



б)

Рис.1 Микроструктура продольного сечения образцов из сплава Al-Si (11.7%), выращенных при разной производительности процесса а) - $0,46 \text{ мм}^2 \text{с}^{-1}$, и б) - $0,88 \text{ мм}^2 \text{с}^{-1}$

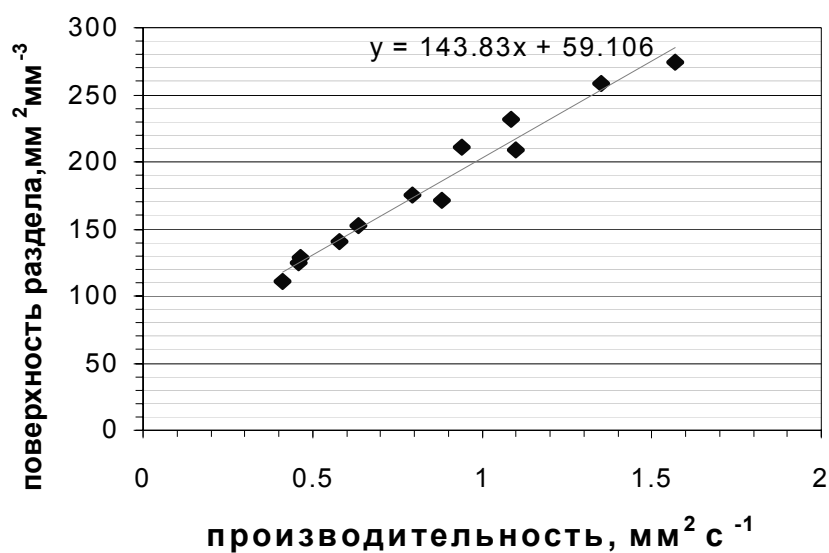


Рис.2 Зависимость абсолютной удельной поверхности дендритов α - твердого раствора от производительности процесса выращивания

2.4 б. ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА РАЗМЕРЫ ЧАСТИЦ КРЕМНИЯ В ЭВТЕКТИЧЕСКОМ СПЛАВЕ Al-Si(11,7%).

С.Б.Кустов, В.Ю.Федоров

Физико-технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН

Обнаруженный эффект значительного увеличения размеров выделений кремния в процессе пластической деформации лент из эвтектического сплава Al-Si [1], выращенных способом Степанова, свидетельствует о значительной роли механических напряжений в данном явлении. Целью данной работы является исследование роли термических напряжений в процессе формирования микроструктуры при термической обработке.

В работе исследуется зависимость размера выделений кремния от времени отжига при 770 К и условий дальнейшего охлаждения: закалки, охлаждения на воздухе и охлаждения с печью до различных температур. Исследования выполнялись на образцах вырезанных из лент, выращенных способом Степанова при фиксированных производительностях процесса.

Обнаружено, что во всех случаях охлаждение на воздухе (после выдержки в печи) приводит к незначительному росту размеров выделений кремния (около 30%) по сравнению с образцами, подвергнутыми закалке в воду. Увеличение времени отжига образцов с 2 до 6 часов приводит к более заметному росту размера выделений в 1.5-2 раза (с 7-10 мкм до 15 мкм). Отжиг образцов, выращенных при различных режимах, в течение 4 часов, с последующим охлаждением с печью до комнатной температуры, приводит к образованию чрезвычайно крупных частиц кремния (30-40 мкм), независимо от исходной микроструктуры. Показано, что крупные выделения кремния размером 30-40 мкм образуются при охлаждении образцов вместе с печью в узком интервале температур 770-720 К, не превышающем 50 К, при скорости охлаждения 2.5 К/мин. Полученные результаты свидетельствуют, что основную роль в формировании микроструктуры при термообработке эвтектических сплавов Al-Si играет не время отжига, а режим охлаждения. Данное явление обусловлено значительно более интенсивной диффузией кремния (по сравнению с изотермической диффузией) в полях термических напряжений. Поскольку величина термических напряжений зависит от размера выделений кремния, механизмом увеличения размера частиц является рост более крупных выделений за счет растворения более мелких.

1. В.Федоров, С. Кустов, Прочность, пластичность и микроструктура термообработанных лент, выращенных способом Степанова из сплава Al-Si(11.7%), материалы данного совещания.

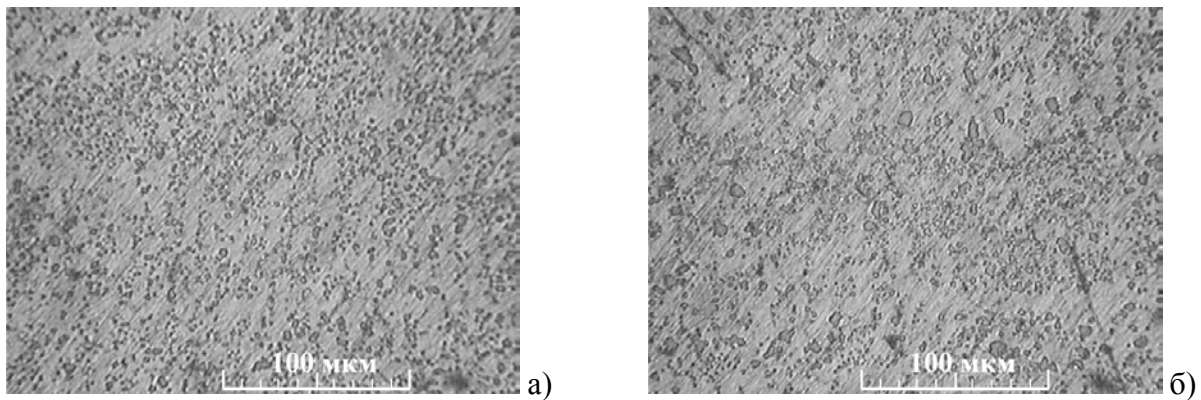


Рис.1. Микроструктура образцов из сплава Al-Si(11.7%) подвергнутых отжигу в течение 2 часов при 770 К с последующей закалкой (а) и охлаждением на воздухе (б). Образцы приготовлены из ленты, выращенной при производительности процесса - $1,35 \text{ мм}^2 \cdot \text{с}^{-1}$.

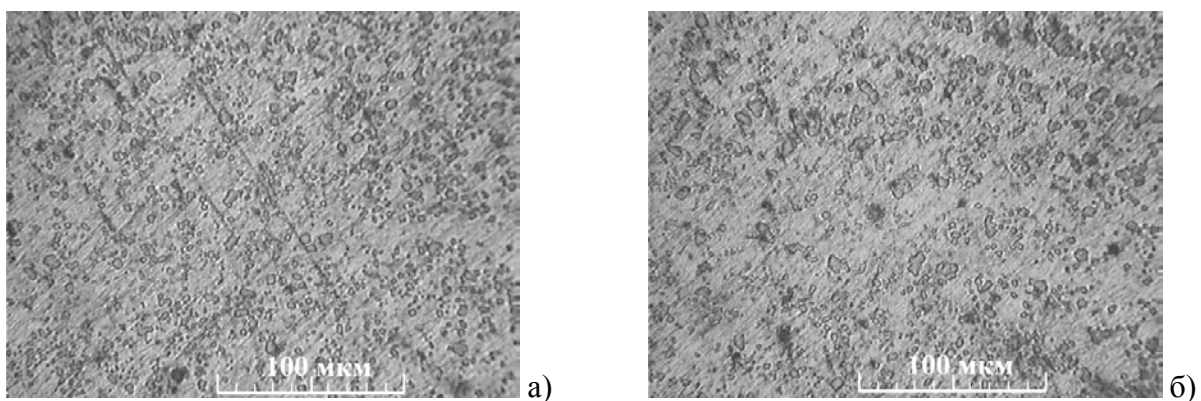


Рис.2. Микроструктура образцов из сплава Al-Si(11.7%) подвергнутых отжигу в течение 6 часов при 770 К с последующей закалкой (а) и охлаждением на воздухе (б). Образцы приготовлены из ленты, выращенной при производительности процесса - $1,35 \text{ мм}^2 \cdot \text{с}^{-1}$.

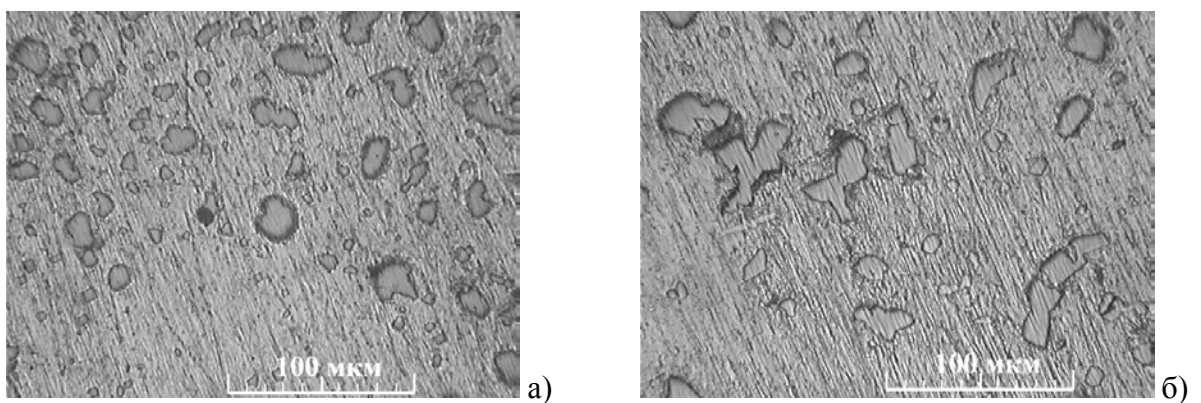


Рис.3. Микроструктура образцов из сплава Al-Si(11.7%) подвергнутых отжигу в течение 4 часов при 770 К с последующим охлаждением с печью до 720 К в течение 20 мин. Образцы приготовлены из лент, выращенных при производительностях процесса $0,46$ (а) и $1,35 \text{ мм}^2 \cdot \text{с}^{-1}$ (б).

2.5. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ НАПРАВЛЕННО ЗАКРИСТАЛЛИЗОВАННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ НА ПАРАМЕТРЫ ТРЕНИЯ.

Фадин Ю.А.¹, Пеллер В.В.², Ххохлов Г.Г.².

¹ *Институт проблем машиноведения РАН, С.-Петербург.*

² *Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, С.-Петербург*

E-mail: G.Xoxlov@mail.ioffe.ru, тел.(812)247-99-98, факс: (812)247-53-33.

Способ Степанова перспективен как для создания новых материалов триботехнического назначения, так и для получения готовых изделий из них, например, подшипников скольжения. Использование монокристалльных и направленно закристаллизованных материалов для целей трения и износа до сих пор практически не исследовано.

В работе рассматривалось влияние реальной структуры материала, полученного в результате направленной кристаллизации из расплава на параметры сухого трения. Объектами исследования были два сплава: Al-Mn (АМц) и Al-Si (силумин)

Трение изучалось по схеме вращающегося стального диска (сталь 45) и неподвижного пальца из исследуемого алюминиевого сплава. В эксперименте одновременно регистрировались следующие параметры: коэффициент трения, температура механического контакта, акустическая эмиссия от неподвижного образца. Кроме того, проводился сбор частиц износа непосредственно во время трения с последующим определением их морфологии на анализаторе изображения. Поверхности трения алюминиевых сплавов выбирались перпендикулярно направлению роста, вдоль направления роста и под углом 45°. При изучении изнашивания материалов основное внимание уделялось образованию и разрушению поверхностных слоев.

В работе установлена связь скорости изнашивания с толщиной поверхностных слоев, образующихся при трении и характерными размерами столбчатой структуры исследуемого материала. Показано, что в зависимости от скорости скольжения, давления на контакте, кристаллографической ориентации поверхности контакта возникают поверхностные слои, имеющие разную толщину и концентрацию дефектов, инициирующих разрушение поверхности при сухом трении. На рис.1 показана зависимость коэффициента трения исследуемых материалов от времени при одинаковых условиях испытания. Процесс трещинообразования в поверхностных слоях зависит как от кристаллографической ориентации поверхности трения, так и от механических свойств материалов. На рис.2 изображена схема зарождения трещин в поверхностных слоях для двух взаимно перпендикулярных поверхностей трения.

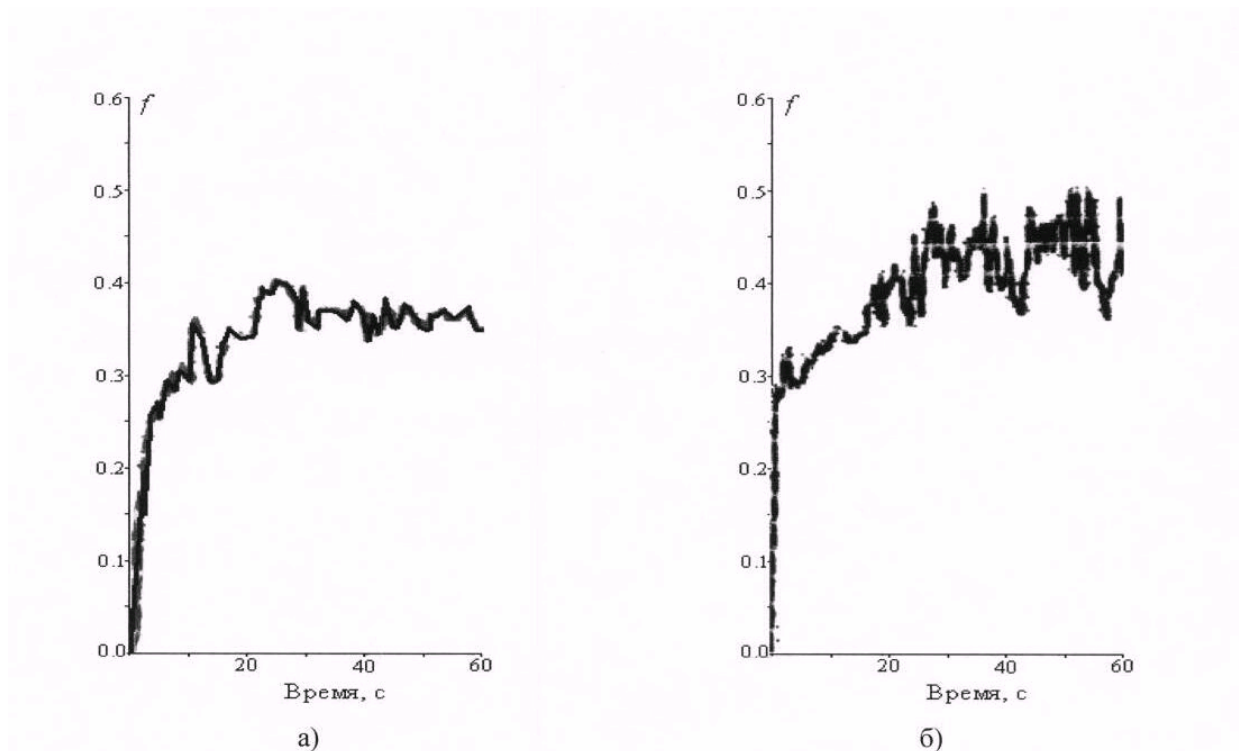


Рис.1. Зависимость коэффициента трения от времени испытания для сплава Амц -а) и силумина -б). Давление образца на диск -2 Мпа, скорость скольжения -0,5 м/с. поверхности трения ориентированы перпендикулярно направлению роста.

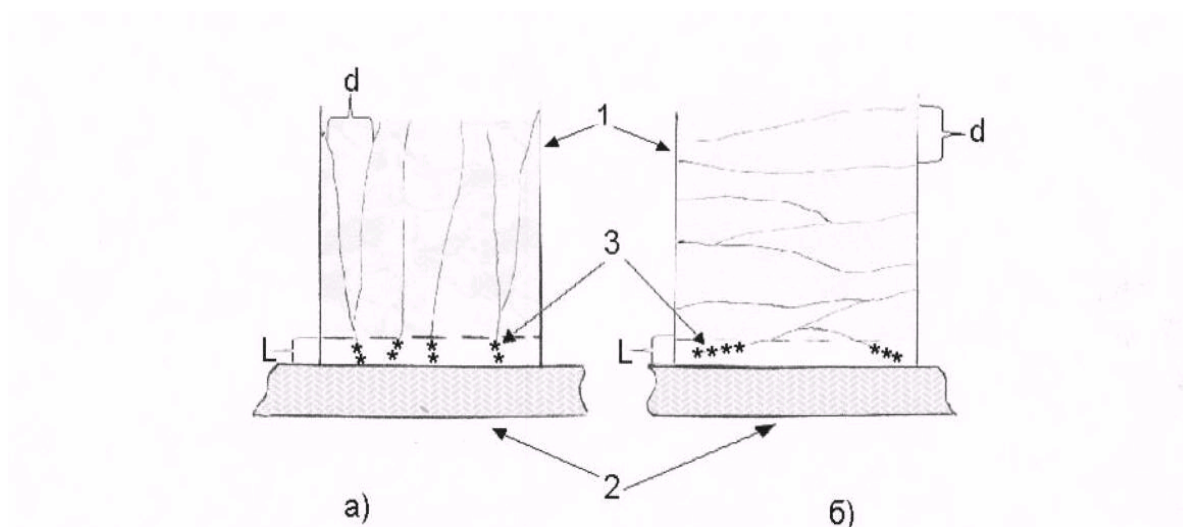


Рис.2. Схема образования трещин в поверхностном слое неподвижного образца.

1-неподвижный образец, 2-стальной диск, 3-трещины, образующиеся на границах кристаллитов.

а)-Поверхность трения перпендикулярна направлению роста. Условия износа материала стабильны.

б)-Поверхность трения параллельна направлению роста. Скорость износа зависит от соотношения поперечных размеров кристаллитов d и глубины поверхностного слоя L

2.6. ГЕНЕРАЦИЯ И РЕЛАКСАЦИЯ РЕАКТИВНОГО НАПРЯЖЕНИЯ В МОНОКРИСТАЛЛАХ $\text{Cu} - \text{Al} - \text{Ni}$ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

С.А. Пульнев., К.В. Бетехтин., В.И. Николаев., С.А. Кузьмин

Физико – технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт – Петербург

E – mail: pulnev @ mail.ru, тел. (812) 247–91–15, факс: (812) 247–89–24

Важным свойством материалов с эффектом памяти формы является их способность генерировать реактивные напряжения. Кроме того, изучение особенностей генерации реактивных напряжений имеет большое значение для разработки приводов и устройств на материалах с эффектом памяти формы. Цель данной работы – исследование генерации и релаксации реактивных напряжений в монокристаллах Cu-Al-Ni , обладающих эффектом памяти формы.

Для придания сплавам свойства генерировать реактивные напряжения использовались различные режимы предварительного деформирования, которое осуществлялось с помощью испытательной машины Instron 1342. После этого образцы фиксировались в захватах испытательной машины и осуществлялся цикл нагрев - охлаждение через интервал мартенситного превращения.

Установлено, что при нагревании образца выше температуры обратного мартенситного превращения начиналась генерация реактивного напряжения, которое достигало максимального значения 450 МПа при 620 К и затем релаксировало до нуля при дальнейшем нагревании до 800 К - кривая ABC на рис.1. На участке релаксации реактивного напряжения в узком температурном интервале отмечается скачкообразное изменение напряжения (см. фрагмент кривой BC рис. 1), которое можно связать с исчезновением крупных кристаллов мартенсита при обратном превращении и раздвойникованием γ'_1 - мартенсита. Показано, что разгрузка образца при температуре 620К (точка В на рис.1) приводит к полному возврату предварительно заданной деформации. Это свидетельствует о том, что при этой температуре монокристалл все еще находится в мартенситном состоянии. Основной же причиной резкой релаксации реактивного напряжения по траектории ВС является тепловое расширение материала и снижение его предела текучести. После релаксации реактивного напряжения монокристаллы охлаждали. При понижении температуры в процессе прямого мартенситного превращения монокристалл вначале генерировал реактивное напряжение, потом оно релаксировало, а затем вновь возникало (кривая CDEF на рис. 1). После исчерпания ресурса мартенситно – двойниковой неупругости малопластичная композиция разрушалась (точка F, рис.1). Реверсивное изменение реактивного напряжения сходно с реверсивным формоизменением того же материала, которое связывается с последовательным протеканием нескольких мартенситных превращений с

различной кинетикой и температурами, а также с суперпозицией двух противоположных эффектов – пластичности превращения и памяти формы [1].

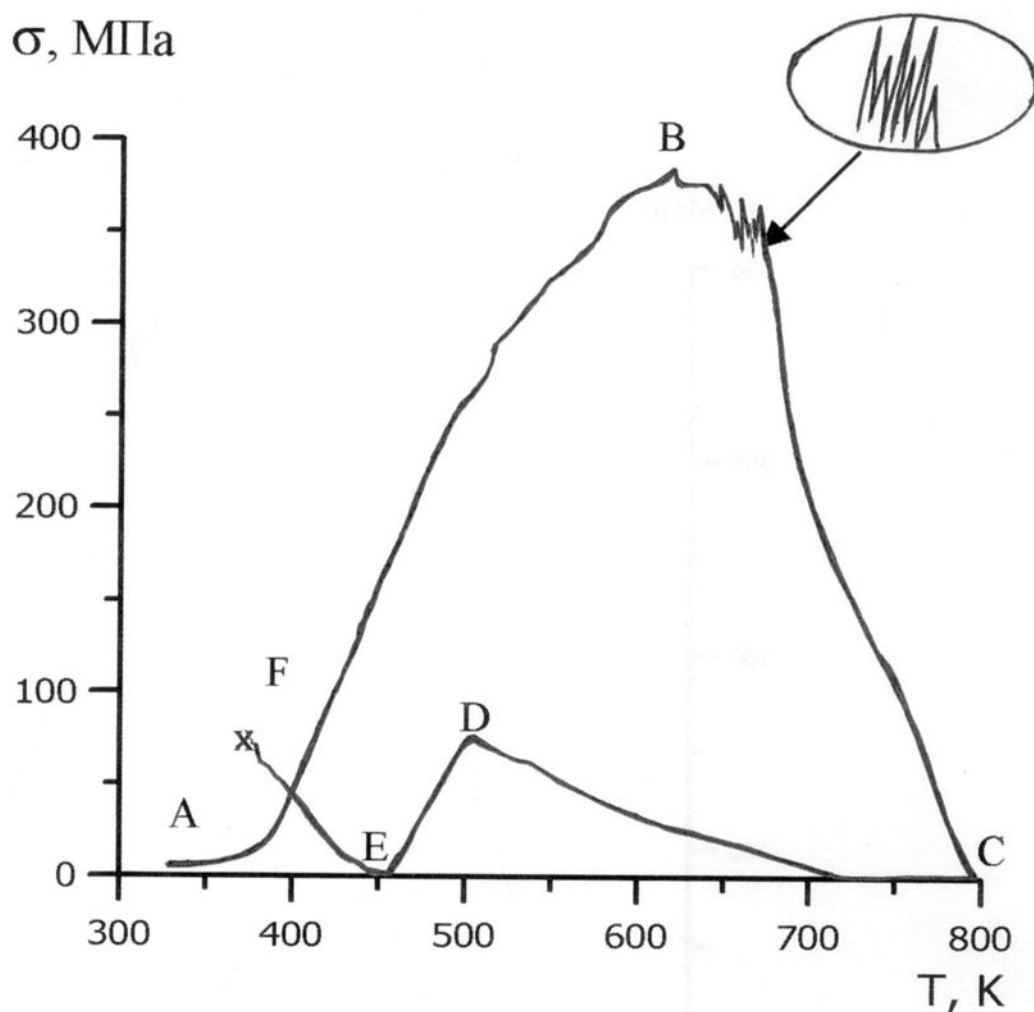


Рис. 1 Зависимость реактивного напряжения от температуры при нагревании и охлаждении монокристалла Cu – 13,4%Al – 4,5%Ni
x – разрушение образца.

[1] Беляев С. П., Ермолаев В. А., Кузьмин С. Л., Лескина М. Л., Лихачев В. А., Пульнев С.А., Деформация ориентированного превращения и эффект памяти формы в материалах с термоупругим и взрывным характером превращения // Физ. мет. и металловед., 1991, №8, с.171-175.

2.7. ПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ЭВТЕКТИКИ Al-Si, ЗАКРИСТАЛЛИЗОВАННОЙ ПО СПОСОБУ СТЕПАНОВА.

Казакевич Г.С.¹, Пеллер В.В.², Корчунов Б.Н.²,

Осипов В.Н.², Хохлов Г.Г.², Клюквин М.Б.¹.

¹ Государственный Технический университет, С.-Петербург.

² Физико-Технический институт им.А.Ф.Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: G.Xoxlov@mail.ioffe.ru; тел: (812) 247-99-98; факс: (812) 247-53-33.

Стандартный литейный сплав Al-Si эвтектического состава практически не используется в деформационных технологиях из-за низкой пластичности материала заготовок, получаемых традиционным литьём.

В работе проведено исследование пластической деформации полученных способом Степанова профилированных поликристаллов из Al-12,5%Si. Были измерены пределы прочности и пластичности направленно закристаллизованного сплава, а также его относительное удлинение. Образцы, в виде лент и круглых прутков подвергали прокатке и волочению, причём прокатку проводили как в поперечном, так и в продольном по отношению к направлению выращивания направлении. Определялась твёрдость по Бринелю исходного и подвергнутого пластической обработке материала. Изучалось влияние степени деформирования образцов на микроструктуру сплава.

Относительное удлинение полученных нами образцов оказалось равным 15 – 18%, хотя для образцов из этого сплава полученных традиционным литьём относительное удлинение обычно составляет 2 – 4%. Выяснилось, что холодная прокатка лент допускает суммарное обжатие 60% до появления в образцах трещин. Волочение круглого прутка показало, что материал выдерживает пластическое деформирование, приводящее в сумме более чем к пятикратному увеличению длины прутка. На Рис.1 дан график зависимости твёрдости сплава от суммарной вытяжки. Металлографический анализ исходных и холоднокатаных лент выявил, что пластическая обработка приводит к дроблению хрупких кремниевых дендритов и разориентации обломков вторичных ветвей дендритов. Обломки стволов дендритов сохраняют свою преимущественную ориентацию по направлению выращивания. (Рис.2).

Вывод. Направленно закристаллизованный литейный сплав Al-12,5%Si, при пластической обработке показывает свойства типичные для алюминиевых деформируемых сплавов. Способом Степанова можно получать не только готовые к применению профили из эвтектики Al-Si, но и заготовки для последующей пластической обработки.

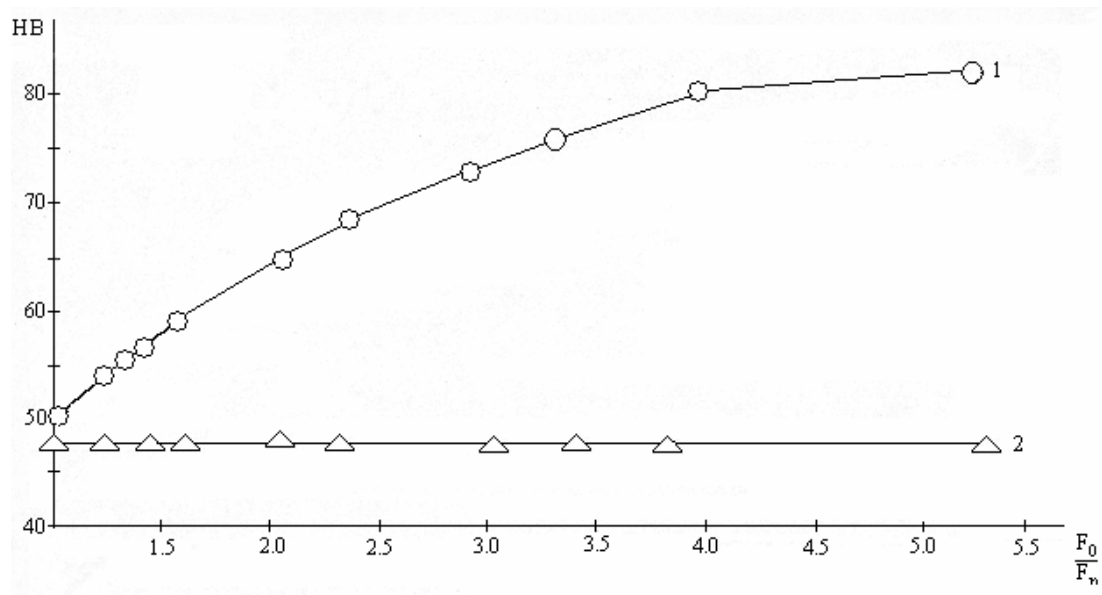
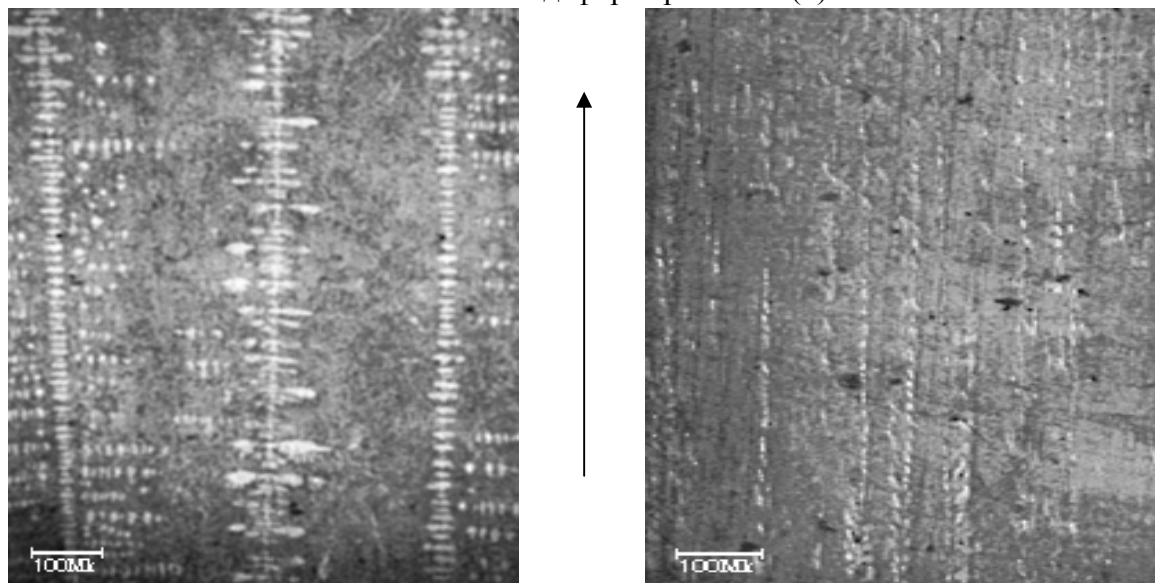


Рис.1. Зависимость твердости по Бринеллю - (HB) направленно закристаллизованного сплава Al-12,5%Si от суммарной вытяжки - (F_0/F_n) при холодном волочении круглого прутка диаметром 6,75 мм. F_0/F_n – отношение исходной площади поперечного сечения к площади поперечного сечения после n проходов. Всего совершено 11 проходов. (1) Отжиг образцов в течении получаса при температуре 350⁰C восстанавливает твёрдость сплава – 48 HB независимо от степени деформирования. (2).



а)

б)

Рис.2. Микроструктура сплава Al-12,5%Si в ленточных образцах полученных способом Степанова. Стрелкой показано направление выращивания. а) - исходная микроструктура. Основу структуры сплава составляет эвтектическая смесь Al-Si, с дендритными включениями кремния. Главные оси дендритов ориентированы по направлению выращивания. б) - микроструктура ленты после холодной прокатки. После пяти проходов толщина ленты уменьшилась с 5 мм до 2 мм. Суммарное обжатие составляет 60%.

2.8. ВЛИЯНИЕ ЛЕВИТАЦИИ И ЦЕНТРИФУГИРОВАНИЯ РАСПЛАВОВ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА Al-Si, Al-Ge И Al-Si-Ge СПЛАВОВ

Волков М. П.¹, Турин В. Н.¹, Никаноров С. П.¹, Буренков Ю. А.¹, Деркаченко Л. И.¹.,
Регель Л. Л.², Вилкоккс В. В.²

¹ *Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН. С.-Петербург,
[s.mkanorov\(d\)mail.ioffe.ru](mailto:s.mkanorov(d)mail.ioffe.ru).*

² *Clarkson University, Potsdam, USA, wilcox@clarkson.edu*

Ранее исследовались структура и свойства до- и эвтектических Al-Si сплавов [1,2,], в том числе полученных способом Степанова [3], влияние дендритной фазы Si и Ge в заэвтектических сплавах Al-Si и Al-Ge[2,4], выделений Si-Ge в Al-Si-Ge [2,4] на свойства сплавов. Однако различные методы литья и структуры исходного материала затрудняют сопоставление результатов исследования влияния разных элементов 4 группы на процесс затвердевания, структуру и свойства сплавов. Исследования влияния центрифугирования этих сплавов приводили к неоднозначным результатам [6], либо не выявляли заметного результата [4-7]. В то же время высокоскоростное центрифугирование начали применять для анализа кристаллизации четверных сплавов [8].

Цель настоящей работы заключалась в изучении структуры и свойств эвтектических алюминиевых сплавов, кристаллизующихся при центрифугировании "in situ" расплавленных отливок, полученных ранее в одинаковых условиях закалкой расплава в состоянии левитации.

Сплав с мелкокристаллической структурой (зерно около 2-3 мкм), полученный закалкой расплава, находящегося в состоянии левитации (рис. 1 для Al-10%Si), после затвердевания в процессе центрифугирования при 7g приобретал характер игл и пластинчатых кристаллов Si, находящихся в мелкокристаллической матрице эвтектики α -Al и Si (рис.2). Центрифугирование расплава приводило к уменьшению размера игл по сравнению со структурой сплава, полученного в печи центрифуги без вращения (рис. 3), а также к возникновению градиента концентрации Si, обнаруживаемого по разным значениям усредненной микротвердости различных концов образца. Подобные явления наблюдались и в случае Al-Ge. Различие в том, что в случае Al-Ge усредненная микротвердость возрастала в направлении действия центробежной силы, а у Al-Si наоборот. В случае Al-Si-Ge такой эффект не наблюдался. Это можно объяснить тем, что плотность Si меньше, а плотность Ge больше плотности Al.

Центрифугирование приводило к увеличению модуля Юнга Al-Si (около 1%) и его уменьшению для Al-Ge (около 2-4%). По-видимому, это связано с образованием разной текстуры образцов.

Работа показывает возможность изменения структуры и свойств образцов сплавов вдоль их длины с помощью высокотемпературного центрифугирования расплава при умеренных ускорениях.

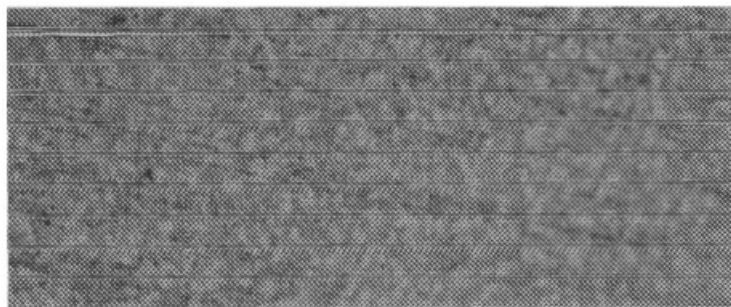


Рис. 1 Микроструктура сплава после левитации, х 200



Рис.2 Микроструктура сплава, закристаллизованного при центрифугировании, х 200

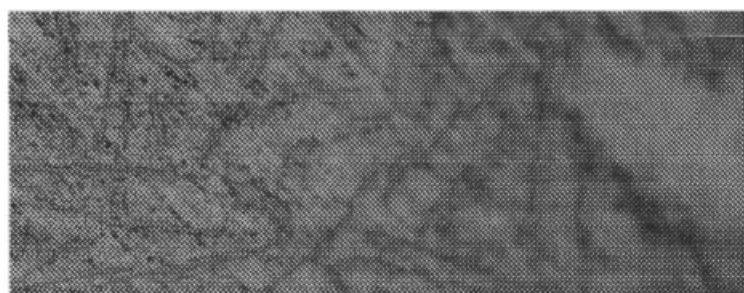


Рис.3 Микроструктура сплава, закристаллизованного в печи центрифуги без вращения, х 200

Авторы благодарны за финансовую поддержку АФГИР, проект CRDF RE2-2347-ST-02

Литература.

1. Hencheng Liao, Yu Su, Guoxiong. Sun. Mater. Sci. and Engineering A 335, 62-66 (2002).
2. M. Gupta, S. Ling. Journ. of Appl. And Comp. 287, 284-294 (1999).
3. В. Ю. Федоров. Изв. АН РАН, сер. физ., 63, 1847-1853 (1999).
4. D. Mitlin, U. Dahmen, V. Radmilovic, J. W. Morris. Jr. Mater. Sci. and Engineering A301, 231-236(2001).
5. A. K. Mudhopadhyay, J. Murken, Birgit Skrotzki and Gunther Eggler. Mater. Sci. Forum, v. V. 331-337, 1555-1560(2000).
6. Г. Б. Строганов, В. А. Ротенберг, Г. Б. Гершман, Сплавы алюминия с кремнием, Москва, Металлургия, с. 26-28 (1977).
7. Q. D. Wang, J. Z. Jin. Foundry, 4, 8 (1996).
8. Jorg F. Loftier, Sven Bossuyt, Atakan Peker, William L. Johnson. Appl. Phys. Lett., 81, 4159-4161 (2002)

2.9. ПРОНИКНОВЕНИЕ ГЕЛИЯ В МОНО- И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКУЮ МЕДЬ ПРИ ЕЕ ДЕФОРМИРОВАНИИ В СРЕДЕ ЖИДКОГО ГЕЛИЯ

О.В.Клявин, Б.А.Мамырин, В.И.Николаев,
Л.В.Хабарин, Ю.М.Чернов, В.В.Шпейзман
ФТИ им. А.Ф.Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия
E-mail : Klyavin@ioffe.rssi. ru

Явление дислокационно-динамической диффузии (ДДЦ) как принципиально новый механизм влияния внешней среды на физико-механические свойства изучается на различных типах твердых тел(1-6). Проникновение частиц внешней среды в кристаллические материалы в процессе их пластической деформации по зарождающимся и движущимся дислокациям исследуется как на жидких, так и на газообразных средах, но наиболее систематически на модельной среде жидкого и газообразного гелия при $T=300-0.6$ К

Настоящая работа была выполнена с целью выявления влияния исходной структуры меди на зависимость в ней количества гелия (N) от степени пластической деформации (ϵ) в сравнении с диаграммами деформации $\dot{\sigma}(\epsilon)$ и с кривыми экстракции гелия из деформированных при $T=4.2$ К образцов в области температур $T=300-1000$ К

Исследовались монокристаллы Cu (99,95%) с ориентацией оси образцов вблизи $\langle 110 \rangle$, деформированные растяжением и образцы нанокристаллической меди (99,9%) с диаметром зерна ~ 100 нм, деформированные сжатием при $T=4.2$ К. Получены зависимости количества гелия от степени деформации $N(\epsilon)$ для обоих типов образцов, а также кривые $N(T)$ экстракции гелия из них. Сравнение кривых $N(\epsilon)$ и диаграмм деформации выявило их существенное различие для обоих типов образцов. В нанокристаллической меди величины N возрастают скачкообразно в два раза при $\epsilon=2\%$ в сравнении с недеформированным образцом (рис.1, кривая 2). Далее они остаются постоянными до $\epsilon \sim 13-14\%$, а затем резко повышаются (в три раза), достигая значения $220 \cdot 10^{11}$ ат/см². Для монокристаллов меди обе кривые $N(\epsilon)$ и $\sigma(\epsilon)$ коррелируют друг с другом кроме начальной части кривой $N(\epsilon)$, которая несколько сильнее зависит от ϵ , чем σ .

Обнаруженное различие в поведении кривых $\sigma(\epsilon)$ и $N(\epsilon)$ для обоих типов образцов связано с различным характером их деформации. Если для монокристаллов меди реализуется дислокационный механизм деформации на всей кривой $\sigma(\epsilon)$, то нанокристаллическая медь деформируется в основном путем зернограницного, а также поворотного (дисклинационного) механизма скольжения. Эти особенности деформации влияют на интенсивность проникновения атомов гелия в оба типа образцов меди, а следовательно и на характер кривых $N(\epsilon)$ и $\sigma(\epsilon)$. Следует также учесть, что диаграмма сжатия нанокристаллической меди радикально отличается от диаграммы растяжения монокристаллов меди, на которой отсутствуют скачки. Она представляет из себя прямую линию с постоянным и высоким коэффициентом упрочнения, на которой, начиная с предела текучести, появляются скачки (кривая 1). Они в начале кривой носят нерегулярный характер с малой амплитудой. В конце кривой ($\epsilon > 14\%$) скачки приобретают циклический характер с почти постоянной амплитудой. Этот факт существенно влияет на кривую $N(\epsilon)$, резко увеличивая интенсивность проникновения гелия в деформируемые образцы при больших ϵ , так как скачки сопровождаются сильным локальным разогревом материала (7) (до десятков градусов) и большой локальной деформацией в пластических сдвигах, приводящих к появлению скачков.

Указанные особенности пластической деформации обоих типов образцов меди отражаются также и на кривых $N(T)$ экстракции гелия из них. Для нанокристаллической меди обнаружены четыре максимума выделения гелия при $T=0.25; 0.35; 0.45; 0.6 T_s$ ($T_s=1346$ К- температура плавления меди) разной высоты и ширины. Из них основной максимум при $T=0.45 T_s$ располагается в области $T=470-670$ К. Для монокристаллов меди имеются лишь два максимума при $T=0.4$ и $0.6 T_s$. Из них основной расположен при $T=0.4 T_s$ на 100 К ниже, чем основной максимум для монокристаллической меди.

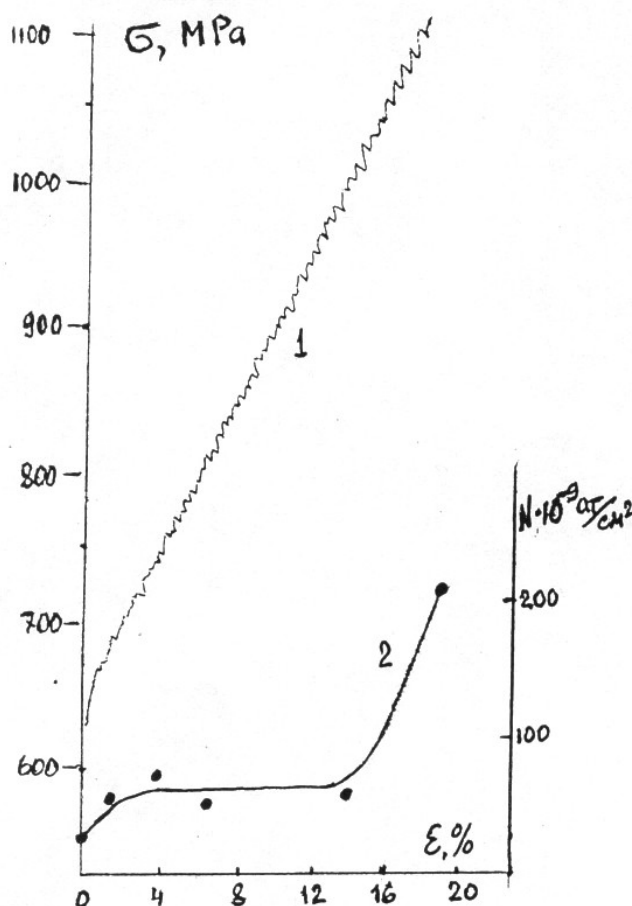
Таким образом, число и характер энергетических ловушек гелия в обоих типах образцов существенно отличаются друг от друга. Этот факт связан с различным характером их пластической деформации, о котором указывалось выше. Полученные данные анализируются на основе явления ДЦД - проникновения частиц внешней среды в кристаллические тела в процессе их пластической деформации за счет динамического понижения потенциальных барьеров их дефектной структуры под действием градиента химпотенциала среды на границе металл - жидкий гелий.

Литература

1. O.V.Klyavin, N.P.Likhodedov, A.N.Orlov. Progr.Surf. Sci.33, 4, 259 (1990).
2. О.В.Клявин, ФТТ 13, 3, 513 (1993).
3. О.В.Клявин, Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. Наука, М.(1987), 255с.
4. Г.И.Швец, О.В.Клявин, А.Г.Банщиков. ФТТ 27, 2618 (1985).
5. О.В.Клявин, Б.А.Мамырин, Л.В.Хабарин, Ю.М.Чернов. Изв. РАН сер. физ. 63, 9, 1876 (1999).
6. О.В.Клявин, Б.А.Мамырин, Л.В.Хабарин, Ю.М.Чернов, В.З.Бенгус, Е.А.Табачникова,С, Э.Шумилин. ФТТ 42, 7, 1256 (2000).
7. Г.А.Малыгин. ФММ 81, 3, 5 (1996).

Нанокристаллическая медь:

1- кривая сжатия образца $\sigma(\epsilon)$ при $T=4.2$ К. В конце кривой скачки носят регулярный характер с почти постоянной амплитудой. 2- зависимость количества гелия N в образцах от степени их деформации ϵ при $T=4.2$ К.



2.10. ПОСЛЕДЕЙСТВИЕ ПРИ ИСПЫТАНИИ КОРУНДА НА МИКРОТВЕРДОСТЬ

Ю.Г.Носов, Л.И.Деркаченко, П.И.Антонов

*Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург
E-mail: p.antonov@mail.ioffe.ru; тел. (812)247-93-07; факс (812)247-89-24*

В работах А.В.Степанова показано [1], что любому разрушению, в том числе и хрупкому, предшествует хотя бы в малой степени пластическая деформация. В данной работе рассматриваются результаты исследования последействия при испытании корунда на микротвердость.

Отпечатки микротвердости наносились на грань (1000) монокристалла синтетического корунда при помощи прибора ПМТ-3 и нагрузке 200 г. Длина диагонали отпечатка составляла ≈ 14 мкм при глубине отпечатка 1.8-2 мкм. Используемая относительно большая нагрузка обеспечивала появление нескольких трещин около сделанного отпечатка [2]. Если вертикальные трещины, идущие от углов отпечатка, приводят к уменьшению общей прочности материала, то наклонные трещины, образовавшиеся под поверхностью образца и выходящие на поверхность, приводят к сколам, последующему отделению областей скола и, т.о. к эрозии поверхности материала. Наблюдение за сделанными отпечатками и их фотографирование показало, что новые сколы около отпечатков образуются постоянно в течение 20-30 дней после снятия нагрузки. Образование таких новых сколов наблюдалось у 15-20% ,сделанных отпечатков. Изучена последовательность явлений при формировании скола, рис.1. Рассмотрены случаи возникновения нескольких сколов у одного отпечатка. Исследуется геометрия и приводятся размеры кристаллических пластинок, отделяющихся при сколе, рис.2.

При вдавливании индентора в поверхность материала работа внешних сил идет частично на пластическое деформирование материала – образование отпечатка, частично на разрушение материала – образование трещин, частично выделяется в виде тепла и частично запасается в виде энергии остаточного упругого поля.

Наиболее вероятной причиной образования рассматриваемых сколов является действие остаточных растягивающих упругих напряжений в вершинах трещин, при этом необходимая пластическая деформация облегчена гидролитическим механизмом разрушения [3-5].

Исследование сколов показывает, что точный анализ результатов микроиндентирования поверхности материалов, обычно считающихся хрупкими, должен учитывать кинетику и последействие процесса.

1. Степанов А.В. Основы практической прочности кристаллов М.: Наука. 1974. 132 стр.
2. Икорникова Н.Ю. Твердость синтетического корунда // Труды ИКАН., 1953. Вып. 8., С. 293-298.
3. Стокс Р.Дж. Разрушение. М.: Мир, 1976, Т.7. Ч.1. С.129.
4. Шпейзман В.В., Вовнобой В.Б., Козачук А.И. Влияние среды на усталостное разрушение синтетического корунда. // Физ. Хим. Обр. Матер. 1982. N3. С.113-117.
5. Берштейн В.А. Механогидролитические процессы и прочность твердых тел. Л.:Наука, 1987. 318 с.

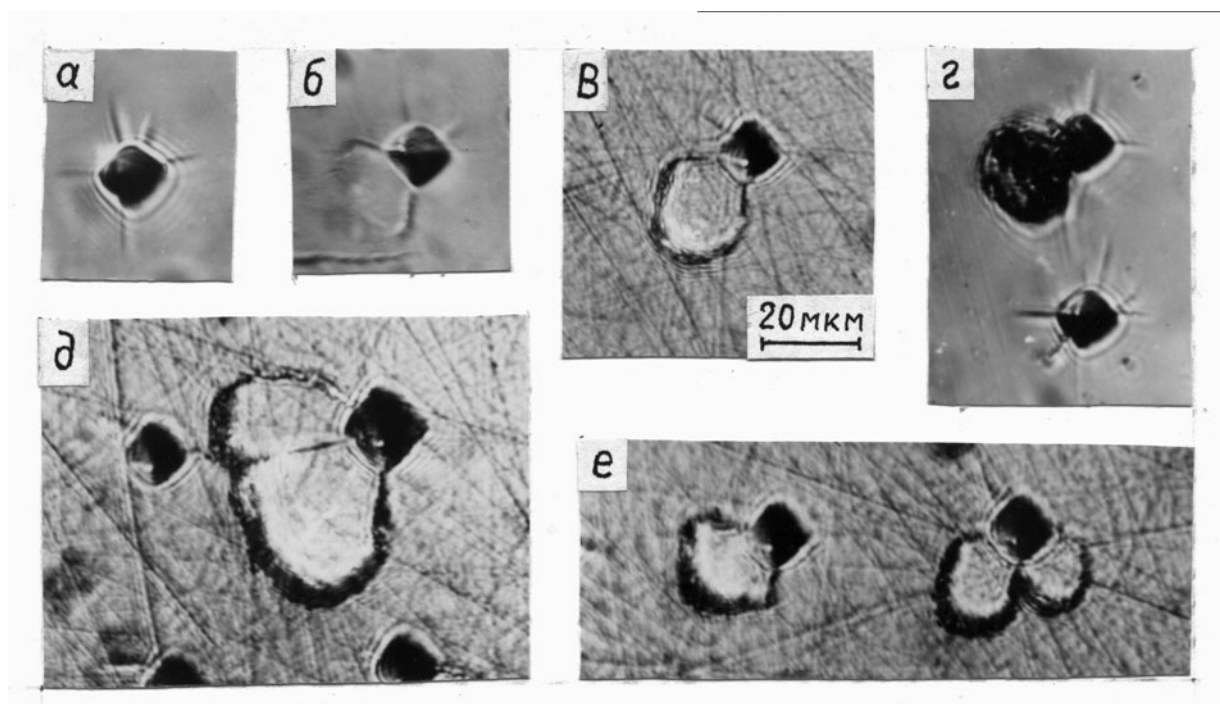


Рис.1 Трещины и сколы вблизи отпечатков микротвердости в корунде
а,б,в,г – последовательность этапов образования скола; а – отпечаток со многими вертикальными трещинами, б – изгиб направления движения двух трещин навстречу друг другу, в – смыкание вершин двух трещин и образование замкнутого контура скола, г – два отпечатка; у верхнего отпечатка материал скола полностью отделился от основного кристалла; д – пример скола большой величины ≈ 35 мкм; е – отпечатки с одним и двумя сколами.

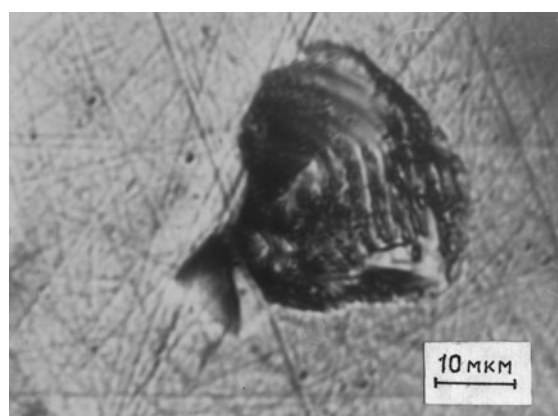


Рис.2 Отпечаток микротвердости на поверхности корунда, имеющий скол с волнистой поверхностью разрушения.

2.11. АНИЗОТРОПНОЕ СВЕТОРАССЕЯНИЕ НА МИКРОДЕФЕКТАХ В ПРОФИЛИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ ЛЕЙКОСАПФИРА.

В.М.Крымов, А.В.Москалев, В.И.Николаев, П.И.Антонов

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: v.krymov@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

В работе обнаружен и исследован эффект анизотропного рассеяния света в стержнях лейкосапфира, обусловленный наличием в объеме кристаллов микродефектов. Стержни лейкосапфира диаметром 4,5 мм выращивались групповым способом (10 шт.) из молибденового формообразователя в атмосфере аргона, в графитовой тепловой зоне с резистивным нагревом. Скорость выращивания составляла 1 мм/мин., ориентация вдоль оси С, с отклонением не более 2° . В большинстве опытов качество выращенных кристаллов было оптическое, без пузырей и включений в объеме (за исключением приповерхностного слоя пузырей, который снимался при дальнейшей обработке). В некоторых опытах предположительно из-за сильного загрязнения расплава в кристаллах наблюдалась анизотропная картина светорассеяния в виде шестилучевой звезды, видимая невооруженным глазом на просвет (рис.1а). В стержнях без микродефектов подобная картина отсутствует (рис.1в). Темные лучи направлены в кристаллографическом направлении, соответствующем граням призмы А (рис.1б). Микроскопические исследования показали, что кроме обычного приповерхностного слоя пузырей (рис.2а), в объеме кристалла есть микродефекты размером меньше 5 мкм (рис.2б). Микродефекты выглядят как тонкие преимущественно шестигранные пластинки, лежащие в плоскостях наклоненных к базисной плоскости. На спектре пропускания (рис.3) видно, что при длинах волн больших 450нм пропускание образца с микродефектами становится меньше, чем у прозрачного образца.

Природа подобных микродефектов в сапфире окончательно не ясна. По нашему мнению обнаруженный эффект анизотропного светорассеяния наиболее близок к явлению астеризма в так называемых звездчатых природных кристаллах сапфира. В них при расположении включений под углом 120° друг к другу на базопинакоиде проявляется астеризм в виде шестилучевой звезды [1]. Включениями могут быть либо вросстки рутила, либо соответственно ориентированные трубчатые газовые включения.

В [2] в профилированных кристаллах сапфира после вакуумного отжига также наблюдались плоские ограненные поры, размером до 20 мкм и толщиной 300А и лежащие в плоскости (0001). Предполагаемая причина – конденсация кислородных вакансий, возникающая при выращивании кристаллов в восстановительных условиях. В [3] в кристаллах сапфира, выращенных методом ГНК в восстановительных газовых средах, обнаружены дефекты размером 1-5мкм, имеющих неправильную форму либо близкую к кубической. Предположительно эти дефекты представляют собой твердые включения – микрочастицы фазы обедненной кислородом (наиболее вероятно $AlAl_2O_4$).

1. Балицкий В.С., Лисицина Е.Е. // Синтетические аналоги и имитации природных драгоценных камней, Москва, Недра, 1981, С.49.
2. Яловец Т.Н., Бородин В.А. // Изв АН СССР, неорг.матер., 1988, Т.24, №6, С.946-949.
3. Данько А.Я., Адонкин Г.Т., Будников А.Т., Сидельников Н.С., Кривоногов С.И. // Тезисы 10 Национальной конференции по росту кристаллов, Москва, 2002, С.223.

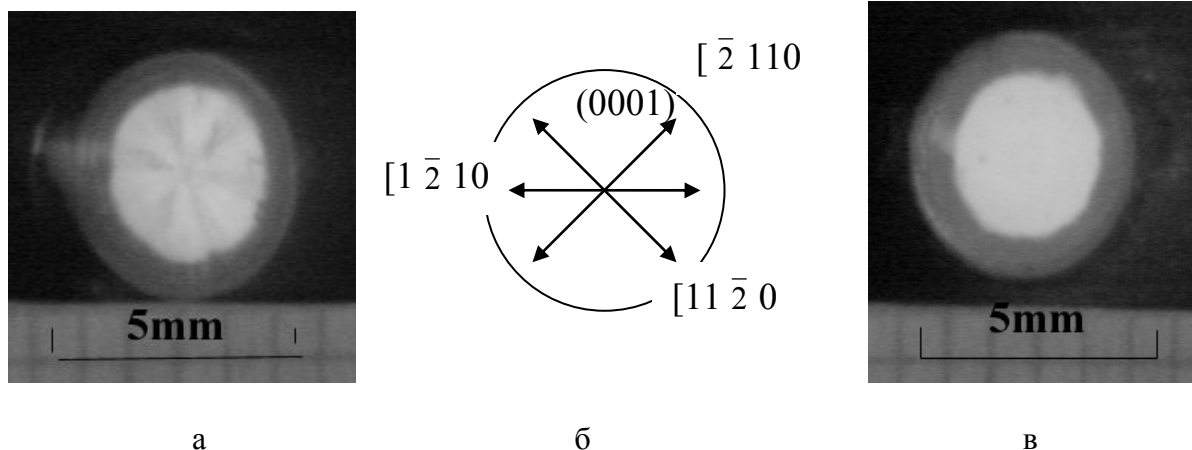


Рис.1 Картина рассеяния света в стержне с микродефектами (а) и без них (в), б-кристаллографические направления шестилучевой звезды рассеянного света

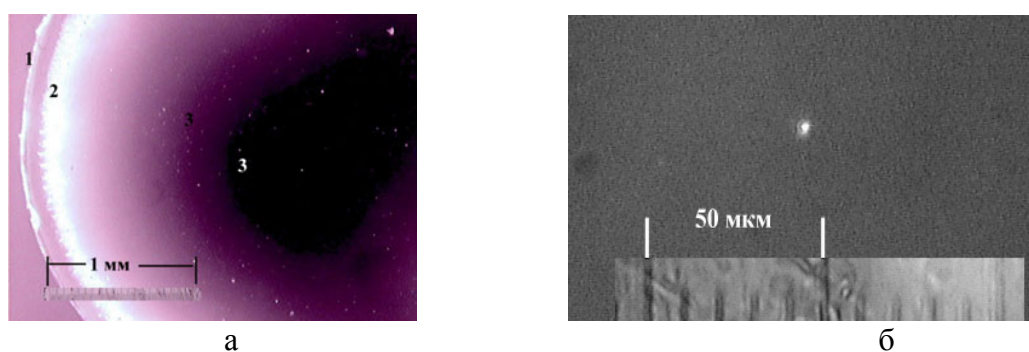


Рис.2 Картина микродефектов в стержнях сапфира: а-1-край кристалла, 2-приповерхностный слой пузырей, 3-микродефекты в объеме кристалла; б-микродефекты при большом увеличении.

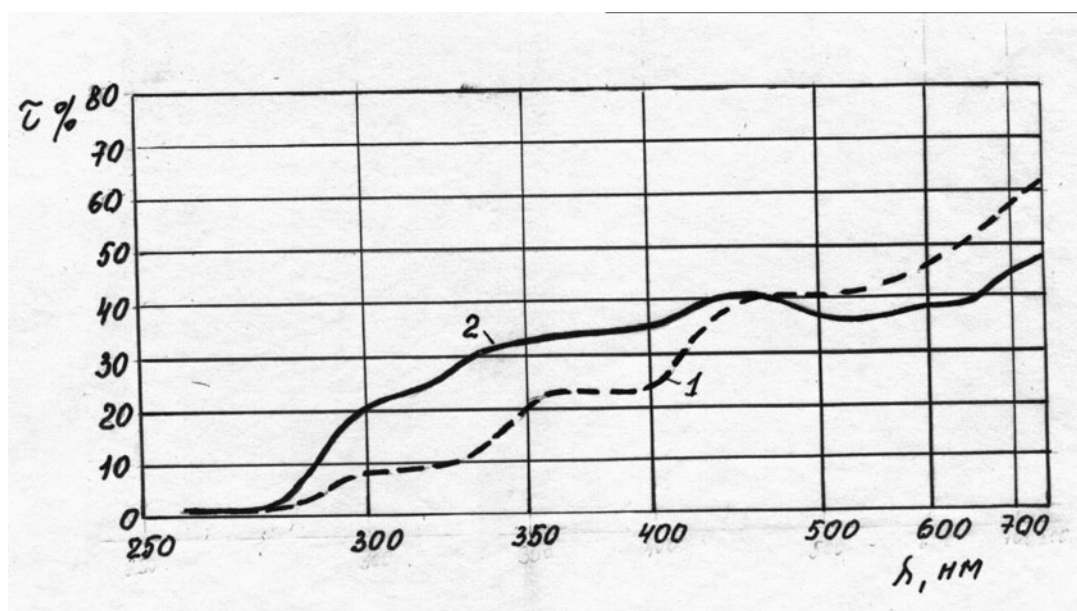


Рис. 3 Спектры оптического пропускания стержней сапфира, диаметром 4.5мм и длиной 100 мм. 1- образец без микродефектов, 2 – с микродефектами

3.1. НОВЫЕ ДИСПЕРСНОУПРОЧНЕННЫЕ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ Cu – Al С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ. ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА

С. А. Пульнев¹⁾, К.В. Бетехтин¹⁾, Е. Л. Гюлиханданов²⁾, С. П. Никаноров¹⁾

¹⁾ Физико – технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт – Петербург

²⁾ Санкт – Петербургский государственный технический университет

E – mail: pulnev @ mail.ru, тел. (812) 541–36–74, факс: (812) 247–89–24

Многообразие прикладных задач и все более широкое применение в технике и медицине требует расширения комплекса свойств сплавов с памятью формы. Однако возможности изменения свойств путем легирования практически исчерпаны.

Цель данной работы - создание новых дисперсноупрочненных монокристаллических материалов, обладающих эффектом памяти формы, путем введения в матрицу сплава дисперсных частиц окисной фазы для управления комплексом свойств памяти формы. На первой стадии выращивались многокомпонентные монокристаллические сплавы на основе систем Cu – Al – (Ni, Mn), легированные Zr и Hf, обладающие эффектом памяти формы и псевдоупругостью. На второй стадии проводили отжиг сплавов в газовых средах, содержащих кислород, который приводит к диффузионному насыщению кислородом, протекающему по механизму внутреннего окисления с образованием дисперсных частиц ZrO₂ и HfO₂.

Результаты. Методами просвечивающей электронной микроскопии и малоуглового рентгеновского рассеяния установлено, что средний размер окисных частиц составляет 30 - 50 нм при содержании окисной фазы до 1 об.%. Проведен анализ кинетики процесса внутреннего окисления и определена проницаемость кислорода в сплавах Cu – Al – (Ni, Mn). Показано влияние дисперсных частиц на весь комплекс свойств памяти формы монокристаллических сплавов. Выявлена роль дисперсных частиц окисной фазы в формировании эффекта обратимой памяти формы, которая сводится к созданию условий наиболее полной двухсторонней обратимости мартенситных реакций за счет изменения морфологии и кристаллической структуры мартенситных кристаллов, а также ориентированного зарождения мартенсита при отсутствии внешних напряжений. Определено изменение характеристических температур мартенситных превращений после внутреннего окисления, которые изменяются до 20 градусов в зависимости от глубины внутреннеокисленного слоя для сплава Cu – Al – Mn – Hf– рис. 1.

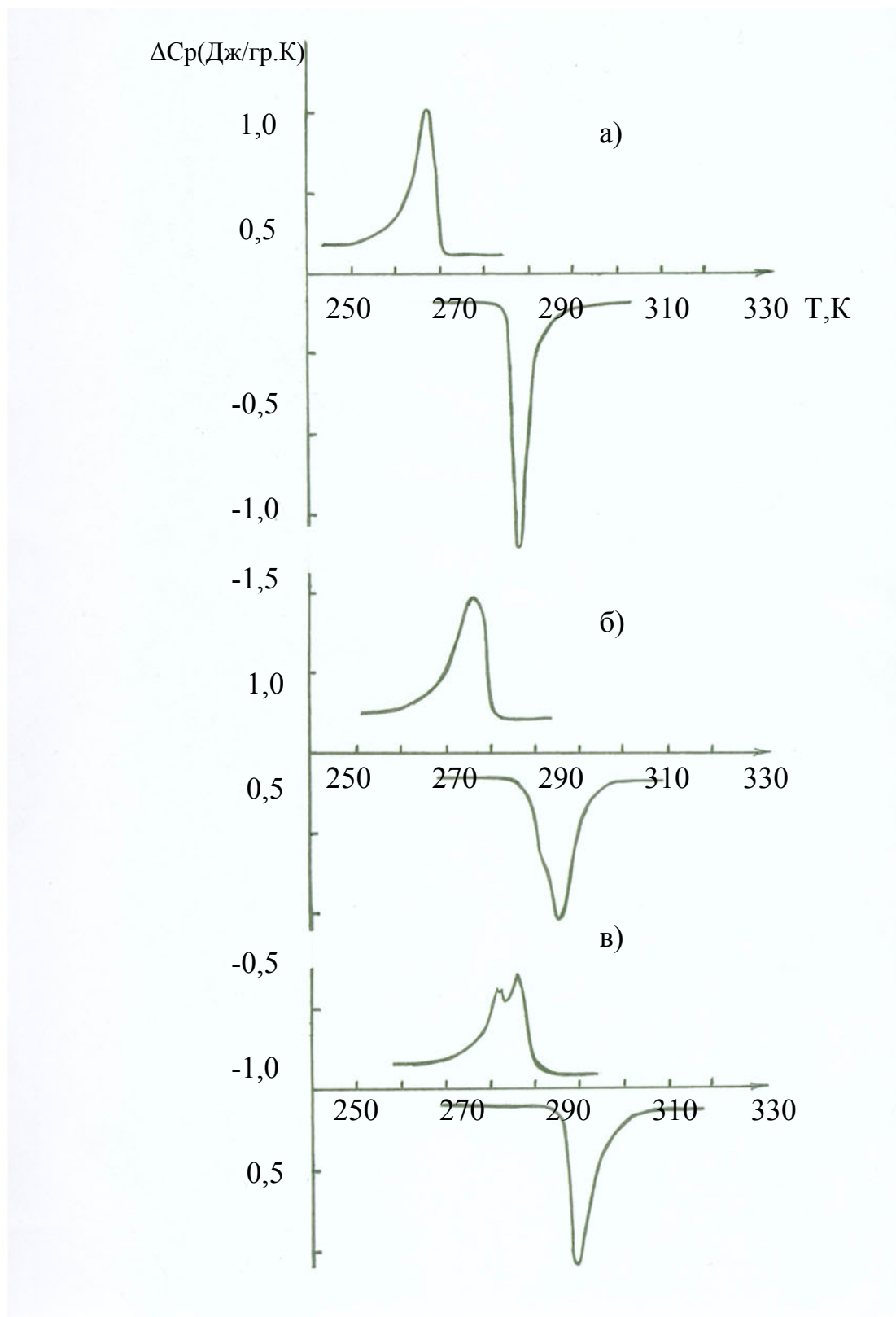


Рис. 1 ДСК кривые: а) исходный сплав Cu – Al – Mn – Hf;
 б) сплав Cu – Al – Mn – Hf после внутреннего окисления 0,25 диаметра образца;
 в) сплав Cu – Al – Mn – Hf после внутреннего окисления 0,5 диаметра образца.

3.2. ФОРМИРОВАНИЕ РЕГУЛЯРНЫХ ДОМЕННЫХ СТРУКТУР В КРИСТАЛЛАХ LiNbO_3 ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ МЕТОДОМ СТЕПАНОВА

Редькин Б.С.¹, Иржак Д.В.², Рощупкин Д.В.²

¹*Институт физики твердого тела РАН,*

²*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, ^{1,2}*

142432 Черноголовка, Московская область, Россия

В последние годы бурное развитие телекоммуникационных сетей требует увеличения скорости обработки и передачи информации. С этой целью создаются акустоэлектронные устройства на поверхностных и объемных акустических волнах, которые работают в гигагерцовом диапазоне частот. Одним из путей создания высокочастотных акустоэлектронных устройств является использование регулярных доменных структур (РДС) в сегнетоэлектрических кристаллах LiNbO_3 , которые позволяют при приложении внешнего электрического поля за счет обратного пьезоэлектрического эффекта возбуждать акустические волны [1]. Причем длина акустической волны равна ширине двух доменов. Более того, РДС могут быть использованы в качестве акустических волноводов, отражающих и преломляющих структур [2].

Профилированные кристаллы ниобата лития выращивали из конгруэнтного расплава с различными легирующими примесями. Для получения периодического распределения примеси в LiNbO_3 , которое и является ответственным за формирования РДС, проводили модуляцию скорости роста. Это достигалось периодическим изменением высоты мениска вверх-вниз на 50-200 мкм при постоянной скорости вытягивания. Размер доменов и их периодичность задавали изменением частоты колебания высоты мениска. Таким образом были получены сегнетоэлектрические домены шириной до 2 мкм.

РДС в кристалле LiNbO_3 были исследованы методами высокоразрешающей рентгеновской топографии и рентгеновской дифрактометрии в схеме двухкристального рентгеновского дифрактометра. Показано, что соседние домены обладают разным рентгенотопографическим контрастом, связанным с противоположными направлениями полярных осей в них. Полученные результаты продемонстрировали высокое совершенство полученных регулярных доменных структур: строгое сохранение периода доменных структур и отсутствие искажений доменных стенок.

[1] Roshchupkin D.V., Fournier Th., Brunel M., Plotitsyna O.A., Sorokin N.G., *Appl. Phys. Lett.* (1992) **60** 2330-2331.

[2] Roshchupkin D.V., Brunel M., *IEEE Trans. Son. Ultrason.* (1994) **41** 512-517.

3.3. ТЕПЛОВЫЕ ПРОЦЕССЫ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВБЛИЗИ ФРОНТА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА

Горюшин Г.А.,

ГП ВНИИТВЧ, Санкт-Петербург

Тел.: (812) 594-81-31; факс: (812) 594-81-27

Выращивание кристаллов из расплава определяется тепловыми процессами, происходящими вблизи фронта кристаллизации. Важной задачей исследований является получение данных о распределении температуры в этой области. Механизм распространения тепла из расплава через тонкий слой жидкости, в котором отсутствует перемешивание, к растущему кристаллу является диффузионным. При определенных допущениях можно установить взаимосвязь перегрева расплава (ΔT_2) и величины переохлаждения (ΔT_1), необходимой для кристаллизации:

$$\Delta T_2 = K \frac{V_0 \cdot B}{V_{\text{охл}} \cdot \delta} \cdot \Delta T_1$$

где: δ - толщина диффузионного слоя,

V_0 - скорость выращивания кристалла,

$V_{\text{охл}}$ - скорость охлаждения кристалла,

$B < 1$ - коэффициент, характеризующий количество теплоты кристаллизации, отведённое в кристалл,

K - некоторая постоянная величина, зависящая от соотношения удельной теплоты кристаллизации и теплоёмкости расплава

Оценка отношения $\Delta T_2 / \Delta T_1$ для кремния и германия показала, что эти величины должны отличаться не менее чем на два порядка.

Выделение теплоты кристаллизации при росте кристалла является процессом периодическим. При этом часть тепла отводится в растущий кристалл, а другая часть - в расплав. Скорости тепловых потоков существенно отличаются. Это положение является основой предлагаемой для рассмотрения тепловой модели роста кристаллов из расплава. На основе предлагаемой модели анализируются причины возникновения полос роста и влияние параметров процесса на колебание мгновенной скорости кристаллизации. Полученные результаты позволяют дать практические рекомендации по изменению параметров процесса при выращивании кристаллов различной ориентации.

3.4. ЭПИТАКСИАЛЬНЫЙ РОСТ СЛОЕВ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ Al(Ga,In)N НА САМООГРАНЯЮЩИХСЯ САПФИРОВЫХ ЛЕНТАХ, ВЫРАЩЕННЫХ ПО СПОСОБУ СТЕПАНОВА

Николаев В.И., Тимашов Р.Б., Бахолдин С.И., Крымов В.М.

ФТИ им. А.Ф.Иоффе, 26, Политехническая ул., Санкт-Петербург, 194021

e-mail: nikolaev.v@mail.ioffe.ru, тел. (812) 2479157

Подложки из сапфира, несмотря на явное несоответствие параметров кристаллических решеток и коэффициентов теплового расширения α -Al₂O₃ и GaN, так прочно вошли в технологию производства эпитаксиальных приборов на основе нитрида галлия, что едва ли представляется возможным качественный прорыв здесь путем замены подложечного кристалла, хотя работы в этом направлении постоянно ведутся. До сих пор кристаллы сапфира для этой цели выращивались из расплава вытягиванием по методу Чохральского в направлении оси [0001]. Из выращенных кристаллов вырезаются пластины, которые затем ограняют путем шлифовки и полировки. Естественно стоимость таких подложек оказывается высока (около 100 долларов США за стандартную 2-х дюймовую пластину). Для экспериментального роста часто не требуется однородности поверхности на столь большой площади, пластины ломают на части перед загрузкой в реактор. Как правило, для профилированных кристаллов явление огранения носит, нежелательный характер, так как при этом форма кристалла отклоняется от задаваемой формообразователем. Поэтому на практике огранение кристаллов стараются уменьшить за счет выбора соответствующих тепловых условий выращивания. С другой стороны, это явление, как мы показали [1], может быть эффективно использовано для получения кристаллов с ограненными поверхностями, если форма кристалла хотя бы частично соответствует его габитусу. Для лейкосапфира такой случай реализуется при выращивании лент с базисной ориентацией боковых поверхностей. Высокая точность ориентирования кристалла-затравки по отношению к формообразователю позволяет вывести естественную грань вдоль широкой стенки формообразователя, получив, таким образом, идеально ограненные плоские кристаллы. Такие ленты в качестве подложки для эпитаксии представляют безусловный интерес, поскольку не требуют дорогостоящей механической обработки. В работе показано, что, выращенные групповым методом по способу Степанова (EFG), базисноограненные лейкосапфировые пластины сечением 10 x 2 мм² без всякой дополнительной обработки пригодны для экспериментального эпитаксиального роста полупроводниковых нитридов. На их поверхности методом газотранспортной эпитаксии, близким к [2], получены слои AlN, GaN, InN и их твердых растворов. Образцы представляются

интересными для физических исследований этих нитридов и развития технологии их роста. На рис.1-3 приведен пример такого слоя и его свойств.

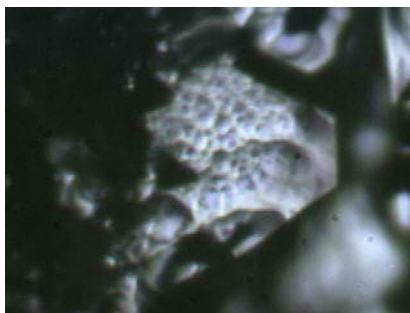


Рис.1 Микроструктура ($150 \times 150 \mu\text{m}^2$) слоя AlGaN выращенного на сапфировой ленте.

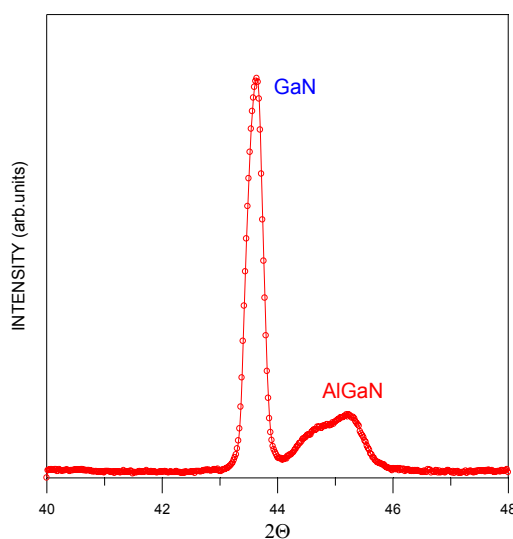


Рис.2 Спектр(θ - 2θ) рентгеновской дифракции K_α Мо эпитаксиального слоя AlGaN выращенного на базисноограненной сапфировой ленте.

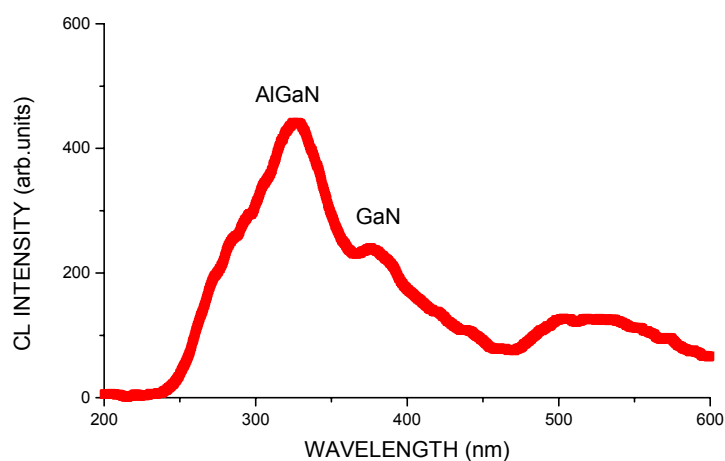


Рис.3 Спектр катодолуминесценции слоя AlGaN при $T=100\text{K}$

1. П.И.Антонов, С.И.Бахолдин, В.М.Крымов, А.В.Москалев, В.И.Николаев Поверхность N10, 21-27 (2001)
2. M.Callahan, M.Harris, M.Suscavage, D.Bliss, J.Bailey MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 4,10 (1999)

3.5. УПРАВЛЕНИЕ ПРОФИЛЕМ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ Si:Ge ПО МЕТОДУ ЧОХРАЛЬСКОГО

Н.В. Абросимов^{1,2}, В.Н. Курлов², С.Н. Россоленко², Х. Риман¹

¹ *Институт роста кристаллов, 12489 Берлин, Германия*

² *Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черноголовка, Россия*

Монокристаллы твердого раствора Si:Ge находят в настоящее время применение в качестве монохроматоров рентгеновского, гамма и нейтронного излучения. При этом наибольший интерес представляют градиентные кристаллы, т.е. когда концентрация компонентов монотонно меняется по длине кристалла, в результате чего монотонно меняется его параметр решетки. Подбор градиента в случае использования Si:Ge кристалла для монохроматизации синхротронного излучения (Рис. 1) позволяет компенсировать расхожимость падающего луча, обеспечивая выполнение условия брэгговского отражения для одной и той же длины волны излучения на всей поверхности монохроматора, что дает многократное увеличение потока излучения при высокой степени монохроматичности (Рис. 2).

Рассматриваются различные варианты управления составом кристаллов в процессе роста: пассивное управление, когда используется естественное перераспределение компонентов за счет сегрегации, и активное управление, когда расплав в процессе роста подпитывается одним из компонентов. Пассивное управление профилем состава реализовано при выращивании кристаллов с кремниевой стороны фазовой диаграммы Si:Ge. В этом случае величиной градиента можно управлять выбором формы и размеров растущего кристалла. Например, выращивание кристаллов с уменьшающимся по заданному закону диаметром кристалла (Рис. 3а) позволяет получать постоянный градиент на значительной длине (Рис. 3б). Максимальный градиент 1.4 ат%Ge / см при сохранении качества кристалла был достигнут на длине 30 мм.

При выращивании кристаллов с германиевой стороны фазовой диаграммы используется подпитка расплава кремнием, чтобы компенсировать его потерю в расплаве в процессе роста, т.к. коэффициент распределения Si в германии $k > 1$. Введение кремния в расплав осуществляется растворением калиброванных стержней Si, расположенных по периметру тигля. Программное управление процессом выращивания позволяет плавно менять количество вводимого кремния, обеспечивая постоянство параметров кристалла по его длине. Были получены кристаллы $\text{Ge}_{1-x}\text{Si}_x$ диаметром 35 мм с постоянной концентрацией Si до 2,5 ат % на длине 80-100 мм.

Рис. 1 Монокристалл $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ диаметром 40 мм и монокроматоры для синхротронного излучения на базе градиентного кристалла. Размер монокроматоров – 30х30 мм.

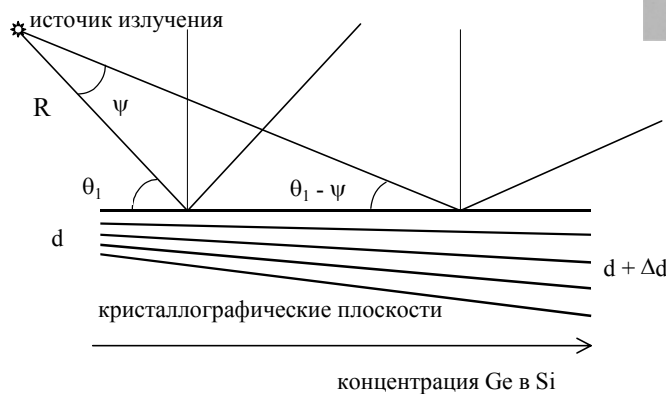
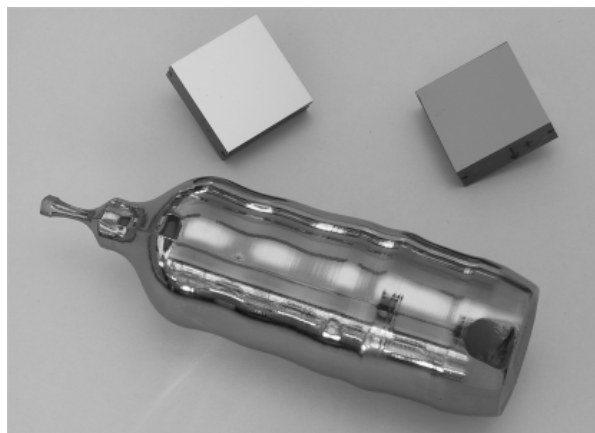
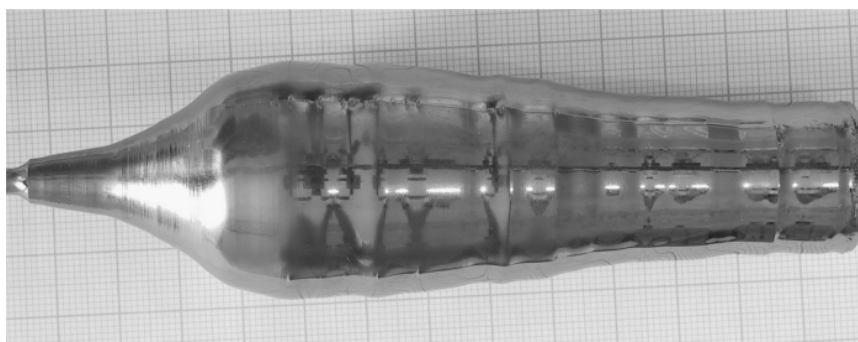


Рис. 2 Принцип работы монокроматора на базе градиентного кристалла.

Формула Брэгга для градиентного кристалла $2d(1 + \Delta d/d) \sin(\theta - \alpha) = \lambda$

Оптимальный градиент: $G_{\text{опт}} = (\Delta d/d)/L = \cos\theta/R$

a)
 $\langle 100 \rangle$
←



б)

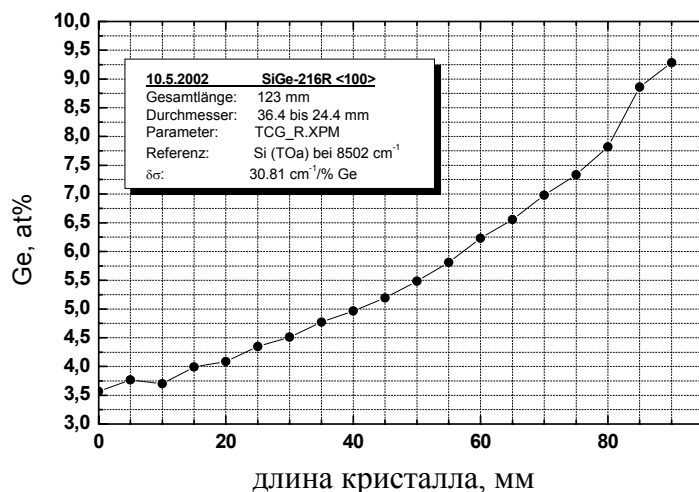


Рис. 3 Градиентный кристалл $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ с изменяющимся сечением по длине, выращенный из расплава с 7 ат%Ge (а), и соответствующее распределение Ge по длине кристалла (б).

3.6. ПОЛУЧЕНИЕ МОДУЛИРОВАННЫХ СТРУКТУР $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$ РАЗЛИЧНЫМИ ВАРИАНТАМИ МЕТОДА СТЕПАНОВА

В.Н. Курлов, С.В. Беленко

Институт физики твердого тела РАН, 142432 Черноголовка, Россия

E-mail: kurlov@issp.ac.ru; Тел.: (095)5764254; Факс: (096)5249701

На основе вариантов способа Степанова разработаны методики выращивания профилированных кристаллов сапфира с модулированными структурами переменного состава $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$.

Модифицированным методом выращивания кристаллов из элемента формы (рис. 1) получены периодические структуры $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$ с периодом 5-200 мкм и разницей в концентрации Ti^{3+} , составляющей несколько порядков. Разработанные методики позволяют получать регулярные структуры различных типов: менять период в процессе выращивания кристаллов; осуществлять переход от периодических структур к однородно легированным или нелегированным участкам кристалла; управлять характером распределения примеси в структуре; изменять соотношение слоев различных составов в периоде.

Модифицированным методом Степанова/EFG впервые получены волокна сапфира с легированной титаном центральной частью, рис. 2. Установлены оптимальные режимы выращивания волокон сапфира переменного состава без газовых и твердофазных включений. Исследован характер распределения включений в зависимости от степени переохлаждения на фронте кристаллизации. В результате проведенного анализа распределения примеси в выращенных волокнах установлена зависимость размера переходного участка между легированной и нелегированной областями от скорости вытягивания кристаллов.

Модифицированными методами некапиллярного формообразования NCS и Степанова/EFG выращены профилированные кристаллы в виде лент (рис. 3), стержней и труб с различными вариантами пространственных структур переменного состава $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$.

С целью контроля тепловых условий на фронте кристаллизации для получения требуемого распределения примеси в выращиваемом кристалле и предотвращения образования газовых и твердофазных включений в объеме кристалла в процессе выращивания кристаллов сапфира с модулированными структурами переменного состава применялась автоматизированная система управления с использованием датчика веса.

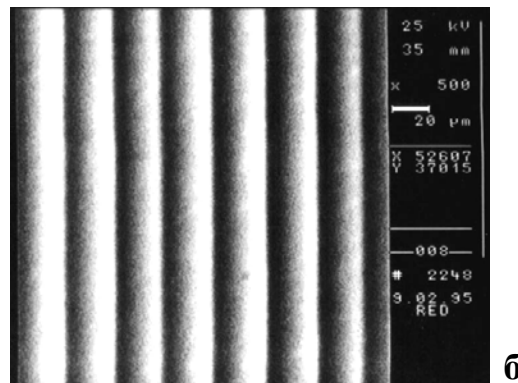
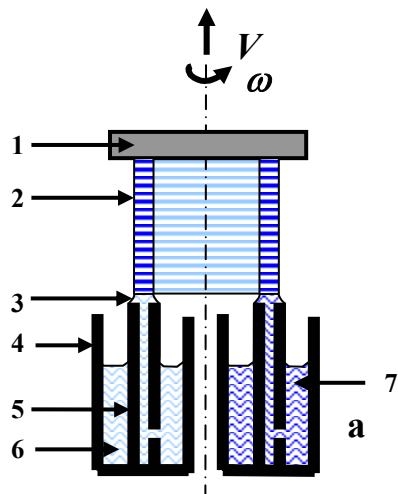


Рис. 1. Получение периодических структур GES методом. (а) Схема выращивания: 1 – затравка; 2 – кристалл с периодической структурой; 3 – мениск; 4 – тигель; 5 – формообразователь; 6 – нелегированный расплав; 7 – легированный расплав. (б) Периодическая структура $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$.

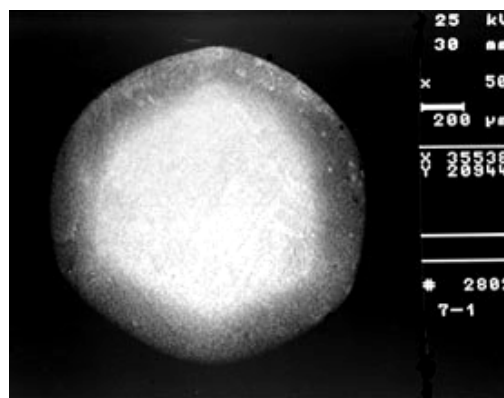
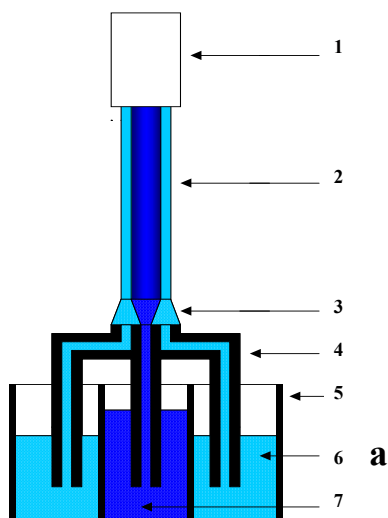


Рис. 2. (а) Схема выращивания волокон сапфира с легированной Ti^{3+} центральной частью: 1 – сапфировая затравка; 2 – волокно с легированной сердцевиной; 3 – мениск; 4 – формообразователь; 5 – тигель; 6 – нелегированный расплав; 7 – легированный расплав. (б) Поперечное сечение волокна $Al_2O_3 - Al_2O_3:Ti^{3+}$.

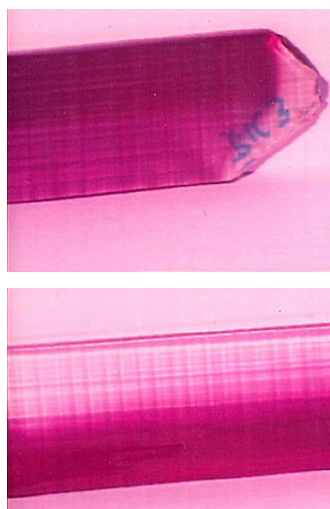
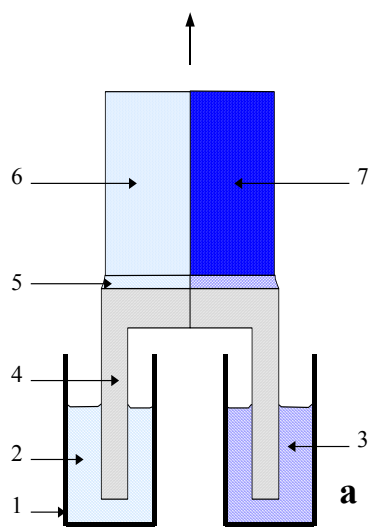


Рис. 3. (а) Схема получения ленты с переменным по ширине ленты составом легирующей примеси: 1 – тигель; 2, 3 – расплавы различного состава; 4 – формообразователь; 5 – мениск; 6, 7 – участки ленты с различным содержанием примеси. (б) Сапфировые ленты с переменным по ширине составом Ti^{3+} .

3.7. ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ПОЛЯ В ТРУБАХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ РАСПЛАВА МЕТОДОМ ЛОКАЛЬНОГО ФОРМООБРАЗОВАНИЯ

Д. Н. Борисенко, В. А. Бородин, А. В. Жданов, Л. П. Николаева

142432, п. Черноголовка, Институт физики твердого тела РАН

Рассчитываются температурные поля в трубах в процессе их роста из расплава по способу локального формообразования. В рассматриваемой модели учитывается радиационный теплообмен внутри трубы при условии диффузно-серой поверхности. Поставленная задача решалась численно методом конечных элементов. Результаты расчетов представлены в виде поверхностей, построенных над разверткой срединной поверхности трубы. Исследуется распределение температуры в зависимости от скорости вращения трубы ω , скорости вытягивания V_0 и др. Полученные результаты являются основой для определения термоупругих напряжений и для оптимизации тепловой зоны с целью их уменьшения.

Математически задача может быть сведена к решению совместной системы уравнения теплопроводности и интегрального уравнения, связывающего плотность потока результирующего q излучения с температурой T поверхности

$$\frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \gamma_1 \frac{\partial^2 T}{\partial \varphi^2} - \gamma_2 \frac{\partial T}{\partial z} - \gamma_3 \frac{\partial T}{\partial \varphi} - \gamma_4 T^4 = F(\theta, q)$$

$$T(z, \varphi) \big|_{z=0} = T_1(\varphi), \quad T(z, \varphi) \big|_{z=l} = T_2(\varphi), \quad T(z, \varphi + 2\pi) = T(z, \varphi) \quad 0 < \xi < l, \quad 0 < \psi < 2\pi$$

$$q(z, \varphi) - (1 - \varepsilon) \iint_S q(\xi, \psi) K(z, \varphi, \xi, \psi) d\xi d\psi = \sigma \varepsilon \left(T^4(z, \varphi) - \iint_S T^4(z, \varphi, \xi, \psi) K(z, \varphi, \xi, \psi) d\xi d\psi \right)$$

$$K(z, \varphi, \xi, \psi) = \frac{1}{4\pi R} \left(1 + \left(\frac{z - \xi}{R} \right)^2 \cdot \frac{1}{2(1 - \cos(\varphi - \psi))} \right)^{-2}, \quad F(\theta, q) = \frac{2 \cdot R_1 \cdot q(z, \varphi)}{k_s (R_2^2 - R_1^2)} - \gamma_4 \cdot \theta^4$$

$$\gamma_1 = 2 \cdot \frac{l^2 \cdot \ln \frac{R_2}{R_1}}{R_2^2 - R_1^2}; \quad \gamma_2 = c_{ps} \rho_s l \frac{V_0}{k_s}; \quad \gamma_3 = c_{ps} \rho_s l^2 \frac{\omega}{k_s}; \quad \gamma_4 = \frac{2R_2 \cdot \varepsilon \cdot \sigma}{k_s (R_2^2 - R_1^2)}.$$

Через $\vartheta(z, \varphi)$ обозначена температура внешней среды внутри трубы, ε – степень черноты материала поверхности, σ – постоянная Стефана – Больцмана, k_s – коэффициент теплопроводности, h_s – коэффициент теплоотдачи, c_{ps} – теплоемкость, ρ_s – плотность l – длина трубы, R_1 и R_2 – внутренний и наружный радиусы трубы.

Найдено, что величина зоны повышенной температуры в направлении оси вращения составляет приблизительно 2,5 см, причем уменьшается при увеличении скорости вращения до 0,5 см и практически не изменяется при дальнейшем увеличении скорости вращения. Практически не наблюдается зависимости величины зоны повышенной температуры в направлении оси вращения от скорости вытягивания трубы, хотя в целом тепловое поле меняется, но это становится заметным только при скоростях $V \sim 100 \cdot V_0$. Зона повышенной температуры оказывается смещенной в направлении вращения трубы.

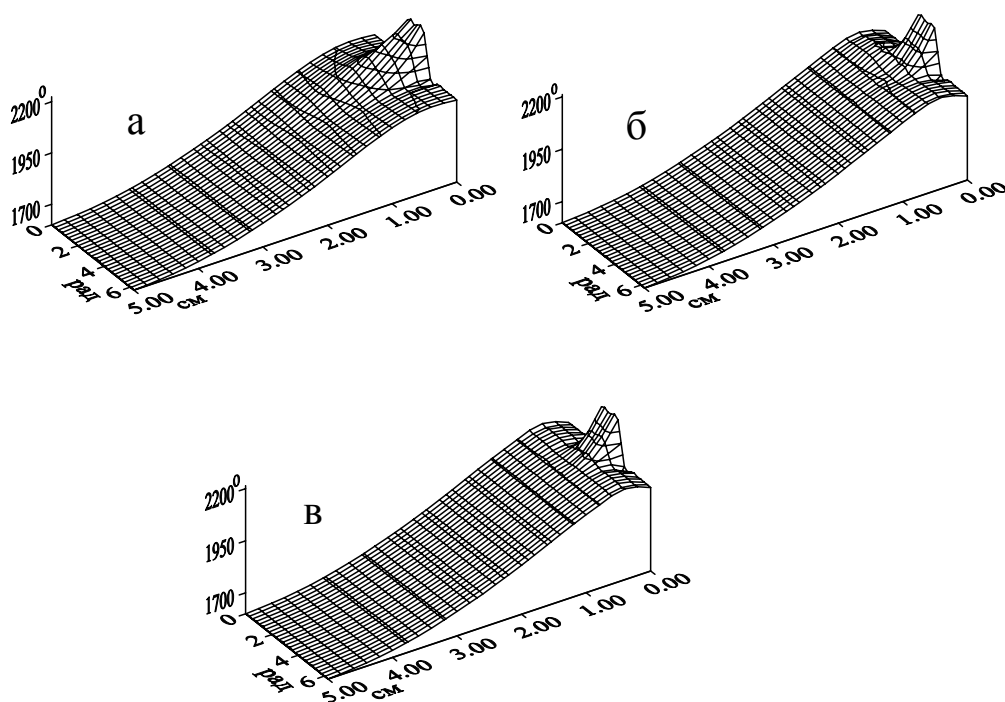


Рис. 1. Зависимость температуры T от скорости вращения ω а) $\omega = 4,02 \text{ мин}^{-1}$; б) $\omega = 40,2 \text{ мин}^{-1}$; в) $\omega = 402 \text{ мин}^{-1}$.

3.8. ВЫРАЩИВАНИЕ СЛОЖНЫХ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ЛЕЙКОСАПФИРА СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

П.И.Антонов, В.М.Крымов, А.В.Москалев

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: v.krymov@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

Способ Степанова дает уникальные возможности получения разнообразных, сложных монокристаллических изделий из лейкосапфира. В работе приведены примеры таких изделий и рассмотрены особенности их выращивания.

1. Изделие с переменными радиусами кривизны разного знака в поперечном сечении, выращенное на одном формообразователе - фото вверху. Размер поперечного сечения звездообразной трубки 20 мм., радиусы кривизны внутреннего сечения 0.5 мм и 1.5 мм другого знака. Наибольшая трудность состояла в получении внутреннего участка профиля с малым радиусом кривизны 0,5 мм. Так как радиус кривизны значительно меньше капиллярной постоянной, то для предотвращения 'заплывания' внутреннего отверстия необходимо вести кристаллизацию при очень малой высоте мениска, одинаковой во всех внутренних углах. Постоянство поперечного сечения по всей длине профиля было достигнуто за счет использования разработанного телевизионно-компьютерного измерителя поперечного размера кристалла.

2. Изделие с разной формой поперечного сечения, выращенное последовательно на двух формообразователях - фото внизу (с зеркальным видом заднего торца).

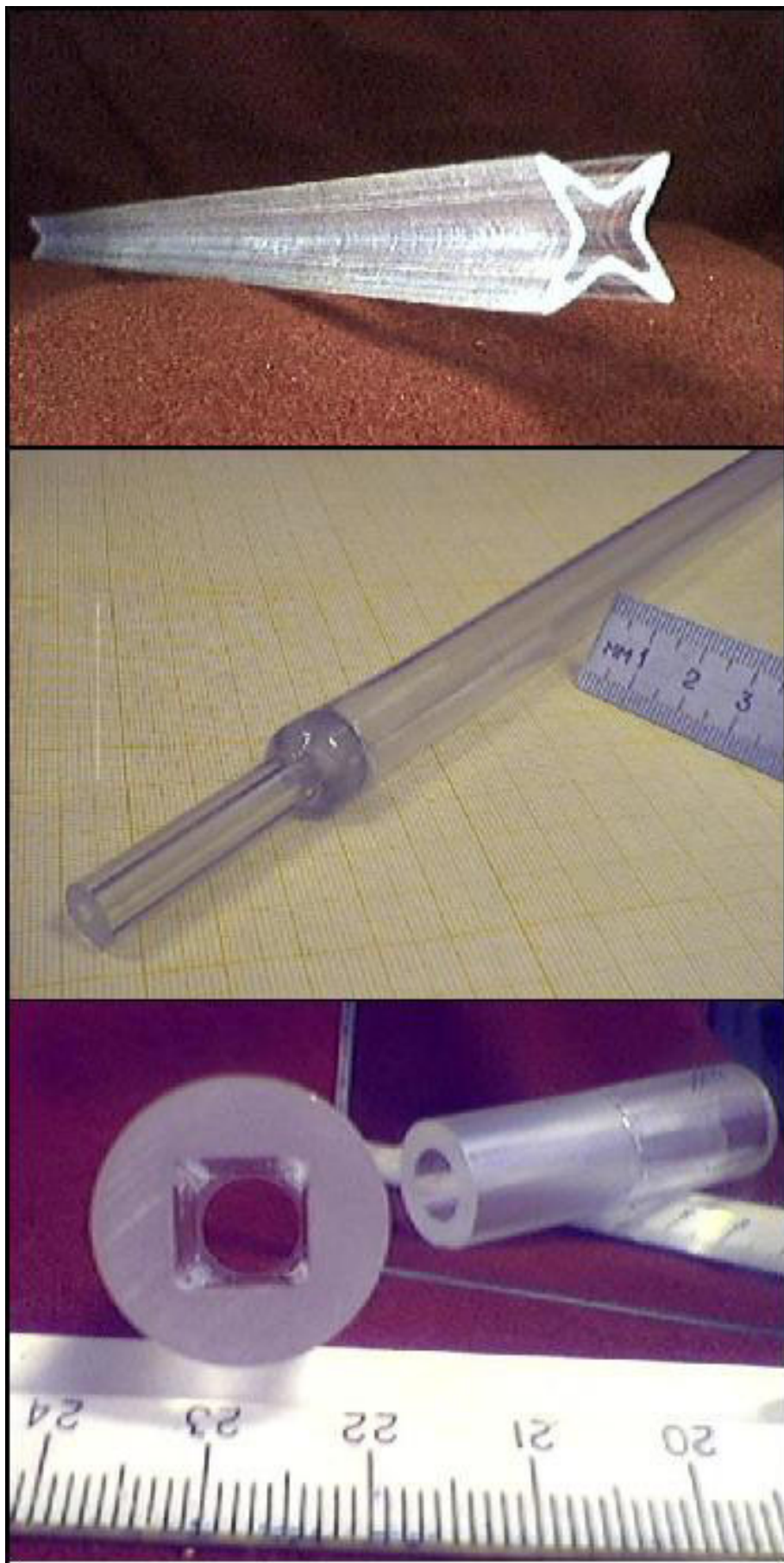
Труба $\varnothing 18$ мм с переходом круглого внутреннего сечения $\varnothing 10$ мм на квадрат 8×8 мм. Так как указанные размеры отверстий перекрывают друг друга, то выращивание из одного вариационного формообразователя невозможно.

3. Изделие с разным размером поперечного сечения, выращенное последовательно на трех формообразователях - среднее фото.

Реализован переход с трубы $\varnothing 8 \times \varnothing 4$ мм. на трубу $\varnothing 15 \times \varnothing 12$ мм. с конусным расширением стыковочного участка. Использована минимальная механическая обработка внутреннего отверстия средней части. Основной трудностью при получении данного изделия был подбор температурных условий кристаллизации, обеспечивающих отсутствие термонапряжений в переходной области.

Случаи 2 и 3 – дальнейшее развитие варианта способа Степанова, ранее предложенного в [1].

1.В.А.Бородин и др. А.С. SU 1251592 СЗОВ 15/34 от 31.07.84



3.9. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ ВАРИАЦИЙ МОЩНОСТИ НАГРЕВАТЕЛЯ В ПРОЦЕССЕ РОСТА ПРОФИЛИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ САПФИРА.

П.И. Антонов, С.И. Бахолдин, В.М.Крымов, Л.Л. Куандыков, А.В. Москалев.

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

e-mail: lev@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

Продолжение работ, начатых в [1] по исследованию прибавок мощности ΔW нагревателя при выращивании профилированных кристаллов выявило их четкую корреляцию с формой кристалла, размерами и условиями роста. Экспериментально установлено, что на величину ΔW влияют следующие факторы:

1. Скорость выращивания. При увеличении скорости (рис.1) ΔW уменьшается, что связано с увеличением концентрации газовых включений в кристалле [2].
2. Площадь поперечного сечения кристалла. Величина ΔW при росте массивных лент в 3 раза выше чем у тонких с близкой площадью боковой поверхности (рис.2).
3. Качество боковой поверхности кристалла. При росте кристаллов с гладкой поверхностью ΔW больше по сравнению с шероховатой (рис.3).
4. Площадь боковой поверхности кристалла. Установлено что при выращивании труб площадь боковой поверхности влияет на величину ΔW сильнее чем площадь сечения.
5. Размер затравки. При затравлении на кристалл того же сечения, что и выращиваемый, прибавки мощности практически отсутствуют.

Ранее в работах [3-4] рассматривалась величина ΔW для метода Чохральского. В [5] на основе моделирования процессов теплообмена при выращивании трубчатых кристаллов сапфира показано, что изменение ΔW связано с радиационным переносом тепла вдоль кристалла [6]. В данной работе на основе этих представлений предложена простая и наглядная модель, объясняющая экспериментально наблюдаемые зависимости. Основным фактором, определяющим ΔW , является изменение теплоотвода от торца формообразователя в растущий кристалл. Излучение от формообразователя захватывается в кристалл как в волновод. И вместо того, что бы отразиться от экранов и вернуться обратно (даже частично), излучение по кристаллу уходит из тепловой зоны. И эти тепловые потери необходимо компенсировать повышением мощности нагревателя.

1. А.В.Москалев, С.И.Бахолдин, В.М.Крымов, Л.Л.Куандыков, П.И.Антонов, Тезисы IX Национальной конференции по росту кристаллов, Москва 16-20 октября, 2000г, стр.192.
2. В.А.Иванцов, П.И.Антонов, Изв. Акад. Наук Сер. Физ. 58(9) (1994) 81-86.
3. С.Ф. Бурачас, Б.Л. Тимман, Кристаллография 35 (1990) 181.
4. С.Ф. Бурачас, Б.Л. Тимман, С.К. Бондаренко и др., Кристаллография 39 (1994) 544.
5. М.Г.Васильев, В.С.Юфеев, Изв. Акад. Наук Сер. Физ. 63 (9) (1999) 1798
6. V.S. Yuferev, M.G. Vasil'ev, J. Crystal Growth 180 (1997) 551.

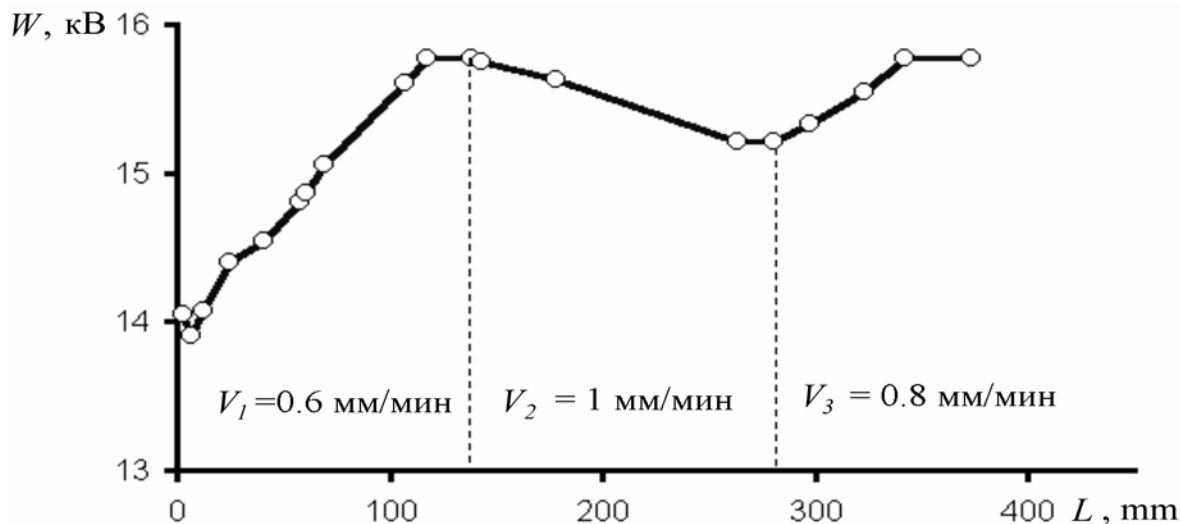


Рис. 1. Зависимость мощности нагрева W от длины L сапфирового стержня $\varnothing 4.6$ мм при различной скорости вытягивания $V_{1,2,3}$.

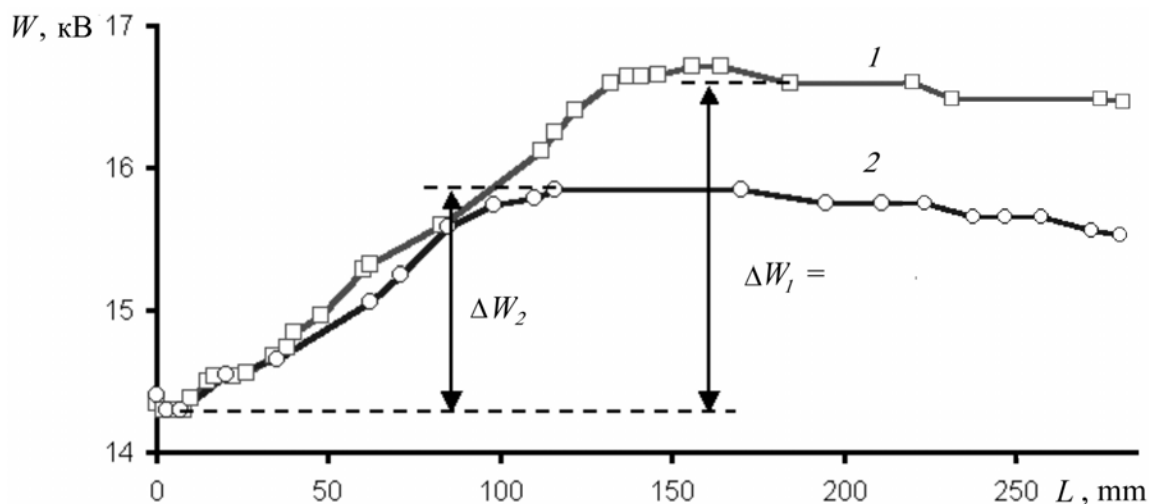
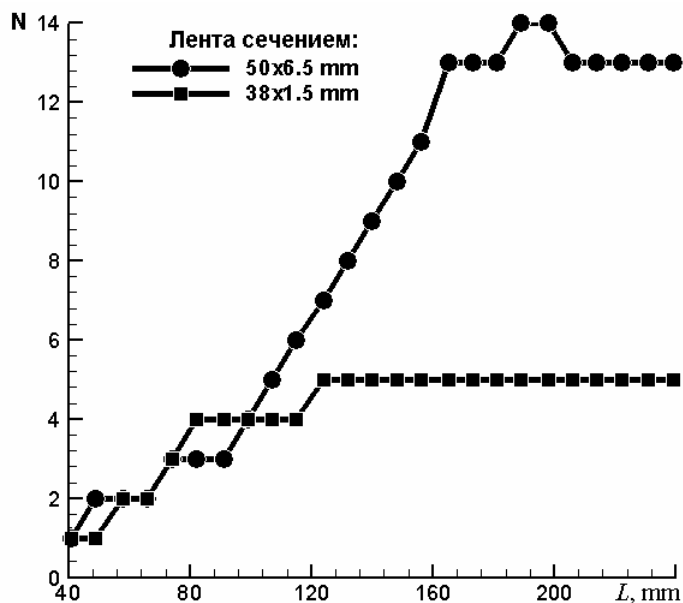


Рис. 2. Зависимость мощности нагрева W от длины L сапфирового стержня $\varnothing 4.6$ мм с разным качеством поверхности. 1 – гладкая, как стекло после полировки, 2 – шероховатость ~ 0.1 мм

Рис.2 . Зависимость условных делений пирометра N визированного на нагреватель от длины L сапфировой ленты

сечением 50x6.5 мм и 38x1.5 мм. Исключена область разрачивания $L < 40$ мм



4.1 а. ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ПРОФИЛИРОВАННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ Al СПЛАВОВ И КОМПОЗИЦИЙ НА ИХ ОСНОВЕ.

В.В.Пеллер

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: V.Peller@mail.ioffe.ru; тел.: (812)247-91-15; факс: (812)247-53-33.

Всесторонне обсуждаются вопросы рациональных сфер использования получаемых способом Степанова профилированных изделий на основе Al сплавов. Анализ проводится на основе результатов прикладных исследований и разработок технологии получения указанных профилей на укрупненных опытных установках. Такие изделия широко использовались для различных целей, и в отдельных случаях осуществлялось их мелкосерийное производство.

В таблице указаны основные направления использования изделий.

1) Важнейшим направлением использования профилей является теплоэнергетика, включая теплообменную аппаратуру. Целесообразность этого направления связана с возможностью получения турбулизирующих элементов и высоких удельных поверхностей теплообмена при использовании Al сплавов с высокой теплопроводностью.

К этому направлению можно отнести: солнечную теплоэнергетику (водо- и воздухомонагреватели, холодильные установки и др.); плоскотрубчатые и круглотрубчатые теплообменники; холодильную и морозильную технику; системы отопления и вентиляции, автономные источники электро-, тепло- и хладоснабжения; композиционные гибкие нагревательные элементы; различные радиаторы и др.

2) Элементы двигательных систем, организующих движение транспорта и потоков газовых и жидких сред (лопасти ветроустановок, аппаратов воздушного охлаждения, мачты парусных судов и др.).

3) Изделия различного конструкционного назначения (полые панели с перегородками для строительства, фермы, корпуса, кожухи, различные конструкционные элементы и детали).

4) Отдельно следует выделить изделия для автомобильной техники (конструкционные, в том числе композиционные, элементы кузова, изделия цилиндро-поршневой группы, теплообменная аппаратура).

5) Изделия декоративного, смешанного декоративно-конструкционного назначения (изделия и элементы для мебели; облицовочные плиты, светильники и др.).

б) Выявившееся в последнее время направление - заготовки лигатур двух-, трех- и более компонентных Al сплавов.

Многие из перечисленных направлений использования апробированы с положительными результатами.

Можно констатировать целесообразность использования получаемых способом Степанова изделий в большинстве областей техники и отраслей.

Таблица. Направление использования профилей и потребляющие отрасли.

Направления использования	Потребляющие отрасли
Теплообменная аппаратура	Химическая и нефтеперерабатывающая промышленности, энергетика, металлургия, электротехника, все виды транспорта, сельское хозяйство
Элементы двигательных систем	Ветроэнергетика, судостроение, химия, металлургия
Изделия конструкционного назначения	Машиностроение, строительство, транспорт
Изделия для автомобильной техники	Автомобилестроение
Изделия декоративного и декоративно-конструкционного назначений	Легкая, мебельная промышленности, строительство, приборостроение
Лигатурные заготовки	Металлургия, литейное производство

4.1 б. СТРАТЕГИЯ СОЗДАНИЯ ПРОМЫШЛЕННОГО ПРОИЗВОДСТВА АІ ПРОФИЛЕЙ СПОСОБОМ СТЕПАНОВА

В.В.Пеллер

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: V.Peller@mail.ioffe.ru; тел.: (812)247-91-15; факс: (812)247-53-33.

В связи с актуальностью внедрения технологии получения способом Степанова профилированных АІ изделий рассматривается стратегия создания такого промышленного производства. В настоящее время на укрупненных опытно-промышленных установках в ФТИ фактически осуществляется мелкосерийное изготовление АІ профилей. Несмотря на это, технологию их изготовления нельзя считать промышленной, т.к. она не соответствует этому по ряду составляющих (характер производства, стабильность и воспроизводимость качества, экономика и т.п.). Анализ показывает, что для обеспечения промышленной технологии необходимо выполнить ряд условий и мер, основные из которых изложены в таблице. Необходимо, чтобы производство профилей имело промышленный характер. Производительность оборудования (на единицу основных фондов или объема зданий) должна быть соизмерима с показателями по альтернативным технологиям (деформационным). Необходимо принять ряд мер по существующему повышению стабильности и воспроизводимости качественных параметров изделий. В этом случае может быть сделан важный шаг в направлении снижения доли искусства оператора в получаемых результатах и повышения доли технических и технологических факторов.

Только в случае выполнения комплекса мер по созданию промышленной технологии может быть осуществимо конкурентноспособное промышленное производство профилированных АІ изделий.

При этом приоритет в ассортименте изделий должен отдаваться тем из них, которые не могут быть получены альтернативными методами.

Таблица. Меры по созданию промышленной технологии.

Направление действий	Конкретные меры
1. Промышленный характер производства	а) непрерывный график работы; б) приточно-вытяжная вентиляция для компенсации тепловыделений
2. Повышение производительности оборудования	а) установки вытягивания, обеспечивающие получение профилей длиной >4 м; б) переход на установки непрерывного действия; в) более эффективные системы охлаждения кристаллизуемых профилей и хладагенты; г) сведение к минимуму вспомогательных операций при вытягивании; д) групповое вытягивание; е) централизованная плавка сплавов; ж) создание необходимого запаса формообразователей
3. Повышение технологичности	а) вибрации для затекания расплава в щели формообразователей; б) совершенствование очистки формообразователей
4. Повышение качества изделий, стабильности процесса и качества	а) очистка расплава в процессе; б) снижение разброса температур расплава (перемешивание и др.); в) оптимизация конструкции печей по электронагреву; г) повышение жесткости системы вытягивания; д) повышение стабильности электродвигателей системы вытягивания; е) совершенствование системы автоматизации
5. Снижение удельных трудозатрат и себестоимости продукции	а) более стойкие материалы формообразователей и тиглей; б) удешевление сырья; в) обслуживание одним оператором 2-х установок вытягивания
6. Организационные меры	а) в ассортименте профильной продукции отдавать предпочтение изделиям, которые не могут изготавливаться альтернативными методами, а также имеющим высокую металлоемкость (более 4 кг/пог.м); б) оптимизация сырьевой базы; в) обучение кадров

4.1 б. СОСТОЯНИЕ И ПЕРСПЕКТИВЫ СЫРЬЕВОЙ БАЗЫ ПРОИЗВОДСТВА АЛЮМИНИЕВОЙ ПРОДУКЦИИ

Ю.А. Лайнер¹, В.В.Пеллер²

¹ *Институт металлургии и материаловедения им. Байкова РАН, г. Москва*

² *Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург.*

E-mail: V.Peller@mail.ioffe.ru; тел.: (812)247-91-15; факс: (812)247-53-33.

Рассматриваются вопросы сырьевой базы производства первичного алюминия, а также профилированных изделий из Al сплавов, получаемых из расплавов.

Основная часть первичного Al получается методом электролиза. В настоящее время производство первичного Al в России обеспечивается отечественным глиноземом лишь на 45%. В то же время имеются запасы алюминиевого сырья, сосредоточенные в 59 месторождениях, в том числе в семи крупных (бокситы, нефелины и др.). Однако большинство месторождений бокситов отличается от зарубежных относительно низким качеством, залеганием на больших глубинах.

В связи с изложенным актуальна задача использования новых эффективных технологий извлечения Al из сырья. Применительно к высококремнистому сырью в ИМЕТ РАН развивается новое научное направление в области комплексной его переработки. Проведенные исследования послужили основой для создания кислотных и щелочно-кислотных способов, которые позволяют в начале технологического процесса провести селективное выделение кремнезема и тем самым сократить материальные потоки, отказаться от использования щелочи. Получаемый хлорид алюминия может быть направлен на получение металлического Al электролизом.

При получении Al профилей способом Степанова состав исходного сырья (Al исходного материала) оказывает существенное влияние на качество изделий и их стоимость. Исходя из практического опыта и анализа полученных результатов, приемлемыми вариантами исходного материала для деформируемых сплавов следует считать: а) отлитые на машине непрерывного литья столбы алюминиевого сплава; б) пресс-остатки соответствующих сплавов от процессов экструзии. При приемлемом качестве получаемых профилей эти Al полупродукты дешевле, чем используемые в настоящее время прессованные прутки сплавов.

В перспективе наиболее целесообразным для литейных Al сплавов и, по-видимому, для большинства деформируемых сплавов может быть использование расплавленного Al непосредственно из электролизеров. При этом получение соответствующих сплавов обеспечивается путем легирования расплавов требуемыми элементами или лигатурами. Работа по такой схеме позволит существенно снизить энергетические и другие затраты.

4.2. ПРИМЕНЕНИЕ САПФИРОВЫХ ТРУБЧАТЫХ ИЗДЕЛИЙ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ РАДИАЦИОННЫХ ПОЛЕЙ И ХИМИЧЕСКИ АГРЕССИВНЫХ СРЕД

Б.Е. Бураков

*Лаборатория Прикладной Минералогии и Радиогеохимии,
Радиевый институт им. В.Г. Хлопина, С. Петербург, 194021, 28, 2-ой Муринский пр-кт,
факс/тел: 346-112-29, e-mail: burakov@riand.spb.su*

В настоящее время в России, Франции, Японии и других странах проводятся интенсивные исследования по синтезу особо устойчивых (химически, механически и радиационно) керамических материалов для иммобилизации высокорadioактивных отходов (ВАО). Необходимым условием пригодности керамического материала является гомогенное распределение радионуклидов в кристаллических решетках «фаз-носителей» в форме твердого раствора, а также отсутствие собственных фаз радионуклидов в матрице керамики. Обоснование пригодности того или иного керамического материала для иммобилизации ВАО требует также проведения детальных исследований монокристаллов индивидуальных «фаз-носителей», допированных реальными радионуклидами. Данные работы связаны со следующими трудностями:

- синтез монокристаллов осуществляется методом флюса (раствора в расплаве) при температуре 1000-1300°C и часто требует визуального наблюдения;
- применение трубчатых камер из кварцевого стекла возможно только для некоторых слабо летучих флюсов и полностью исключено для фторидных составов;
- кварцевое стекло крайне недолговечно, т.к. быстро темнеет в условиях мощного гамма-излучения и разрушается под воздействием альфа-частиц;
- отработанные материалы из кварцевого стекла после экспериментов не поддаются химической дезактивации и создают большой объем радиоактивных отходов.

Применение сапфировых трубчатых изделий открывает новые перспективы для синтеза высокорadioактивных монокристаллов. Прозрачность корунда в сочетании с термической и коррозионной стойкостью позволяет проводить длительные (до 10-14 дней и более) и визуально контролируемые эксперименты по выращиванию кристаллов с применением самых разных флюсовых составов и в условиях мощного гамма- или альфа-облучения (без потемнения или механического разрушения). Сапфировые камеры сравнительно легко дезактивируются и сохраняют прозрачность даже после многократного использования.

ЭТАЛОННЫЕ МЕРЫ ТЕПЛОВОГО РАСШИРЕНИЯ ИЗ ПРОФИЛИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ЛЕЙКОСАПФИРА

Т.А.Компан¹, А.С.Коренев¹, А.Я.Лукин¹,
П.И.Антонов², В.М.Крымов², А.В.Москалев²

¹ВНИИМ им Д.И.Менделеева

² Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: v.krymov@mail.ioffe.ru; тел.(812) 247-93-07; факс.(812) 247-89-24

По совокупности свойств, монокристаллический оксид алюминия (лейкосапфир) является универсальным материалом для изготовления эталонных мер теплового расширения. Для относительных dilatометров, используемых для измерений в области высоких температур, необходимы эталонные меры из лейкосапфира, ориентированные таким образом, что значение температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) было близким к значению ТКЛР поликристаллического материала. То есть требуются стержни, геометрическая ось которых строго ориентирована под углом 59° к кристаллографической оси C , с точностью отклонения $1-2^\circ$. Изготовление таких стержней из объемных кристаллов лейкосапфира сложно как по причине трудоемкой механической обработки, так и сложной рентгеновской ориентации слитка.

В настоящей работе для изготовления образцовых 59 -градусных мер из лейкосапфира был применен способ Степанова, причем необходимая точность ориентации обеспечивалась на стадии выращивания кристаллов без применения рентгеновского оборудования. Кристаллы выращивались в виде стержней, диаметром 6 мм и длиной до 400 мм, которые затем разрезались на заготовки нужной длины. Высокое постоянство поперечных размеров кристаллов позволили минимизировать обработку боковой поверхности кристаллов и полировать лишь торцы образцов. Рост кристаллов проводился в вакуумной камере в атмосфере аргона в тепловой зоне с резистивным графитовым нагревателем. Тигель и формообразователь были изготовлены из молибдена. Скорость выращивания составляла $1,5$ мм/мин.

Необходимая высокая точность кристаллографической ориентации выращиваемых кристаллов была достигнута за счет использования специально выращенных затравочных кристаллов, с участками естественных ростовых базисных граней, которые являлись точным репером направления оптической оси. Лазерная юстировка затравки по ее ростовой базисной грани производилась непосредственно в ростовой камере относительно вытягивающего штока, который задает геометрическую поверхность кристаллов. Таким приемом удалось повысить точность кристаллографической ориентации выращиваемых кристаллов до 10 угловых минут.

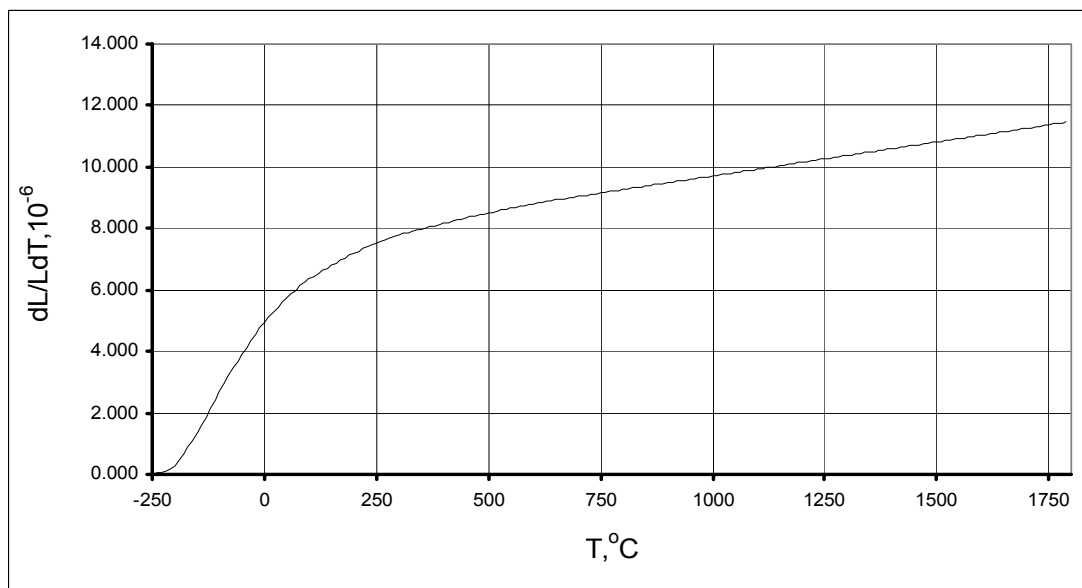
Метрологическая часть работы, выполненная во ВНИИМ им. Д.И.Менделеева подробно изложена в [1]. На рис.1 и в таблице приведены данные измерений ТКЛР полученных образцовых мер.

Таким образом, в результате проведенных исследований в существующую поверочную практику внедрены меры из нового референтного материала - монокристаллического оксида алюминия (лейкосапфира) с ориентацией оси образца относительно тригональной оси кристаллической решетки 59° . Меры оптимизированы для проверки высокотемпературных dilatометров с кинематической системой из поликристаллического корунда. Успешное создание конкурентоспособных мер стало возможным благодаря применению метода роста профилированных монокристаллов лейкосапфира и улучшенной методики ориентации затравочного кристалла.

1 Т.А.Компан, А.С.Коренев, А.Я.Лукин, П.И.Антонов, В.М.Крымов, А.В.Москалев.

Эталонные меры теплового расширения из монокристаллического оксида алюминия для широкого диапазона температур.//Измерительная техника, 1999, №8, С.38-42

Рис.1 Зависимость дифференциального ТКЛР для образца из монокристаллического оксида алюминия, ориентированного в направлении 59° к тригональной оси кристаллической решетки от температуры.



Точные значения относительного удлинения и дифференциального ТКЛР от температуры

Темпе- ратура, °C	Относитель- ное удлинение $dL/L \cdot 10^6$	Дифференци- альный ТКЛР, $\alpha = dL/LdT \cdot 10^6$ K^{-1}		Темпера- тура, °C	Относитель- ное удлинение $dL/L \cdot 10^6$	Дифференци- альный ТКЛР, $\alpha = dL/LdT \cdot 10^6$ K^{-1}
-180	-622,162	0,283		300	1887,723	7,752
-100	-492,952	2,795		400	2684,375	8,159
0	-99,998	4,911		500	3516,39	8,470
20	0	5,234		800	6172,19	9,217
100	464,467	6,279		1000	8062,719	9,686
200	1139,9	7,166		1500	13185,68	10,806

4.4. ТЕЛЕВИЗИОННО-КОМПЬЮТЕРНАЯ СИСТЕМА ИЗМЕРЕНИЯ ПОПЕРЕЧНОГО РАЗМЕРА ПРОФИЛИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ ЛЕЙКОСАПФИРА В ПРОЦЕССЕ ВЫРАЩИВАНИЯ.

С.И.Бахолдин, В.М.Крымов, А.В.Москалев

Физико-технический институт им. А.Ф.Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: v.krymov@mail.ioffe.ru; тел.: (812) 247-93-07; факс (812) 247-89-24

При выращивании профилированных кристаллов лейкосапфира в режиме визуального наблюдения оператору трудно поддерживать постоянство поперечного размера растущего кристалла, так как приходится ориентироваться на вертикальность боковой линии кристалла, а не на высоту жидкого мениска из-за ее малости (0.1-0.3 мм).

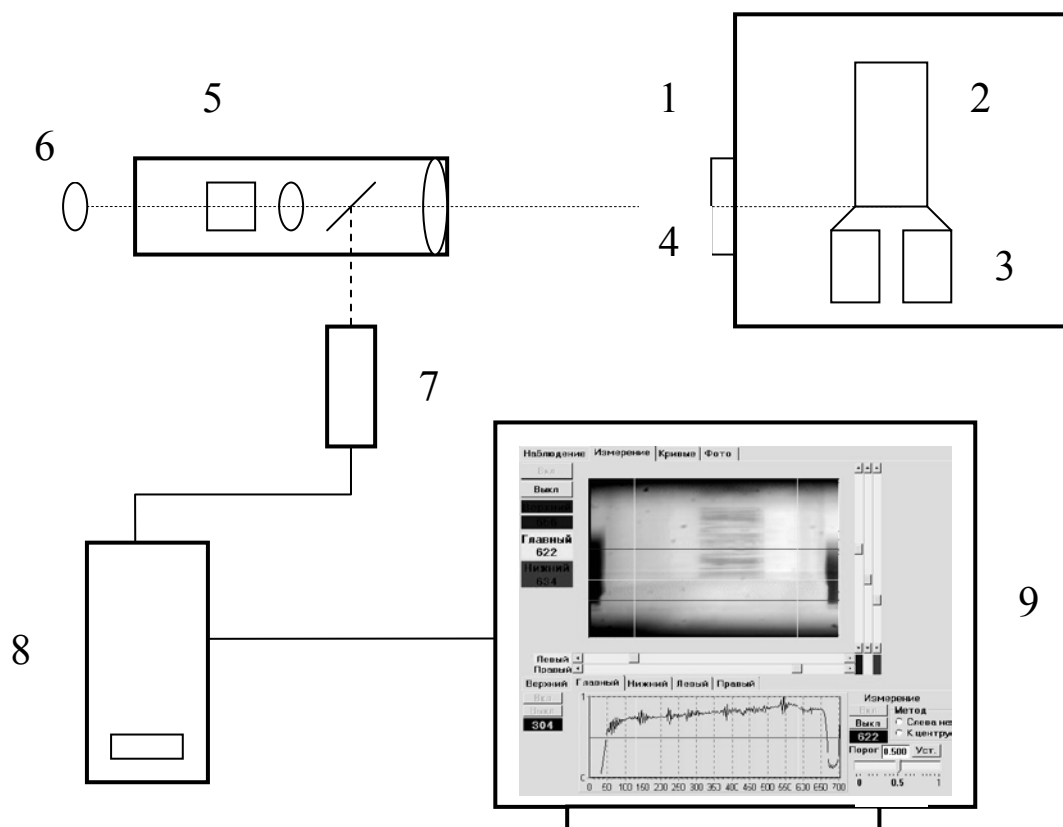
В данной работе описывается простая и достаточно эффективная система телевизионно-компьютерного измерения поперечного размера выращиваемого кристалла. Оптическая система наблюдения построена на базе катетометра В-630 (рис. 1). С помощью дополнительно встроенной светоделительной призмы изображение выводится на телекамеру UV-600ВН с разрешением 600 ТВЛ. При этом сохраняется возможность визуального наблюдения через оптическую систему катетометра. Телевизионный сигнал поступает непосредственно в компьютер через видеокарту с видеовходом.

Разработана оригинальная программа измерения, оформленная в виде стандартного приложения Windows. Окно приложения оформлено как многостраничный блокнот.

С периодичностью 5 секунд один кадр изображения копируется во временный файл, который и используется для дальнейшего анализа и измерения размеров. Размер растущего кристалла определяется относительно заранее известного размера формообразователя. Результаты отображаются в цифровом виде и в виде графиков в реальном масштабе времени. Используются алгоритмы сглаживания данных. Это позволяет непрерывно регистрировать как поперечный размер, так и тенденции его изменения, что значительно облегчает управление процессом. Программа позволяет также наблюдать изображение выращиваемого кристалла на экране монитора и сохранять отдельные кадры в памяти компьютера.

На рис.2. приведены графики измерения диаметров формообразователя и кристалла от времени процесса выращивания. Предел разрешения измерителя ограничен используемой в телекамере ПЗС- матрицей и составляет примерно 0,015мм. Из графика видно, что реальная погрешность измерения поперечного размера формообразователя составила 0,03 мм, а кристалла -0,05мм., т.е. определяется не

разрешением используемой ПЗС матрицы (600 ТВЛ), а нестабильностью оптического изображения, связанную с вибрацией и конвекцией газа в камере.



1

Рис.1 Оптическая схема телевизионно-компьютерного измерителя

1-ростовая камера, 2-выращиваемый кристалл, 3-формообразователь, 4-смотровое окно, 5-оптическая труба катетометра В-630, с дополнительной светоделительной призмой, 6-визуальное наблюдение, 7-телекамера UV-600ВН, 8-персональный компьютер с видеовходом, 9-монитор

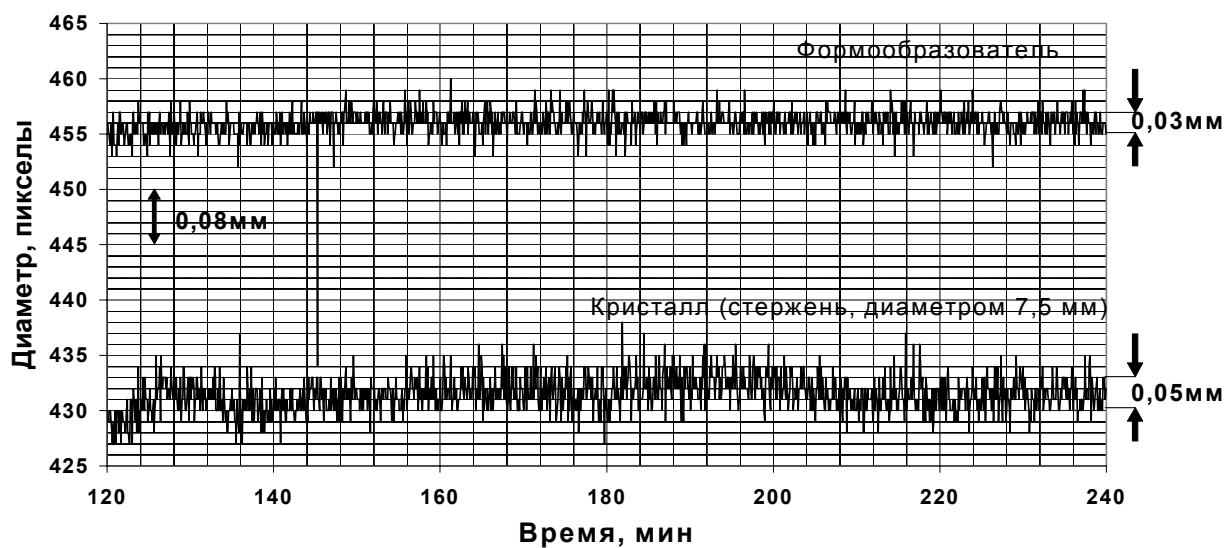


Рис.2 Измерение диаметров формообразователя и кристалла в процессе выращивания.

4.5. СИНТЕЗ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ИЗ РАСПЛАВА

А.В.Шкульков

*Научно-производственный комплекс МЕХАНОХИМ, Санкт-Петербург
ВНИИТВЧ имени В.П.Вологодина, Санкт-Петербург*

E-mail: crucible@mail.ru; тел. (812) 514-62-28; факс.: (812) 594-81-27

Вопросы получения и подготовки исходных материалов для роста кристаллов всегда являлись важным этапом технологического цикла получения монокристаллов. Особенно возрастают требования к этому этапу технологии при промышленном масштабе производства, поскольку необходимо обеспечить высокую воспроизводимость качества кристаллов. Классическим примером комплексного подхода может служить производство полупроводниковых кристаллов в электронной промышленности, где, например, создано производство кремния с полным циклом подготовки исходного сырья до получения поликристаллических заготовок.

Совершенно иная ситуация сложилась в производстве лейкосапфира, иттрий-алюминиевого граната и некоторых других оксидных кристаллов: выйдя из лабораторий в промышленность, производства оказались без сырьевого обеспечения. Фактически, решение проблемы сырья оказалось делом производителей кристаллов. Традиционный путь решения задачи - использование отходов кристаллов от метода Вернейля.

Принципиальное решение сырьевого вопроса на промышленном уровне для методов роста объемных кристаллов (методы ГОИ, ГНК, Степанова) было найдено примерно в те же годы, когда были разработаны названные методы роста: в начале 70-х годов - это синтез поликристаллических блоков оксидных материалов высокой чистоты методом индукционной гарнисажной плавки (ИГП) из порошков оксидов. Однако, в те годы идея не прижилась, поскольку объем производства был невелик требования к качеству кристаллов не высоки.

Ситуация изменилась в начале 90-х годов. Производители кристаллов, в первую очередь, сапфира вновь столкнулись с проблемой сырья. Наилучшим вариантом решения проблемы сырья для сапфира было признано использование поликристаллических блоков корунда, синтезируемых Mill чистого оксида алюминия. Новое решение было разработано и предложено "Научно-производственным комплексом МЕХАНОХИМ" - производителем кристаллических блоков корунда и других материалов для роста кристаллов.

Существует традиционное мнение об ИГЛ как о не загрязняющем методе плавки. Этой традиции придерживается и автор, с той лишь оговоркой, что это утверждение приобретает силу относительного, когда речь заходит о плавке материалов высокой химической чистоты. Исследования состава примесей в материалах такого качества до и после плавки указывают на повышение содержания примесей металлов, из которых изготовлены холодные тигли, в частности, меди. Изучение условий ИГЛ чистых материалов и отработка технологии позволили снизить загрязнение медью в 5-10 раз по сравнению с традиционной плавкой. В табл. I приведен состав примесей исходного оксида алюминия (оксид алюминия фирмы CONDEA Vista Company - Ceralox Division, U.S.A.) и синтезированного корунда после традиционной ИГЛ в медном холодном тигле. В таблицах 2 и 3 приведены результаты анализа исходных компонентов и продуктов ИГЛ в медных тиглях по усовершенствованной технологии.

Таким образом, технология ИГЛ позволяет получить поликристаллические блоки или гранулы оксидных материалов для роста объемных кристаллов и сохранить высокую химическую чистоту исходных компонентов. Загрязнение медью не превышает $1.0 \cdot 10^{-4}$ мас. %.

Таблица 1

Содержание примесей в исходном оксиде алюминия и в корунде после синтеза ИГЛ в медном холодном тигле по традиционной технологии

Материалы	Примесные элементы, 10^{-4} мас.%,							
	Na	Mg	Si	Ti	Mn	Fe	Ni	Cu
Исходный Al_2O_3	9,0	5,8	8,0	2,3	4,0	10,0	4,0	4,0
Синтезированный корунд	Отсут.	1,2	10,0	3,0	5,0	6,0	5,0	10,0

Таблица 2

Состав примесей в разных партиях исходного оксида алюминия и в корунде, синтезированном Ш11 в медном холодном тигле по новой технологии.

№ партии	Материал	Элементы, 10^{-4} , мас.%							
		Na	Mg	Si	Ti	Mn	Fe	Ni	Cu
1	Исходный	1	0,2	1	1	3	1	2,9	0,1
	Корунд	1	0,1	3	-	3,5	1	2,6	1,0
3	Исходный	-	5	3	3,5	2,5	1	3	-
	Корунд	-	5	3	2,0	2,5	1	4	-
7	Исходный	1	3	1	3,7	3,6	3	1,4	3
	Корунд	1	-	1	4,2	3,4	4	1,8	4

Таблица 3

Состав примесей в исходной шихте, в блоке, синтезированном ИГЛ в медном холодном тигле, и в монокристалле ниобата лития.

Исследованный материал	Примесные элементы, 10^{-4} , мас.%								
	Mg	Al	Si	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe
Исходная шихта	1	1	10	5	2	1	1	0,2	5
Низ блока	3	1	10	5	2	1	1	0,2	9
Середина блока	1	1	10	5	2	1	1	0,2	8
Верх блока	2	1	10	5	2	1	1	0,2	6
Кристалл $LiNbO_3$	3	1	10	5	2	1	1	0,2	10

Таблица 3 (продолжение)

Исследованный материал	Примесные элементы, 10^{-4} , мас.%							
	Co	Ni	Si	Zr	Mo	Sn	Pb	Bi
Исходная шихта	4	1	1	15	2	1	1	2
Низ блока	4	1	2	15	2	1	1	2
Середина блока	4	1	1	15	2	1	1	2
Верх блока	4	1	1	15	2	1	1	2
Кристалл $LiNbO_3$	4	1	2	15	2	1	1	2

4.6. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ МЕТОДА ПРЯМОГО ВЧ ПЛАВЛЕНИЯ В ХОЛОДНОМ ТИГЛЕ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ РАЗЛИЧНЫХ КЛАССОВ ОКСИДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Б.Т. Мелех, Ю.Н. Филин, В.И. Бахарев, И.В. Коркин, Н.Ф. Картенко

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

E-mail: Melekh@gvg.ioffe.rssi.ru; тел: (812) 247-93-93; факс: (812) 247-10-17

Метод прямого ВЧ плавления и направленной кристаллизации расплава в холодном тигле (ХТ) является фактически бестигельным методом выращивания оксидных монокристаллов. Он существенно отличается от методов Вернейля и оптической зоной плавки, в которых операция собственно роста является завершающей стадией технологического процесса.

Прямой объёмный индукционный нагрев расплава в ХТ и его перемешивание вихревыми токами, позволяют работать с большими объёмами расплавов и проводить как химический синтез, так и рост кристаллов в одну стадию, т. е. использовать преимущества тигельных методов.

При оптимальном сочетании электропроводности материала и параметров ВЧ генератора возможно достижение в ХТ температур расплава выше 3000°C в воздушной атмосфере. Направленная кристаллизация расплава (опусканием ХТ из створа индуктора) позволила впервые вырастить крупные монокристаллы стабилизированных диоксидов циркония, гафния (Осико с сотрудниками), монокристаллы ThO_2 (Гаррисон) и твёрдых растворов $\text{Ce}_{1-x}\text{Ln}_x\text{O}_{2-\delta}$, а так же кристаллы меньших размеров многих сложных тугоплавких оксидных соединений (см. таблицу).

Важной областью применения метода прямого ВЧ плавления в ХТ является компактирование тугоплавких оксидных материалов, таких как Al_2O_3 , Y_2O_3 и др. (Ю.Б. Петров с сотр.), что упрощает технологический цикл роста кристаллов методом Чохральского или Степанова из «горячих» (W – Mo, Ir) тиглей.

Значительные возможности открываются так же для утилизации радиоактивных отходов: остекловывание или переводение их в сложные тугоплавкие малорастворимые композиции.

С использованием метода прямого ВЧ плавления в ХТ авторами настоящей работы синтезированы плавленные кристаллические материалы с эффектом КМС $\text{Ln}_{1-x}\text{Me}^{\text{II}}_x\text{MnO}_3$ ($\text{Ln}=\text{La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu}$; $\text{Me}^{\text{II}}=\text{Ca, Sr, Ba}$) с величинами T_C , сравнимыми или превышающими значения для материалов, полученных по керамической технологии.

Таблица: Монокристаллы оксидных соединений

Простых			Сложных		
Состав	Размеры, мм	При меч.	Состав	Размеры, мм	При меч.
Cu_2O	10×10×10	A	$\text{Me}^{\text{II}}\text{TiO}_3$ ($\text{Me}^{\text{II}}=\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$)	Ø2-5, h 10	A
MgO	20×30×60	B	$\text{Ln}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ ($\text{Ln}=\text{Sc}, \text{Y}, \text{La-Tm}$)	5×3×1	F, A
$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{Sc}_2\text{O}_3, \text{Y}_2\text{O}_3$	Ø5, h 10	C	$\text{Me}^{\text{II}}\text{Zr}(\text{Hf}, \text{Ce})\text{O}_3$ ($\text{Me}^{\text{II}}=\text{Sr}, \text{Ba}$)	Ø1, h 8	A
TiO_2	Ø15-20, h 25	A	LnCrO_3 ($\text{Ln}=\text{Y}, \text{La}, \text{Ce}, \text{Er}$)	Ø1, h 10	A
$\text{ZrO}_2, \text{HfO}_2$, стаб. (8-50%) Me_xO_y $\text{Me}=\text{Mg}, \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Sc}, \text{Y}, \text{Ln}$	Ø20-70, h 70	C, F	$\text{Me}^{\text{II}}\text{WO}_4$ ($\text{Me}^{\text{II}}=\text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba}$)	Ø1-3, h 10	A
$\text{V}_2\text{O}_5, \text{Nb}_2\text{O}_5$	Ø2, h 15	A	$\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_{8+\delta}$	2×2×1	A
$\text{V}_2\text{O}_3, \text{VO}_2$	Ø5, h 10	D	LnMnO_3 ($\text{Ln}=\text{La}, \text{Pr-Eu}$)	Ø5-1, h 5-8	A
Ta_2O_5	1×5×10	A	$\text{SrMeO}_{3-\delta}$ ($\text{Me}=\text{Fe}, \text{Co}$)	Ø1-3, h 8-10	A
WO_3	Ø1, h 8	A	$\text{Ba}_6\text{Nb}_2\text{O}_{11}$	Ø3-5, h до 8	A
$\text{Fe}_3\text{O}_4, \text{CoO}$	10×10×10	E, A	$\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$	Ø0.8-1, h 7-10	A
$\text{Pr}_2\text{O}_3, \text{Nd}_2\text{O}_3$	3×10×30	A	Sr_3WO_6	Ø1-3, h 7	A
$\text{Gd}_2\text{O}_3, \text{Er}_2\text{O}_3$	3×5×5	C	$\text{BaZr}(\text{Hf}, \text{Ce})_{1-x}\text{Y}(\text{Gd})_x\text{O}_{3-\delta}$	Ø1, h 8	A
CeO_2 стаб. $\text{La}, \text{Sm}, \text{Gd}$	3×5×5	A			
ThO_2	5×3×1	D			

Кристаллы получены в работах: A – авторов, B – А.В. Шкулькова, Ю.Б. Петрова, C – В.В.Осико и сотр., D – Ю. Хонига, E – Г. Гаррисона, F – Е.Е. Ломоной и А.А. Захарова

Таким образом, применение метода прямого ВЧ плавления в ХТ позволило получить широкий класс перспективных функциональных материалов: монокристаллы супериоников по кислороду и водороду, Bi-ВТСП, материалы с КМС и др.

Работа частично поддержана РФФИ, проекты 00-03-32476; INTAS-99-00636, INTAS-00- 00728.

4.7. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПЛАЗМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ПРОФИЛИРОВАННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ МЕТОДАМИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ИЗ РАСПЛАВА

Алексеев С.В., ООО НПФ "Флагман", Санкт-Петербург,
e-mail:office@npf-flagman.inc.ru, тел./факс (812) 262 18 06;

Пеллер В.В.,
Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, РАН, Санкт-Петербург,
e-mail:v.peller@pop.ioffe.rssi.ru, тел. (812) 247 91 15, факс (812) 247 53 33.

В последнее время возросли потребности в профилированных изделиях из высоколегированных сплавов сложного состава и композиционных материалов на основе алюминия. Одним из наиболее перспективных методов получения таких изделий является способ Степанова.

Существующие технологии не всегда позволяют получение исходных материалов сложного состава таких как, многокомпонентные высоколегированные сплавы, лигатуры и дисперсноармированные композиционные материалы. Сложность изготовления подобных материалов связана с низкой растворимостью или высокой летучестью легирующих компонентов, плохой смачиваемостью, наличием адсорбированных газов и влаги и низкой температурой вводимых частиц. Указанные трудности могут быть устранены за счет использования плазменных струй инертных и активных газов для введения армирующих и легирующих компонентов в расплав исходного алюминия. Такие возможности и механизмы были установлены в ходе экспериментов, проведенных НПФ "Флагман".

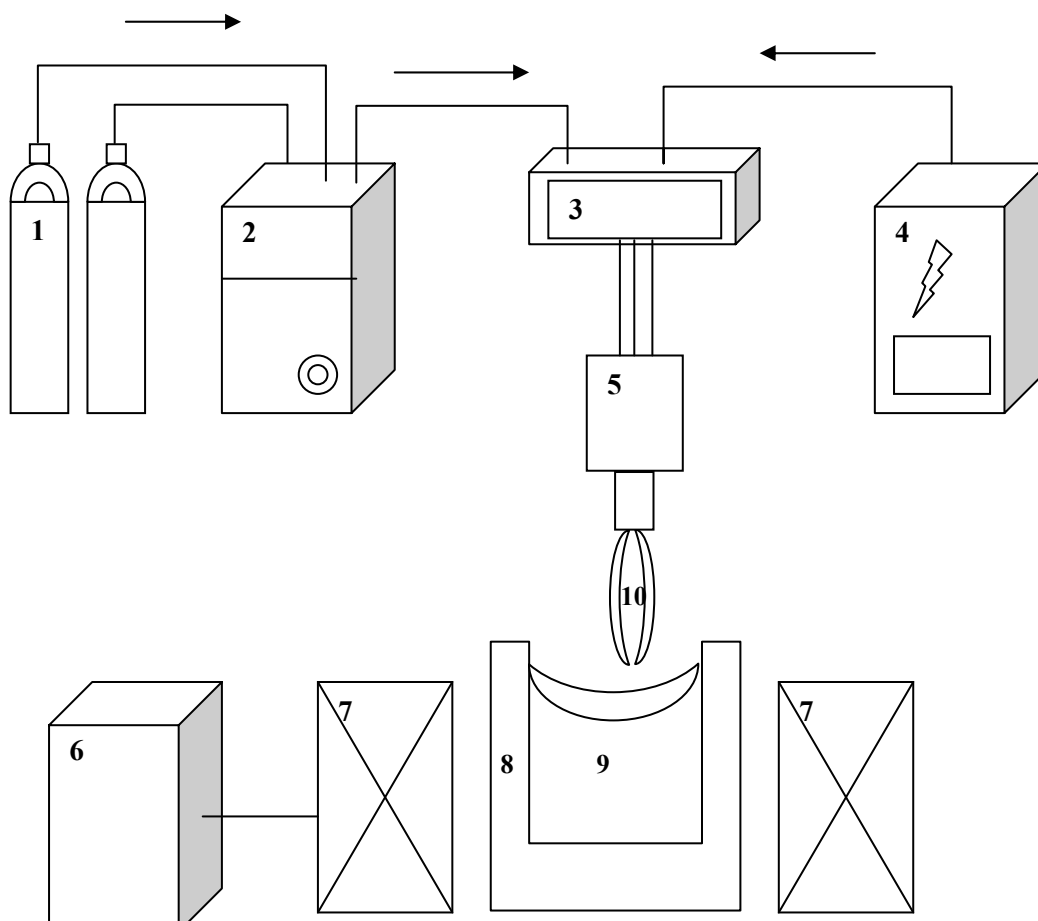
При плазмохимической обработке алюминиевых расплавов были получены композиты, содержащие 3, 5, 10%% масс. AlN и Al_2O_3 . При распылении в расплав металлической проволоки были получены материалы, содержащие 10,20, 30%% масс. Al_3Ti . При использовании армирующих элементов в виде мелкодисперсного порошка были получены сплавы, содержащие до 30% Si , и композиты, содержащие до 30% SiC .

Наиболее перспективные области применения некоторых высоколегированных сплавов и дисперсноупрочненных композиционных материалов на основе алюминия представлены в табл. 1.

Выводы: Полученные результаты создают предпосылки для широкого внедрения плазменных технологий в производство сложнолегированных сплавов и композиционных материалов для изготовления профилированных изделий кристаллизационными и литейными методами.

Таблица 1

Состав	Возможная область применения
Al + AlN 30...50%; Al + Ti 20...25%	Радиаторы мощных электронных приборов, согласованные по КТР с кремниевыми пластинами
Al + Ti 15...30%	Детали двигателестроения для рабочих температур 280...400 °С
Al + Si 15...30% + В 7...15%; Al + Ti 5...15% + В 10...30%	Лигатуры для приготовления многокомпонентных сложных литейных сплавов
Al + SiC 5...15%; Al + AlN 5...15% + Al ₂ O ₃ 5...10%	Легкие износостойкие материалы для высокооборотных пар трения
Al + Ti 5...7%; Al + Al ₂ O ₃ 2...5%; Al + В ₄ C 2...5%; Al + Fe до 10%	Конструкционные материалы с повышенными механическими характеристиками



Блок-схема установки плазменно-химической обработки расплава

1 – газы-реагенты; 2 – пульт управления; 3 – контроллер; 4 – источник питания;
5 – плазмотрон; 6 – источник питания МГД-системы; 7 – обмотки МГД-системы;
8 – тигель; 9 – расплав; 10 – плазменная струя.

В.В.Пеллер

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: V.Peller@mail.ioffe.ru; тел.: (812)247-91-15; факс: (812)247-53-33.

На основе практических данных и прогнозной оценки анализируются экономические показатели получения способом Степанова профилей из АІ сплавов при серийном производстве.

Для получения таких изделий с конкурентноспособными по экономике показателями необходимо обеспечить:

- 1) непрерывный круглосуточный процесс вытягивания;
- 2) использование полунепрерывных установок вытягивания с получением профилей большой длины (>3-х - 4-х м) или установок непрерывного действия;
- 3) использование исходного АІ материала, дающего приемлемое качество получаемых профилей и имеющего относительно невысокую стоимость;
- 4) обслуживание одним оператором не менее 2-х установок вытягивания;
- 5) иметь достаточно высокую среднюю металлоемкость получаемых профилей (не менее 3-4 кг/м).

Особенно перспективно использование в качестве сырья расплавленного АІ непосредственно из электролизеров с легированием до заданного состава сплава. В таблице приведены экономические показатели получения профилей по этому варианту.

По сравнению с получением профилей экструзией себестоимость профилей, вытягиваемых из расплава, несколько выше для малых габаритов сечения, примерно одинакова для средних габаритов сечения и ниже для больших габаритов сечения. По всем удельным затратам в себестоимости (расход сырья и материалов, амортизация, энергозатраты) кроме удельных трудозатрат получение профилей из расплава отличается лучшими показателями. Имеется ряд резервов для снижения трудозатрат.

Профилированные изделия высокой сложности, которые не могут изготавливаться альтернативными методами, (независимо от металлоемкости) должны иметь более высокие цены.

Таблица. Экономические показатели по перспективному варианту

Статьи себестоимости. Показатели	Удельные затраты на кГ профилей в \$	Структура себестоимости в %
1. Сырье (Al исходный материал)	1.30-1.35	50.0-51.5
2. Прочие материалы	0.06-0.10	3.0-3.2
3. Энергозатраты	0.11-0.12	4.3-4.7
4. Амортизационные затраты (оборудование)	0.10-0.11	3.6-4.2
5. Трудозатраты (зарплата)	0.52-0.56	20-22
6. Накладные расходы	0.42-0.46	16-17.5
Полная себестоимость	2.5-2.7	100.0
Срок окупаемости затрат	1.0-1.1 год	-

Примечание. Показатели даны для использования в качестве сырья Al расплава из электролизеров при средней металлоемкости профилей 4 кГ/м и при удовлетворении другим перечисленным требованиям высокой конкурентоспособности. В случае использования более дорогостоящих твердых заготовок сплавов (оптимально - непрерывно литые заготовки, пресс-остатки, качественный сертифицированный лом) удельные затраты на сырье соответственно возрастут, также возрастут энергозатраты в связи с необходимостью расплавления металла, а себестоимость увеличится до 3.6-4.0 \$/кГ.

4.8 б. ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ ПРОБЛЕМЫ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ И ИСПОЛЬЗОВАНИИ АІ ПРОФИЛЕЙ

В.В.Пеллер

Физико-Технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, С.-Петербург.

E-mail: V.Peller@mail.ioffe.ru; тел.: (812)247-91-15; факс: (812)247-53-33.

Анализируются пути решения экологических проблем при получении и использовании кристаллизуемых способом Степанова АІ профилей. Результаты анализа даны в таблице.

Технологии получения способом Степанова профилированных АІ изделий следует считать ресурсо- и энергосберегающими, экологически чистыми. Высокая экологичность обеспечивается за счет однооперационности и непрерывности процесса, компактности оборудования. Наличие плотной окисной пленки (несмотря на открытое зеркало расплава в тигле), а также низкая упругость паров АІ и Al_2O_3 обеспечивают весьма незначительные выделения в атмосферу помещения и содержание Al_2O_3 в воздухе ниже ПДК. В то же время альтернативные методы получения профилей (деформационные, литье) не обеспечивают требуемую экологичность в связи с применением периодических и полунепрерывных процессов, большого количества периодически вскрываемого оборудования.

Большие возможности в решении экологических проблем создает применение профилированных АІ изделий во многих областях техники. Способ Степанова дает возможность получения длинномерных, широких изделий с высокой удельной поверхностью, с турбулизирующими элементами. Это позволяет эффективно использовать их для решения ряда теплоэнергетических задач.

В частности, указанные АІ изделия весьма перспективны для реализации нетрадиционных возобновляемых, экологически чистых источников энергии таких как:

- солнечная энергия (водо- и воздушнонагрев, сушка, получение “холода”, “солнечные дома” и др.);
- энергия ветра (ветроустановки, мачты парусных судов).

Использование этих источников энергии позволяет сократить расход топлива и уменьшить отрицательное воздействие на окружающую среду.

Перспективно также использование: высокоэффективных теплообменников с сокращением выброса в атмосферу газообразных продуктов; аппаратов воздушного охлаждения на основе пустотелых лопастей с оптимальной аэродинамикой, позволяющих исключить сброс сточных вод (при водяном охлаждении)

Часть из перечисленных систем и устройств изготовлены и испытаны с положительным результатом.

Таблица. Решение экологических проблем

Направление реализации	Обоснование экологического эффекта	Конкретные примеры	Экологический эффект
1. Технология и оборудование, получение Al профилей	Однооперационность и непрерывность процесса, защитное действие окисной пленки	—	Соответствие нормам ПДК в атмосфере
2. Использование изделий для реализации возобновляемых источников энергии 2.1. Солнечная энергия 2.2. Энергия ветра	Высокая удельная поверхность теплообмена, турбулизация, использование сплава с высокой теплопроводностью	а) для южных районов (водо- и воздухонагрев, солнечные холодильные установки, сушка и т.п.) б) для северных районов (рассеянная солнечная энергия) в) ветроустановки г) мачты парусных судов	Замена традиционных видов топлива с исключением загрязнения окружающей среды
3. Высокоэффективные теплообменники	Высокая удельная поверхность теплообмена, турбулизация, использование сплава с высокой теплопроводностью	а) пластинчато-ребристые (ПРТ) б) круглоребристые и др.	Сокращение вредных выбросов в атмосферу
4. Аппараты воздушного охлаждения (АВО) совместно с ПРТ	Высокая удельная поверхность теплообмена, турбулизация, использование сплава с высокой теплопроводностью	—	Устранение выбросов в водоемы (присущих водяному охлаждению)
5. Многоканальные льдогенераторные установки	Высокая удельная поверхность теплообмена, турбулизация, использование сплава с высокой теплопроводностью	—	Очистка сточных вод путем последовательного замораживания и оттаивания осадков

4.9. **ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ**

Горюшин Г.А., Добровольская В.И.,

Липавская Н.Е., Толстоусов В.Б.

ГП ВНИИТВЧ, Санкт-Петербург

Тел.: (812) 594-81-31; факс: (812) 594-81-27

В настоящее время в России начинают работать программы восстановления производства полупроводникового кремния. Сырьевым материалом для получения монокристаллов является поликристаллический кремний, полученный методом водородного восстановления. При этом для осаждения кремния из газовой фазы используются кремниевые прутки-подложки, которые выращиваются на специальном оборудовании. ВНИИТВЧ разработал установку "Кристалл 503" для одновременного выращивания 7 - 9 прутков с использованием электромагнитного формообразования. Технические характеристики установки соответствуют европейским стандартам SEMI и ASTM. Одна установка по производительности способна заменить, например, три установки фирмы "Siemens". При использовании метода электромагнитного формообразования прутки-подложки по качеству, себестоимости и по экологической чистоте производства выгодно отличаются от прутков, полученных методом механического разрезания слитков.

ВНИИТВЧ разработал установку "Кристалл 114 М" для бестигельной зонной плавки кремния диаметром 125 мм. Установка полностью автоматизирована и позволяет выращивать бездислокационные кристаллы в автоматическом режиме от начального момента разрачивания конуса. Для получения кристаллов диаметром 160 мм разработано техническое предложение и технический проект установки "Кристалл 209". При разработке проекта особое внимание было уделено системам, обеспечивающим оптимальное тепловое поле в растущем кристалле.

Для получения зонноочищенных кристаллов германия была разработана установка "Кристалл 808 М" с тиристорным источником питания (8000 Гц, 50 кВт). Процесс очистки проводится одновременно в шести графитовых лодочках в вакууме ($1 \cdot 10^{-5}$ торр) или в газовой среде.

В докладе рассмотрены также другие виды оборудования для производства чистых металлов и полупроводников. Рассмотрены перспективы использования транзисторных и тиристорных источников питания для комплектации ростового оборудования.