

А.В. Богомаз<sup>(1)</sup>, начальник лаборатории, к.т.н.

Т.В. Критская<sup>(2)</sup>, профессор, д.т.н.

С.И. Стрилько<sup>(3)</sup>, ст. научн. сотрудник, к.т.н.

## РАСЧЕТ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЕЙ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ КРУПНОГАБАРИТНЫХ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПОГРУЖНОГО ВРАЩАЮЩЕГОСЯ ФОРМООБРАЗОВАТЕЛЯ

<sup>(1)</sup>Казенное предприятие «Запорожский титано-магниевого комбинат»,

<sup>(2)</sup>Запорожская государственная инженерная академия,

<sup>(3)</sup>Институт электродинамики НАН Украины

Вивчено температурні поля та розраховано розподіл температури за радіусом тигля й висоти робочої зони під час кристалізації великогабаритних кристалів германію в установках «Редмет-10» модернізованої конструкції. Вирощування здійснювали методом Степанова із застосуванням погрузного формоутворювача, що обертався. Проведено оптимізацію конструкції теплового вузла з метою підвищення однорідності розподілу питомого електричного опору кристала, зниження в нім рівня внутрішніх напружень і підвищення досконалості монокристалічної структури. Одержано кристали германію діаметром 320 мм.

Изучены температурные поля и рассчитано распределение температуры по радиусу тигля и высоте рабочей зоны при кристаллизации крупногабаритных кристаллов германия в установках «Редмет-10» модернизированной конструкции. Выращивание осуществляли методом Степанова с применением погрузного вращаемого формообразователя. Проведена оптимизация конструкции теплового узла с целью повышения однородности распределения удельного электрического сопротивления кристалла, снижения в нем уровня внутренних напряжений и повышения совершенства монокристаллической структуры. Получены кристаллы германия диаметром 320 мм.

*Введение.* В современных оптических приборах, работающих в инфракрасной области спектра, широко используются в качестве окон, линз, зеркал поли- и монокристаллы германия [1,2]. Кристаллы германия по сравнению с другими оптическими материалами имеют такие преимущества, как высокий показатель преломления ( $n_{10,6} = 4,0034$ ), большой коэффициент средней дисперсии ( $\nu_{10,6} = 1035$ ) и высокую механическую прочность [3]. Крупногабаритные (диаметром 200...420 мм) кристаллы германия применяют в качестве окон и фильтров оптических приборов инфракрасного диапазона, используемых в космических исследованиях и военной технике. Такие кристаллы получают, как правило, методом Степанова с применением погрузного вращающегося формообразователя (ПВФ) [4,5].

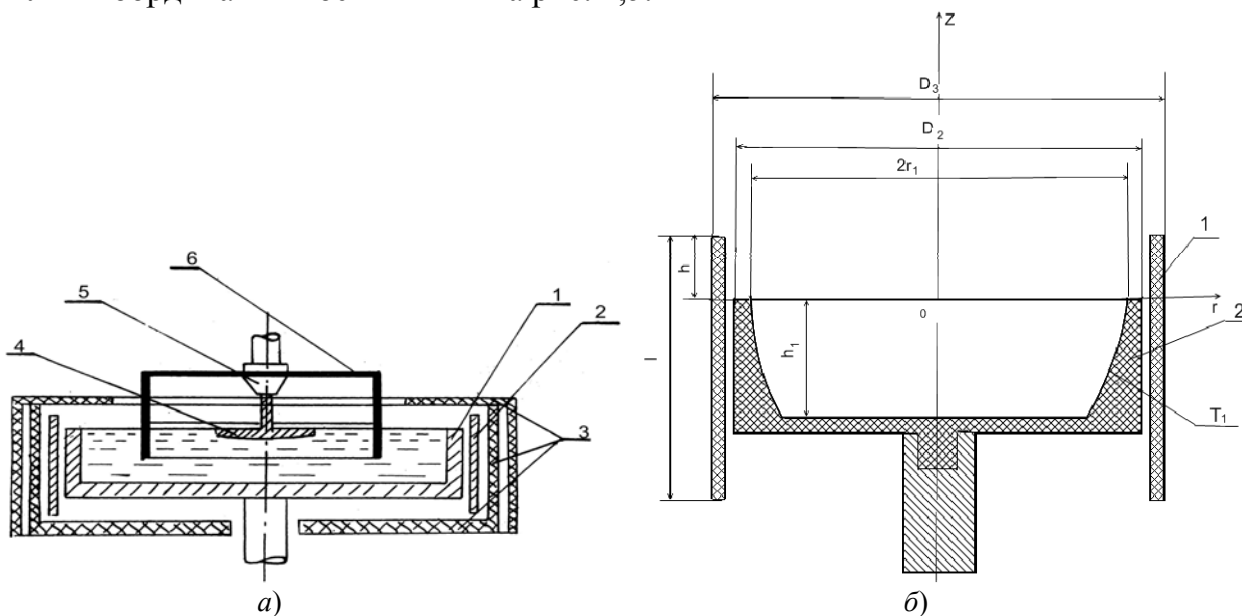
*Состояние вопроса.* Основными требованиями, предъявляемыми к кристаллам германия, используемым для изготовления инфракрасных окон и фильтров, являются заданное и однородное распределение удельного электрического сопротивления, относительно низкий уровень внутренних напряжений и обеспечение монокристаллической структуры кристалла [6]. С увеличением диаметра выращиваемого кристалла более сложным становится формирование монокристаллической структуры кристалла и повышение ее совершенства. Рост температурных градиентов в расплаве, флуктуация температуры в рабочей зоне заготовки требуют применения дополнительных мер

для снижения влияния указанных факторов на формирование монокристаллической структуры кристалла. Поставленная задача может быть решена за счет оптимизации конструкции теплового узла установки выращивания крупногабаритных кристаллов германия.

*Постановка задачи.* Целью настоящей работы является теоретическое изучение температурных полей в зоне выращивания крупногабаритных кристаллов германия в установках для их получения и экспериментальное подтверждение полученных результатов теоретических расчетов.

*Основная часть исследований.* Объектом исследований служит установка выращивания крупногабаритных кристаллов германия «Редмет-10» модернизированной конструкции. Установка содержит водоохлаждаемую камеру с геометрическими размерами 1000x1000x1000 мм, штоки вращения тигля и затравки, вакуумную систему, электрооборудование и контрольно-измерительные приборы.

Тепловой узел установки выращивания крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ представлен на рис. 1,а, модель цилиндрического нагревателя и тигля в координатных осях  $z$  и  $r$  – на рис. 1,б.



а: 1 - цилиндрический тигель с расплавом германия; 2 - нагревательный элемент сопротивления; 3 - тепловые экраны; 4 - растущий кристалл германия; 5 - затравкодержатель с затравкой монокристаллического германия; 6 - формообразователь

б: 1 - нагревательный элемент высотой  $l$  и наружным диаметром  $D_3$ ,  $h$  - выступающая над расплавом часть нагревателя;  $h_1$  - высота расплава в тигле; 2 - графитовый тигель с внутренним диаметром  $2r_1$  и наружным диаметром  $D_2$ ;  $T_1$  - температура расплава вблизи стенки тигля

**Рисунок 1** – Схема теплового узла для установки выращивания крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ (а) и модель цилиндрического нагревателя и тигля установки выращивания крупногабаритных кристаллов германия (б):

$l \approx 360$  мм;  $2r_1 \approx 500$  мм;  $D_2 \approx 530$  мм;  $D_3 \approx 570$  мм;  $h_1 \approx 130$  мм

Тепловой узел выполнен из графита марок ГМЗА-0, МГ-1-ОСЧ, ЗОПГ ОСЧ-7/3, а также графитированной ткани ТМП-5 и вискозного графитированного войлока НТМ-200.

Рассматривали формирование полей температуры в цилиндрическом тигле радиусом  $r_1$  полубесконечной длины. При стационарном тепловом режиме и отсутствии

внутренних источников теплоты в нагреваемом тигле с расплавом уравнение теплопроводности имеет вид [7]:

$$\Delta T = 0 . \quad (1)$$

На боковой поверхности тигля поддерживаются постоянную температуру, поэтому граничные условия в рассматриваемой задаче задаются следующим образом:

$$T|_{r=r_1} = T_1 . \quad (2)$$

С поверхности расплава происходит излучение энергии, то есть при  $z = 0$  имеет место равенство потоков излучаемой энергии и энергии, подводимой к границе через нагреваемый объект:

$$q_{изл} = q_z . \quad (3)$$

Рассматривали формирование полей температуры в цилиндрическом тигле радиусом  $r_1$  полубесконечной длины. При стационарном тепловом режиме и отсутствии внутренних источников теплоты в нагреваемом тигле с расплавом уравнение теплопроводности имеет вид [7]:

$$\Delta T = 0 . \quad (1)$$

На боковой поверхности тигля поддерживаются постоянную температуру, поэтому граничные условия в рассматриваемой задаче задаются следующим образом:

$$T|_{r=r_1} = T_1 . \quad (2)$$

С поверхности расплава происходит излучение энергии, то есть при  $z = 0$  имеет место равенство потоков излучаемой энергии и энергии, подводимой к границе через нагреваемый объект:

$$q_{изл} = q_z . \quad (3)$$

Потоки излучаемой энергии и энергии, подводимой к границе через материал нагреваемого объекта, определяются соответственно из выражений:

$$q_{изл} = C \cdot \left( \frac{T}{100} \right)^4 ; \quad (4)$$

$$q_z = -\lambda \frac{\partial T}{\partial z} , \quad (5)$$

где  $C$  – коэффициент излучения,  $C = \varepsilon \cdot C_{изл}$ ,  $\varepsilon$  – интегральная степень черноты серого тела,  $C_{изл}$  – коэффициент излучения абсолютно черного тела,  $C_{изл} = 5,70 \text{ Вт}/(\text{м}^2 \cdot \text{К})$ ;  $\lambda$  – коэффициент теплопроводности, при этом тепловой поток, отраженный от стенок ростовой камеры установки, не учитывают.

Распределение температуры в расплаве осесимметричное, а, следовательно, общее решение уравнения (1) имеет вид:

$$T = -\sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \exp\left(-\gamma_n \frac{z}{r_1}\right) \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) + C_0 , \quad (6)$$

где  $J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right)$  – функция Бесселя нулевого порядка первого рода;  $\gamma_n$  – корни уравнения  $J_0(\gamma_n) = 0$ ;  $C_n, C_0$  – постоянные, которые определяются соответственно из граничных условий (2) и уравнения (3).

Подставляя выражение (6) в формулу (5) и учитывая равенство потоков подводимой и излучаемой энергии, после преобразований получают уравнение баланса энергии:

$$\frac{\lambda}{r_1} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \gamma_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) = C \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 \cdot \left[1 - \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right)\right]^4. \quad (7)$$

В уравнении (6), которое задает распределение температуры в торце цилиндра, первый член определяет отклонение температуры от однородного распределения в радиальном направлении тигля. Форма и размеры нагревателя выбираются таким образом, чтобы отклонения температуры в радиальном направлении были незначительными, то есть

$$\left\{ \frac{\left[ \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) \right]}{T_1} \right\}^2 \ll 1. \quad (8)$$

В этом случае условие (7) принимает вид:

$$\frac{\lambda}{r_1} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \gamma_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) = C \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 - \frac{4C \cdot T_1^3}{10^8} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right). \quad (9)$$

Для нахождения коэффициентов  $C_n$  осуществляют разложение постоянной  $\frac{C \cdot T_1^3}{10^8} = A$  по функциям Бесселя  $J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right)$ :

$$A = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right), \quad (10)$$

где постоянные  $A_n$  равны [8]:

$$A_n = \frac{A \cdot \int_0^1 J_0(\gamma_n t) \cdot t \, dt}{\int_0^1 J_0^2(\gamma_n t) \cdot t \, dt}. \quad (11)$$

После вычисления интегралов в выражении (11) получают:

$$A_n = C \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 \cdot \frac{2}{\gamma_n \cdot J_1(\gamma_n)}, \quad (12)$$

где  $J_1(\gamma_n)$  – функция Бесселя первого порядка первого рода.

Из равенства коэффициентов в левой и правой части уравнения (9) можно за-

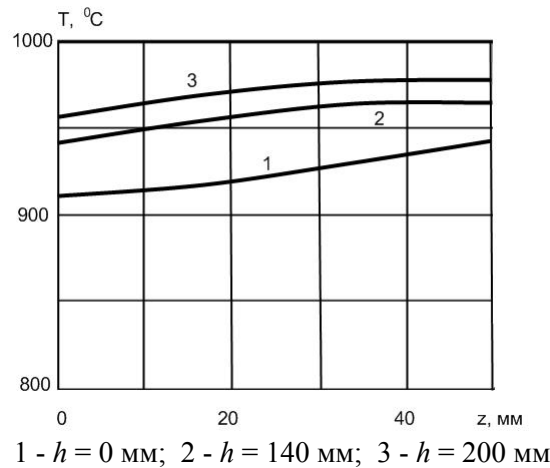
писать выражение для определения значений постоянной  $C_n$ :

$$C_n = \frac{A_n}{\frac{\lambda}{r_1} \cdot \gamma_n + \frac{4C \cdot T_1^3}{10^8}} \quad (13)$$

Таким образом, полученные формулы (6) и (13) полностью определяют распределение температуры в тигле с расплавом.

Как показали расчеты, в центральной части нагреваемого тигля ( $r/r_1 < 0,6$ ) распределение температуры близко к однородному. При приближении к стенкам тигля температура резко возрастает до значения  $T_1$ . Минимальную температуру на поверхности расплава имеет область при  $r = 0$ . При удалении от поверхности расплава по его оси температура увеличивается (рис. 2, кривая 1). При расчетах значения коэффициента теплопроводности принимали  $\lambda = 71,2$  Вт/(м·К) [9].

Рассматривали систему «нагреватель-тигель», когда нагреватель имеет длину больше, чем тигель. В этом случае часть потока лучистой энергии падает на поверхность расплава, следствием чего является перераспределение температуры в расплаве.



**Рисунок 2** – Расчетное распределение температуры по глубине тигля при различной высоте выступающей над расплавом части нагревателя ( $h$ ):

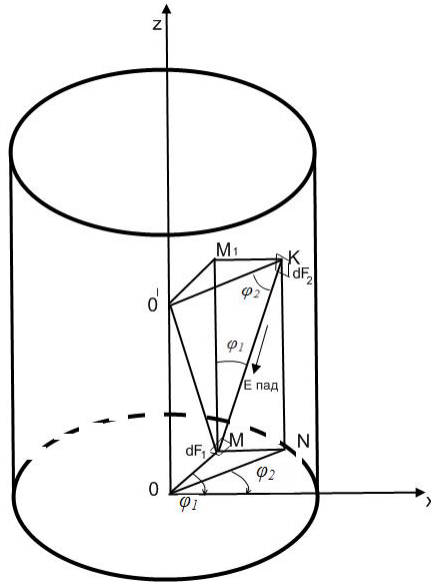
Плотность теплового потока ( $E_{nad1}$ ), падающего от нагревателя, имеющего температуру  $T_1$ , на площадку  $dF_1$  (рис. 3), расположенную на поверхности расплава, равна

$$E_{nad1} = \frac{C}{\pi} \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 \int_{F_2} \frac{\cos \psi_2 \cdot \cos \psi_1}{r_2^2} \cdot dF_2, \quad (14)$$

где  $F_2$  – площадь нагревателя;  $r_2$  – расстояние между элементарными площадками  $dF_1$  и  $dF_2$ ;  $\psi_1$  – угол между нормалью к площадке  $dF_1$  и направлением на площадку  $dF_2$ ;  $\psi_2$  – угол между нормалью к площадке  $dF_2$  и направлением на площадку  $dF_1$ .

Поэтому условие баланса энергии на границе  $z = 0$  без учета отраженных потоков записывается в виде:

$$\frac{\lambda}{r_1} \cdot \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \gamma_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) = \frac{C}{10^8} \cdot \left[ \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) + T_1 \right]^4 - E_{nad1}. \quad (15)$$



**Рисунок 3** – К определению потока, излучаемого с боковой поверхности нагревателя

После определения из рис. 4  $\cos \psi_1$  и  $\cos \psi_2$ , а также подстановки полученных выражений в уравнение (14), и выполнения необходимых преобразований получают значение потока падающей энергии

$$E_{nad1} = \frac{C}{2\pi} \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 \left[ 1 - \frac{1 - \left(\frac{r}{r_1}\right)^2 - \left(\frac{h}{r_1}\right)^2}{\sqrt{\left[1 - \left(\frac{r}{r_1}\right)^2\right]^2 + 2\left(\frac{h}{r_1}\right)^2 \cdot \left[1 + \left(\frac{r}{r_1}\right)^2\right] + \left(\frac{h}{r_1}\right)^4}} \right]. \quad (16)$$

Нахождение коэффициентов  $C_n$  проводят способом, аналогичным выше описанному, для чего постоянную  $A = 4C \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4$  и функцию  $E_{nad1}$  раскладывают в ряд по функциям Бесселя [8]:

$$A = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot J_0\left(\gamma_n, \frac{r}{r_1}\right); \quad (17)$$

$$E_{nad1} = \sum_{n=1}^{\infty} B_n \cdot J_0\left(\gamma_n, \frac{r}{r_1}\right), \quad (18)$$

где коэффициенты  $A_n$  и  $B_n$  рассчитывают по формулам:

$$A_n = \frac{2C}{\gamma_n} \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4 \cdot \frac{1}{J_0(\gamma_n)};$$

$$B_n = \frac{\int_0^1 J_0(\gamma_n t) \cdot \text{Enad}_1(r, t) dt}{\int_0^1 J_0^2(\gamma_n t) dt} .$$

После подстановки выражений (17) и (18) в формулу (15) находят значения постоянной  $C_n$ :

$$C_n = \frac{A_n - B_n}{\frac{\lambda}{r_1} \cdot \gamma_n + \frac{4C}{T_1} \cdot \left(\frac{T_1}{100}\right)^4} . \quad (19)$$

Окончательно распределение температуры в цилиндре описывают уравнением вида

$$T = -\sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \exp\left(-\gamma_n \frac{z}{r_1}\right) \cdot J_0\left(\gamma_n \frac{r}{r_1}\right) . \quad (20)$$

На рис. 3 в виде кривых 2 и 3 представлены результаты расчетов распределения температуры по высоте тигля при выступающей из расплава части нагревателя равной 140 и 200 мм. При расчетах принимали  $\varepsilon = 0,53$  [10].

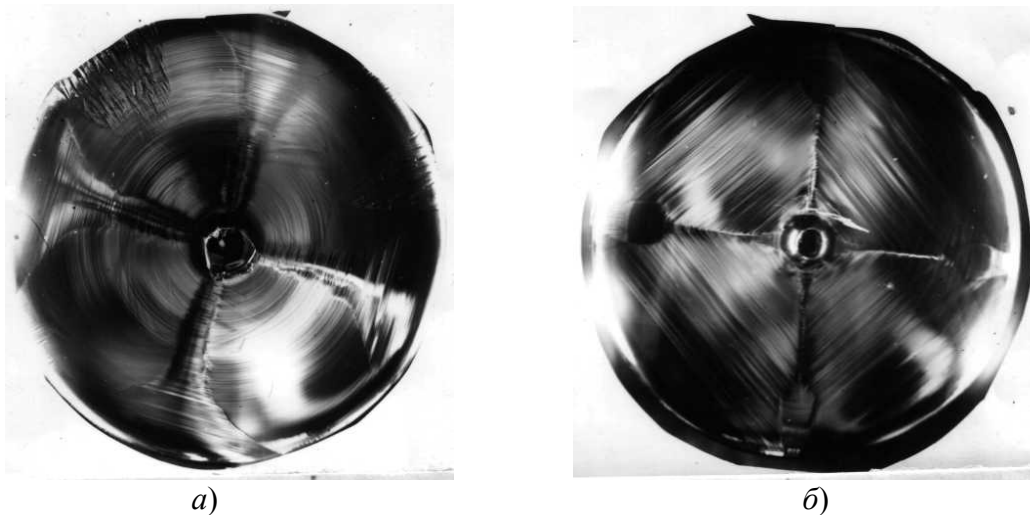
Как видно из рис. 3, изменение температуры по высоте тигля происходит менее значительно в том случае, когда нагреватель выступает над тиглем с расплавом. С увеличением высоты выступающей из расплава части нагревателя температура вблизи его оси повышается, а, следовательно, распределение температуры по радиусу становится более равномерным (однородным).

Экспериментальное подтверждение расчетного распределения температуры по радиусу и высоте тигля получено при выращивании кристаллов германия диаметром 320 мм в ростовой камере модернизированной установки «Р-10» и их последующей структурной оценки. При выращивании кристаллов в качестве исходного материала использовали германий поликристаллический зоноочищенный марки ГПЗ-2, а в качестве легирующего элемента – сурьму. В процессе выращивания применяли тигель, выполненный из графита ГМЗА-0 с внутренним диаметром  $\approx 500$  мм. Угловые скорости вращения тигля и заправки составляли соответственно 2...5 и 4...8 мин<sup>-1</sup> и поддерживались в процессе выращивания постоянными. Скорость разрачивания (при скорости вытягивания  $f = 0$  мм/мин) составляла порядка 1,5...1,8 мм/мин, а скорость вытягивания кристалла при его формировании по высоте – 0,20...0,25 мм/мин. На рис. 4 приведены микрофотографии верхних торцов кристаллов германия, разрачиваемых при линейной скорости подъема верхнего штока заправки ( $f$ ), равной нулю.

Как видно из рис. 4, в случае, когда величина части нагревателя ( $h$ ), выступающей из расплава, составляет 0 мм, рост поликристаллических блоков начинается с диаметра, примерно равного 0,5 диаметра выращиваемого кристалла. В случае когда  $h = 140$  мм поликристаллические блоки начинают формироваться непосредственно около внутренней стенки графитового формообразователя.

#### Выводы

1. Рассчитано распределение температуры в тигле по его радиусу и высоте в рабочей зоне установки для получения крупногабаритных кристаллов германия методом Степанова с применением ПВФ.



**Рисунок 4** – Верхняя торцевая поверхность кристаллов германия диаметром 320 мм, выращенных методом ПВФ при различной высоте выступающей над расплавом части нагревателя: а)  $h = 0$  мм; б)  $h = 140$  мм

2. Установлено, что в центральной части тигля распределение температуры близко к однородному, а при приближении к стенкам тигля ее величина резко возрастает. Рост температуры отмечается и при удалении от поверхности расплава вглубь тигля.

3. Рассчитано распределение температуры по высоте тигля при тепловом излучении с торцевой поверхности нагревателя. Выполнены расчеты распределения температуры при выступающей над расплавом части нагревателя равной 0, 140 и 200 мм. Установлено, что с увеличением высоты выступающей над расплавом части нагревателя температура вблизи его оси повышается, и распределение температуры по радиусу тигля становится более однородным.

4. Получены кристаллы германия диаметром 320 мм. Изучена морфология верхних торцов кристалла германия, разрабатываемых при линейной скорости подъема заготовки, равной нулю. Показано, что для выступающей над расплавом части нагревателя равной 140 мм поликристаллические блоки начинают формироваться непосредственно около внутренней стенки графитового формообразователя.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Наумов А.В.* Обзор мирового рынка германия / А. В. Наумов // Известия вузов. Материалы электронной техники. – 2004. – № 3. – С. 7-14.
2. *Наумов А.В.* Рынок германия: ошибки и перспективы / А. В. Наумов // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2008. – № 4. – С. 13-23.
3. Оптические кристаллические материалы: каталог / научн. исслед. и технол. ин-т оптич. материалов Всесоюзн. научн. центр. гос. оптич. ин-та им. С.И. Вавилова / Под ред. *Г. Т. Петровского*. – Л.: НИТИОМ, 1991. – С. 34-35.
4. *Дудник Е. П.* Применение способа Степанова для получения крупногабаритных профилированных монокристаллов германия / Е. П. Дудник, А. С. Кузнецов, Д. И. Левинзон // Известия АН СССР. Серия «Физика». – 1976. – Т. 40. – № 7. – С. 1332-1335.
5. Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова / *П. И. Антонов*, А. М. Затуловский, А. С. Костыгов [и др.]. – Л.: Наука, 1981. – 280 с.
6. *Смирнов Ю. М.* Дислокационная структура и оптические свойства монокристаллов германия, полученных профилированием / Ю. М. Смирнов, Е. Б. Шаморикова // Материалы IX совещания по получению профилированных кристаллов и изделий способом Степанова и их применение в народном хозяйстве (Ленинград, 10-12 марта 1982 г.). – Л.: ФТИ,



1982. – С. 138-142.

7. *Исаченко В. П.* Теплопередача / В. П. Исаченко, В. А. Осипова, А. С. Сукомел. – М.: Энергия, 1975. – 485 с.
8. *Грей Э.* Функции Бесселя и их применение в физике и механике / Э. Грей, Г. Б. Мэтьюз. – М.: Изд-во иностр. литературы, 1953. – 370 с.

Стаття надійшла до редакції 01.07.2009 р.

Рецензент – проф. В.М. Михайлін