

# ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И УПРАВЛЯЮЩИЕ СИСТЕМЫ

DOI: 10.12737/24885

Белоусов А.В., канд. техн. наук, доц.,  
Кошлич Ю.А., канд. техн. наук,  
Гребеник А.Г., аспирант

Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова

## ОБ ОДНОМ ПОДХОДЕ К АВТОМАТИЗАЦИИ ПРОЦЕССА ЗАТРАВЛЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ СИНТЕТИЧЕСКОГО САПФИРА ПО МЕТОДУ КИРОПУЛОСА

iitusnik@gmail.com

*В настоящее время область применения синтетического сапфира неукоснительно растет, что требует от производителей этого искусственного кристалла дальнейшего снижения стоимости изделий путем оптимизации затрат на производство, в том числе и посредством совершенствования технологий роста. В статье рассмотрены ключевые технологические особенности современных методов синтеза монокристаллов искусственного сапфира, а также намечены основные направления их развития, выделены достоинства и недостатки каждого из методов. Наибольший интерес с экономической точки зрения вызывает метод Киропулоса, обеспечивающий возможность выращивания кристаллов наибольших размеров, но, наряду с другими методами, обладающий рядом недостатков, наиболее существенным из которых представляется влияние человеческого фактора на качество получаемой продукции. В статье рассмотрен один из подходов к автоматизации данного метода на начальном этапе – процессе затравления, с целью обеспечения повторяемости процесса и снижения брака, что повышает рентабельность производства.*

**Ключевые слова:** искусственный сапфир, метод выращивания, метод Киропулоса, монокристалл синтетического сапфира, автоматизация, затравление кристалла.

**Введение.** Расширению области применения искусственного сапфира способствует снижение его стоимости, которого можно добиться различными способами. Наибольший интерес с технологической точки зрения представляет собой снижение себестоимости продукции за счет развития технологии роста кристаллов. В связи с этим целесообразным является анализ методов выращивания монокристаллов искусственного сапфира на предмет их актуальности в условиях современных требований рынка синтетических кристаллов, а также подходов к их модернизации с целью повышения качества получаемой продукции, снижения энергозатрат и, как следствие, повышения рентабельности производства.

**Методология.** В настоящее время существует довольно большое количество методов выращивания монокристаллов технического сапфира, которые можно классифицировать по тем или иным признакам.

Наиболее перспективными и часто применяемыми по причине возможности получения достаточно крупных кристаллов при высоких скоростях роста являются методы получения кристаллов из расплава. Тем не менее, существуют и применяются на практике методы кри-

сталлизации искусственного сапфира из газовой фазы или раствора [1–4].

Говоря о методах выращивания монокристаллов искусственного сапфира из газовой фазы, можно отметить, что основными достоинствами такого подхода являются возможность обеспечения кристаллообразования при относительно низких температурах, легкость управления составом и слабое воздействие тигля на процесс кристаллизации. Несмотря на очевидные плюсы этих методов их распространенность в промышленности незначительна в силу одного недостатка – путем кристаллизации из газовой фазы можно получать кристаллы очень ограниченных размеров.

Другим способом выращивания кристаллов искусственного сапфира является выращивание из растворов (например, способ флюса). Его суть заключается в растворении исходного материала и переноса растворенных компонентов в относительно менее нагретую зону, где и происходит рост кристаллов [5]. Скорости роста кристаллов при выращивании методом флюса значительно (в 10 – 15 раз) уступают скоростям роста кристаллов из расплава. Даже при весьма длительном процессе размеры таких кристаллов не превышают нескольких сантиметров

Более половины технически важных кристаллов сапфира выращивается из расплава [3]. Суть данного подхода заключается в том, что исходный материал сначала расплавляется, а затем кристаллизуется при тщательно контролируемых условиях. Существует достаточно большое количество методов получения лейкосапфира по такой технологии, а именно: методы Чохральского, Степанова, Вернейля, метод вертикально направленной кристаллизации (ВНК), методы Бриджмена-Стокбаргера, Киропулоса, зонная плавка, метод горизонтально направленной кристаллизации (ГНК) и др. [1-4].

Синтез кристаллов по методу Вернейля считается классическим и является первым промышленным методом выращивания корунда, шпинели и других синтетических кристаллов [3].

Метод реализуется путем просыпки маленьких порций порошковой шихты в трубчатую печь, где эта шихта расплавляется во время падения в кислородно-водородном пламени и питает каплю расплава на поверхности затравки. Затравка при этом вытягивается постепенно вниз, а капля пребывает на одном и том же уровне по высоте печи [9,10].

К преимуществам данного метода нужно, в первую очередь, отнести отсутствие тигля и, соответственно, связанных с ним трудностей, простоту реализации и, как следствие, низкую себестоимость кристаллов, а также возможность добавления в кристалл огромного числа добавок и получения кристаллов, части которых обладают различным содержанием примесей. Недостатком же является то, что из-за высокой температуры роста кристаллы обладают высоким остаточным напряжением [1, 3]. Также можно отметить трудность регулирования процесса, особенно тепло- и массообмена [9, 10].

Метод Чохральского в настоящее время является одним из наиболее широко применяемых методов получения монокристаллов технического сапфира. Его основные преимущества заключаются в том, что рост кристалла осуществляется в свободном пространстве без контакта со стенками тигля, что обеспечивает простоту изменения диаметра растущего кристалла и визуальный контроль [2], а также в возможности извлечения кристалла из расплава на любом этапе выращивания.

В то же время данный метод обладает рядом недостатков, основным из которых, является необходимость в тигле, который часто является источником загрязнений [6]. Кроме того, выращиваемые этим методом кристаллы обладают химической неоднородностью, выражающейся в монотонном изменении состава после-

довательных слоев кристалла вдоль направления роста [2]. В настоящее время существуют различные модификации данного метода выращивания монокристаллов. Например, метод Степанова, применяемый для выращивания профилированных кристаллов и отличающийся высокой скоростью получения кристалла, высокой производительностью, возможностью получения профилей сапфира, которые невозможно получить путем механической обработки, но, в то же время, высокой плотностью структурных дефектов [3, 7, 8].

Процесс управления кристаллизацией для установок по методу Чохральского можно назвать одним из наиболее автоматизированных и доведенным до высокого технического уровня [1]. Надежные системы управления и автоматизации создаются на основании оптического сканирования, однако следует отметить, что применяемое для выращивания кристаллов по этому методу оборудование является довольно дорогостоящим, что сказывается на стоимости кристаллов.

Метод горизонтальной направленной кристаллизации (ГНК) был разработан в Институте кристаллографии Российской Академии Наук (Москва, Россия) академиком Багдасаровым Х.С. Широко применяется и за рубежом – Швейцария, США, Чехия, Израиль и другие [1].

Данный метод позволяет получать монокристаллы в виде цилиндров с диаметром до 100 мм, либо в виде пластины с поперечным размером до 150 мм и толщиной около 20 мм.

Среди основных преимуществ метода можно выделить его относительную простоту, а также то, что при выращивании кристаллов данным методом высота и площадь расплава остаются постоянными в течение всего процесса выращивания, а большая площадь расплава обеспечивает эффективное испарение примесей [3].

Метод ГНК позволяет осуществлять визуальный контроль или контроль с помощью оптических приборов и датчиков за процессом затравления, что создает предпосылки для автоматизации данного метода.

В разработанном С. Киропулосом методе (1926 г.) монокристаллическая затравка, закрепленная в водоохлаждаемом кристаллодержателе, приводится в контакт с расплавом, расположенным в тигле. На затравке происходит постепенное получение кристалла в виде полусферы. При этом кристалл как бы вырастает в расплав. Когда растущий кристалл приближается к стенке тигля, кристаллодержатель с кристаллом поднимается на несколько миллиметров и затем осуществляется последующий рост до очередного разрастания до стенок тигля, дальнейшего подь-

ема и так далее. В методе Киропулоса диаметр получаемого кристалла может достигать порядка 300 см и более и ограничиваться лишь размерами тигля [1].

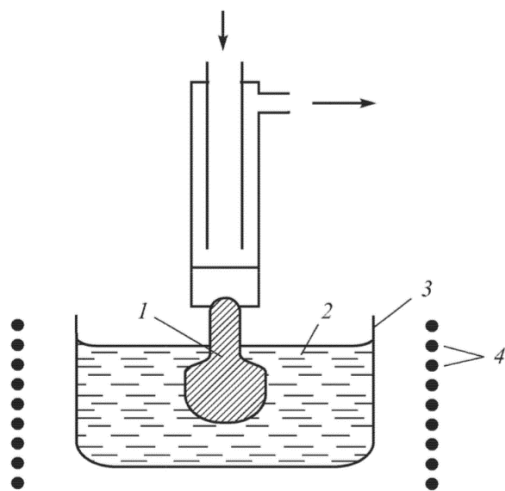


Рис. 1. Схема установки для выращивания монокристаллов по методу Киропулоса  
1 – монокристалл; 2 – расплав; 3 – контейнер;  
4 – нагреватель; стрелками показаны направления охлаждающей жидкости и охлаждающего газа

Основное преимущество метода Киропулоса состоит в его технической простоте и надежности. Он экономически выгоден, поскольку возможно более эффективное экранирование источника нагрева, сводящее невозвратные потери тепла к минимуму. Метод Киропулоса позволяет выращивать крупные монокристаллы лейкосапфира весом более 20 кг. Наиболее крупный кристалл, который когда-либо удалось получить, был выращен именно методом Киропулоса на заводе «Монокристалл» в России. Его вес составил порядка 300 кг.

Схема установки для выращивания монокристаллов технического сапфира представлена на рис. 1.

Существенным недостатком метода, однако, является непостоянство скорости выращивания, поскольку теплообмен по мере увеличения массы монокристалла претерпевает изменения, учесть которые технически трудно [12]. Поэтому скорость роста задается заведомо низкой (порядка 2 мм/ч), чтобы избежать образования в монокристаллах различного рода включений, блоков и малоугловых границ. Еще одним недостатком данного метода является то, что процесс затравления по методу Киропулоса производится оператором вручную на основании визуальной информации и результат зависит от его профессионализма, т.е. упирается в человеческий фактор. Тем не менее, данный метод выращивания искусственного сапфира является наиболее распространенным, так как позволяет получать кристаллы наибольшего размера и достаточно высокого качества, достигая тем самым наилучших показателей с экономической точки зрения.

**Основная часть.** Улучшения качества кристалла, сокращения количества и размеров дефектов можно достичь за счет привлечения опытных мастеров высокой квалификации и автоматизации управления параметрами (температура, давление и т.д.) ростовой машины в процессе роста кристалла. Для решения этой задачи предлагается программно-аппаратный комплекс, который при помощи формализованного алгоритма затравления на основе визуальной информации позволит полностью автоматизировать процесс (рис. 2) [13].

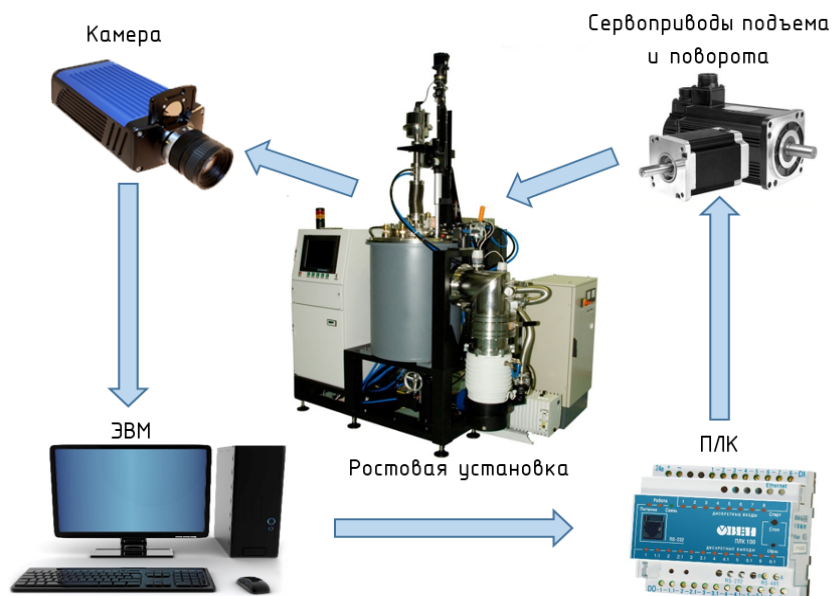


Рис. 2. Концепция системы автоматизированного затравления кристаллов

При помощи программных средств можно получить радиометрические измерения (в виде изображения, каждый пиксель которого несет в

себе информацию о цветовой температуре поверхности расплава – цифрового уровня (рис.3)).

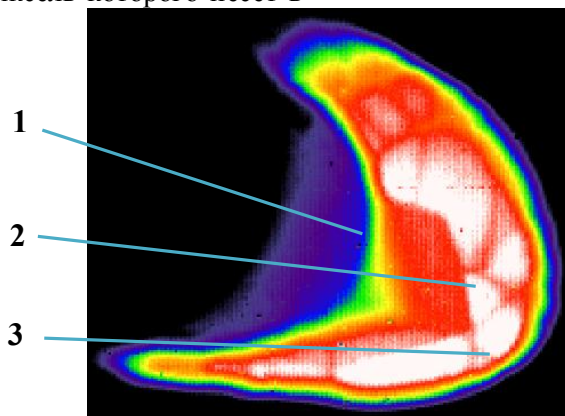


Рис. 3. Радиометрические измерения в тигле ростовой установки (1 – затравкодержатель, 2 – затравочный кристалл, 3 – кипящий расплав)

В процессе затравления управляющий сигнал необходимо формировать в зависимости от динамики фронта кристаллизации, добиваясь

равномерного по всем направлениям роста кристалла.

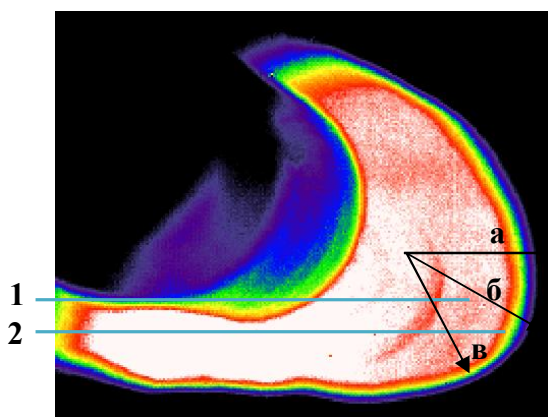


Рис. 4. Процесс затравления. Рост кристалла

Динамика роста монокристалла определяется расстоянием между так называемой перетяжкой кристалла 1 и его краем 2, определить кото-

рое можно вычислив глобальные экстремумы распределений интенсивности (рис.5) на трассировочных лучах а, б, в (рис.4).

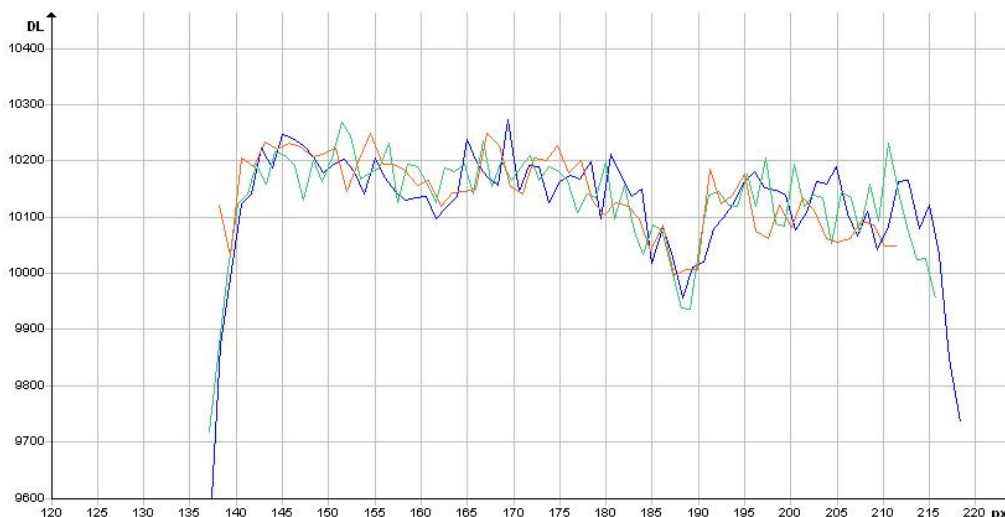


Рис. 5. Распределение интенсивности по трассировочным лучам

Получение значений глобальных экстремумов с достаточной точностью возможно при аппроксимации распределения интенсивности (рис. 6).

Значение  $d_0$  соответствует расстоянию от центра первоначального касания затравочным кристаллом расплава до первой перетяжки монокристалла, а значение  $d_x$  – расстоянию до границы перехода фаз, определение динамики изменения которого соответствует определению динамики роста кристалла.

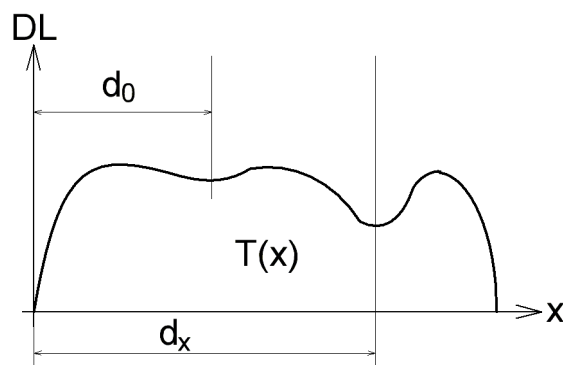


Рис. 6. Аппроксимирование функции распределения интенсивности по трассировочным лучам

Для получения двумерной визуальной модели кристалла (рис.7) необходимо перейти от декартовых координат к полярным с последующим определением расстояний  $d_0, d_1, \dots, d_x$ .

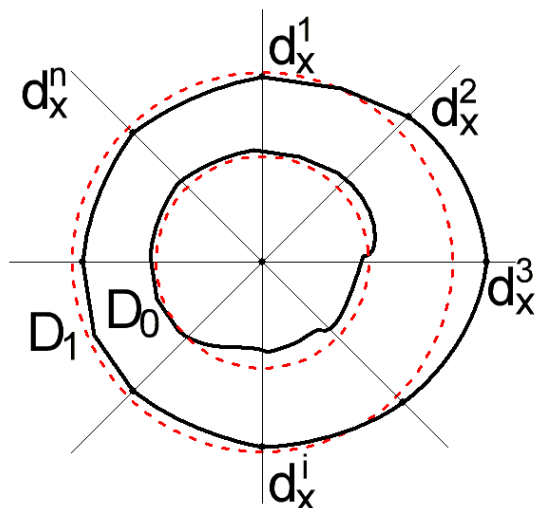


Рис. 7. Получение двумерной модели кристалла

**Выводы.** Формализовав алгоритм процесса затравления на основе визуальной информации можно полностью автоматизировать процесс затравления монокристалла, что позволит добиться повторяемости процессов, стабильного качества кристаллов и повышения энергоэффективности производства.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Клуникова Ю.В. Физико-технологические основы создания подложек сапфира для приборов твердотельной электроники : диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук. 2016. С. 36–43.
2. Кожина Т.Д., Юдин А.В., Ершов В.Ю. Исследование процессов, разработка технологий и обучение специалистов в области выращивания монокристаллов лейкосапфира для оптики и нанoeлектроники // Инноватика и экспертиза: научные труды. 2013. №1 (10). С.92–101.
3. Как выращивают кристаллы. Краткий обзор. [Электронный ресурс]. Систем. требования: AdobeAcrobatReader. URL: [http://ftsite.ru/wp-content/files/medods\\_kristallov\\_5.2.pdf](http://ftsite.ru/wp-content/files/medods_kristallov_5.2.pdf) (дата обращения: 10.02.20017)
4. Буш А.А., Гладышев И.В. Физико-химические основы и методы роста монокристаллов, выращивание кристаллов  $Al_2O_3$  бестигельной зонной плавкой. М.: Изд. МИРЭА, 2011. 36 с.
5. Синтетические камни. [Электронный ресурс]. URL: <https://znaytovar.ru/s/Sinteticheskie-kamni.html> (дата обращения: 10.02.20017)
6. Лодиз Р., Паркер Р. Рост монокристаллов. М.: Изд. «МИР», 1974. 541 с.
7. Волков А. В., Истинова О. Г., Казанский Н. Л., Костюк Г. Ф. Разработка и исследование метода формирования микрорельефа ДОО в сапфировых подложках // КО. 2002. №24. С.70–73.
8. Денисов А.В., Крымов В.М., Пунин Ю.О. Исследование оптических аномалий и остаточных напряжений в базисноограниченных ленточных кристаллах сапфира, выращенных методом Степанова // Физика твердого тела. 2007. №49. вып. 3. С.454–459.
9. Багдасаров Х.С. Высокотемпературная кристаллизация из расплава. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. 160 с.
10. Багдасаров Х.С., Горяинов Л.А. Тепло- и массоперенос при выращивании монокристаллов направленной кристаллизацией. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007. 224 с.
11. Белоусов А.В., Овсепян М.Г., Кошлич Ю. А., Гребеник А. Г. Анализ динамики роста монокристалла технического сапфира // Информационные системы и технологии. 2014. Т. 84. №4. С. 5–14.
12. Тарасюк П.Н., Ващенко Д.А., Трубаев П.А., Радченко В.В. Анализ термического сопротивления ограждающих конструкций различного типа по результатам инструментальных измерений // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2015. № 2. С. 152–158.

13. Белоусов А.В., Кошлич Ю.А., Быстров А.Б. Перспективы применения современных статистических и детерминированных методов

прогнозирования в системах мониторинга энергопотребления // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. №4. 2012. С.192–196.

---

**Belousov A.V., Koshlich Y.A., Grebenik A.G.**

**AN APPROACH TO PROCESS AUTOMATION OF SAPPHIRE SINGLE CRYSTALS SEEDING BY THE KYROPOULOS GROWTH TECHNIQUE**

*Nowadays sapphire production sphere is constantly increasing, which requires manufacturers of single crystal to further reduce production costs through the optimization of production costs, including improving the technological growth. The paper describes the main features of the technology of modern sapphire single crystals growing techniques and main directions of its modernization. It is highlighted the advantages and disadvantages of each techniques. The most interesting from an economic point of view, the method Kirooulos provides the possibility of growing crystals of the largest size, but, along with other methods, a number of drawbacks, the most important of which appears to the human impact on product quality. The paper describes an approach to the automation of the technique at the initial stage - the seeding process, that allows process repeatability, reducing the reject and increasing profitability of production.*

**Key words:** *sapphire single crystal, growth technique, Kyropoulos growth technique, автоматизация, crystal seeding.*

---

**Белоусов Александр Владимирович**, кандидат технических наук, директор «Института энергетики, информационных технологий и управляющих систем».

Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова.

Адрес: Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

E-mail: ntl@intbel.ru

**Кошлич Юрий Алексеевич**, кандидат технических наук, доцент кафедры «Электроэнергетики и автоматики».

Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова.

Адрес: Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

E-mail: koshlich@yandex.ru

**Гребеник Артём Григорьевич**, аспирант кафедры «Технической кибернетики».

Белгородский государственный технологический университет им. В.Г. Шухова.

Адрес: Россия, 308012, Белгород, ул. Костюкова, д. 46.

E-mail: iitusnik@gmail.com