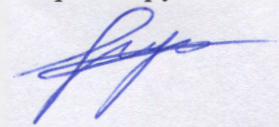


На правах рукописи



СУХАНОВА ЕКАТЕРИНА АНДРЕЕВНА

**НИЗКОЧАСТОТНАЯ ВИБРАЦИОННАЯ АКТИВАЦИЯ
РАСПЛАВОВ В ПРОЦЕССЕ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ
ХИМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТОДАМИ НАПРАВЛЕННОЙ
КРИСТАЛЛИЗАЦИИ**

05.27.06 – Технология и оборудование для производства полупроводников,
материалов и приборов электронной техники

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата химических наук

Москва – 2014

Работа выполнена в Российском химико-технологическом университете
имени Д. И. Менделеева на кафедре химии и технологии кристаллов

Научный руководитель: доктор химических наук, профессор кафедры химии
и технологии кристаллов Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Российского химико-технологического университета имени Д. И. Менделеева»

Аветисов Игорь Христофорович

Официальные оппоненты:

Доктор химических наук, профессор, заведующий лабораторией технологии наноматериалов для фотоники Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской Академии Наук

Федоров Павел Павлович

Кандидат химических наук, заместитель начальника лаборатории 0304 отделения научно-технического обеспечения развития материаловедения Открытого Акционерного Общества «Композит»

Ворончихина Мария Евгеньевна

Ведущая организация: Закрытое акционерное общество «Научно-исследовательский институт материаловедения» (НИИМВ)

Защита состоится «15» декабря 2014 года в конференц-зале университета на заседании диссертационного совета Д 212.204. 12 при РХТУ имени Д. И. Менделеева (125047г. Москва, Миусская пл., д. 9) в 10⁰⁰.

С диссертацией можно ознакомиться в Информационно-библиотечном центре РХТУ им. Д.И. Менделеева.

Автореферат диссертации разослан « ____ » _____ 2014 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.204.12

Макаров Н.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Постоянно растущий спрос на монокристаллы с улучшенным структурным совершенством вынуждает исследователей разрабатывать новые высокопроизводительные способы выращивания. Методы направленной кристаллизации расплавов являются наиболее производительными, и основные усилия направлены именно на совершенствование этих методов. Нестационарные процессы тепломассопереноса в расплаве приводят к формированию дефектов различной природы в выращиваемых кристаллах. Создание условий для контролируемого тепломассопереноса в расплаве является одной из главных проблем, которую в этой связи пытались решить на протяжении последних 50 лет. Были разработаны пассивные и активные варианты воздействия на расплав. Последние заключались в приложении внешних полей: переменного теплового поля, ультразвука, электромагнитного поля и различных способов перемешивания, в том числе вибрациями различной частоты и конфигурации.

Низкочастотное (НЧ) вибрационное воздействие определенной интенсивности на ростовую систему может оказывать положительное влияние на качество выращиваемых кристаллов. Под воздействием вибраций в жидкой фазе могут развиваться вынужденные течения – вынужденная конвекция. Многочисленные эксперименты показали практическую важность вынужденной вибрационной конвекции. Еще в 1955 году Б. В. Витовский установил, что подаваемые на кристалл вертикальные колебания с частотой 50 Гц и амплитудой 100 – 500 мкм повышают весовую скорость роста до 4 раз.

На кафедре химии и технологии кристаллов РХТУ им. Д. И. Менделеева на протяжении последних 20 лет ведутся исследования по разработке новых высокопроизводительных методов выращивания кристаллов из расплавов с использованием аксиальных низкочастотных вибраций (АНВ). К моменту постановки настоящей работы было установлено, что организация контролируемых вибрационных потоков при выращивании кристаллов в конфигурациях Бриджмена и Чохральского позволяет существенно улучшить структурное качество кристаллов и повысить скорость выращивания до 5 раз при сохранении высокого качества кристаллов. Гипотеза о том, что в результате АНВ воздействия изменяется не только тепломассоперенос, но и термодинамическое состояние расплава получила первые прямые экспериментальные подтверждения. В связи с этим обстоятельством актуальность исследований в области термодинамических и структурных

особенностей поведения расплава при воздействии на него низкочастотных вибраций, составляющих основную часть диссертационной работы, не вызывает сомнений и подтверждается тем, что работа выполнялась при поддержке грантом РФФИ 13-02-12199 «Исследование фундаментальных закономерностей направленной кристаллизации многокомпонентных расплавов, активированных вибрационным воздействием» и результаты работы были использованы при выполнении темы: «Высококачественные кристаллы и эпитаксиальные структуры полупроводниковых соединений $A^{II}B^{VI}$, синтезируемые с использованием контролируемых воздействий на примесно-дефектное состояние системы» (шифр «2008-3-1.3-25-12-001»), финансируемой в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы».

Целью диссертационной работы явилось решение актуальной задачи по проблеме управления структурными характеристиками расплавов сложного химического состава при выращивании кристаллов методами направленной кристаллизации при активации процесса аксиальными низкочастотными вибрациями (АНВ).

Для достижения указанной цели были решены следующие **задачи**:

- Разработана методика и создана верифицированная численная модель процесса выращивания кристаллов методами направленной кристаллизации расплавов при контроле тепломассопереноса за счет организации конвективных вибрационных потоков, формируемых путем низкочастотной осцилляции погруженного в расплав химически инертного тела заданной конфигурации.

- С использованием разработанной численной модели определены параметры процесса выращивания кристаллов в конфигурации метода Чохральского при активации расплава АНВ, обеспечивающие стабильные условия поддержания плоского фронта кристаллизации и выращивание кристаллов с повышенным структурным совершенством.

- Разработана аппаратура и методика исследования структурных характеристик расплавов химических соединений при их активации вибрационными конвективными потоками, формируемыми за счет гармонически осциллирующего твердого тела заданной конфигурации с аксиальной симметрией относительно объема расплава.

- Изучены закономерности изменения структуры расплава сложного

химического соединения при воздействии температуры и конвективных вибрационных потоков, формируемых за счет низкочастотной осцилляции погруженного в расплав химически инертного тела заданной конфигурации.

– Исследованы термохимические характеристики кристаллов нитрата натрия, выращенных из неактивированного и АНВ-активированного расплавов.

Научная новизна результатов, полученных в диссертационной работе:

– Экспериментально установлено, что организация в расплавах на основе химических соединений конвективных вибрационных потоков, контролируемых посредством низкочастотной осцилляции погруженного в расплав химически инертного тела, приводит к структурным перестройкам в расплаве; при этом изменения тем сильнее, чем ближе температура расплава к температуре кристаллизации.

– Установлены закономерности в изменении структуры расплава сложного химического соединения, на примере неорганических и органических химических соединений, в зависимости от температуры и интенсивности вибрационной активации расплава.

– Экспериментально установлено различие в характере плавления кристаллов, выращенных традиционным методом Чохральского и при АНВ активации расплава: показано, что тепловой эффект плавления различается на 3%, при этом плавление кристаллов, полученных с АНВ активацией расплава, начинается при меньшей температуре, чем плавление кристаллов, выращенных из неактивированного расплава.

Объекты и методики исследований. Объектами исследования были расплавы и кристаллы высокочистого нитрата натрия, расплавы жирных кислот и смеси парафинов, состав и свойства которых исследовали современными методами комбинационного рассеяния света (QE65000, Ocean Optics), рентгеновской дифракции (D8 Advance Bruker с высокотемпературной приставкой HTC-1200 Anton Paar), дифференциальной сканирующей калориметрии (STA 449 F3 Jupiter, Netzsch-Gerätebau GmbH), рентгено-флуоресцентного зондового анализа (INCA ENERGY 3D MAX, Oxford Instruments), масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (NexION 300D, Perkin Elmer). Численное моделирование выполняли с использованием пакетов прикладных программ ANSYS FLUENT (ver. 6.4-14.5) и Gambit.

Практическая значимость работы.

– Сконструирована, изготовлена установка и на ее основе разработана методика измерения спектров КРС расплава химических соединений в

интервале температур от 298 К до 643 К при изотермичности рабочего объема не хуже ± 1 К, в том числе при активации расплава аксиальными низкочастотными вибрациями, с интегральной погрешностью измерения спектров не более 1 отн. %.

- Разработана методика и построена верифицированная численная модель процесса тепломассопереноса в конденсированных фазах при выращивании кристаллов в конфигурациях методов направленной кристаллизации при воздействии на расплав аксиальными низкочастотными колебаниями погруженного инертного тела заданной конфигурации.
- По результатам численного моделирования процесса выращивания монокристаллов NaNO_3 в конфигурации Чохральского установлено распределение температур и скоростей у фронта кристаллизации при различных вибрационных режимах, обеспечивающих контроль за формой фронта кристаллизации от выпуклого, через плоский вплоть до вогнутого. По рекомендованным режимам выращены монокристаллы с повышенным структурным совершенством.

Основные положения, выносимые на защиту

- Численная модель процесса тепломассопереноса в жидкой фазе в конфигурации методов направленной кристаллизации при воздействии на жидкость аксиальными низкочастотными колебаниями погруженного инертного тела заданной конфигурации.
- Результаты численного моделирования процесса выращивания монокристаллов NaNO_3 в конфигурации Чохральского при различных режимах АНВ воздействия на расплав, обеспечивающих контроль за формой фронта кристаллизации от выпуклого, через плоский вплоть до вогнутого.
- Методика измерения спектров КРС расплава химического соединения, в том числе при АНВ активации расплавов.
- Экспериментальные данные о закономерностях АНВ-активированного и неактивированного процессов плавления и кристаллизации сложного химического соединения на примере нитрата натрия.
- Закономерности трансформации структуры расплава сложного химического соединения, на примере неорганических и органических химических соединений, в зависимости от температуры и интенсивности АНВ.

Надежность и достоверность результатов исследования основана на статистической значимости экспериментальных данных, полученных с

помощью взаимодополняющих современных инструментальных методов структурного анализа, подтвержденных результатами теоретических расчетов с применением высокопроизводительных вычислительных систем. Результаты получены на основании исследований, проведенных на высоком научном и техническом уровне с применением современных методов исследования (спектроскопии комбинационного рассеяния света, высокотемпературной рентгеновской дифрактометрии, сканирующей дифференциальной калориметрии, рентгено-флуоресцентного зондового анализа).

Личный вклад автора

В диссертации изложены результаты работ, выполненных автором в течение 6 лет. Личный вклад в диссертационную работу заключается в участии в постановке задач исследований, в проведении численного моделирования, проведение экспериментов (разработке и изготовлении лабораторных стендов-установок, проведении экспериментов по физическому моделированию и измерению спектров комбинационного рассеяния света в кристаллах и расплавах), в обсуждении, анализе и обработке результатов и формулировании основных выводов. Анализ и обобщение результатов по рентгеновской дифрактометрии, спектроскопии комбинационного рассеяния, рентгено-флуоресцентном анализе, дифференциальной сканирующей калориметрии выполнены в соавторстве.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы докладывались на: XIII и XIV Национальных конференциях по росту кристаллов (Москва, 17-21 ноября 2008, 12-18 декабря 2010), The 15th International Conference on Crystal Growth (12-17 August 2007, Salt Lake City, Utah, USA), The 17th American Conference on Crystals Growth and Epitaxy (9-4 August 2009, Wisconsin, USA), V Международный конгресс молодых учёных по химии и химической технологии МКХТ-2009 (10-15 ноября 2009, Москва), The 16th International Conference on Crystal Growth (2-8 August 2010, Beijing, China), 5th International Workshop on Crystal Growth Technology (June 26-30, 2011, Berlin, Germany), 7th International Workshop on Modeling in Crystal Growth (October 28-31, 2012, Taipei, Taiwan), The 17th International Conference on Crystal Growth and Epitaxy (August 11-15, 2013, Warsaw, Poland), E-MRS Spring meeting (June 25-29, 2014, Lille, France), 6th International Workshop on Crystal Growth Technology (June 15-19, 2014, Berlin, Germany).

Публикации по теме диссертации. Основные результаты работы изложены в 20 научных работах, в том числе в 8 статьях в ведущих рецензируемых

журналах, в 12 докладах на конференциях.

Структура и объем работы Диссертация состоит из введения, четырех глав, основных результатов и выводов и списка литературы. Общий объем диссертации – 137 страниц, включая 61 рисунок, 15 таблиц и 191 цитируемых источников литературы.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность рассматриваемой проблемы, сформулированы цель и задачи работы, определены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, указаны положения, выносимые на защиту, обоснованы надежность и достоверность результатов. Приведены сведения об апробации работы.

В первой главе рассмотрены современные представления о структуре жидкой фазы сложного химического состава. Выполнен анализ изменения различных интегральных характеристик, которые свидетельствуют о наличии структурного упорядочения расплава вблизи температуры плавления. Рентгеноструктурные исследования жидкой фазы позволяют оценить размер и структуру кластеров.

В данном разделе диссертационной работы освещен также вопрос о моделях кристаллизации расплавов. Показаны основные ограничения различных моделей, из которых наиболее существенным является ограничения по количеству анализируемых атомов и молекул ($\sim 10^2$ - 10^6 штук) и малых времен ($\sim 10^{-9}$ - 10^{-6} с) из-за ограничений в вычислительных мощностях.

Рассмотрены литературные данные о способах управления тепломассопереносом и активации расплавов в процессах выращивания кристаллов методами направленной кристаллизации. Показано, что на сегодняшний день одним из самых энергоэффективных способов создания управляемых конвективных потоков являются различные варианты вибрационного перемешивания расплава. Серьезные перспективы связывают с вибрационным перемешиванием, которые авторы назвали метод аксиальных низкочастотных вибраций – АНВ. Суть метода заключается в гармонических, аксиальных относительно ростового контейнера, осцилляциях либо растущего кристалла, либо погруженного в расплав твердого тела. Экспериментально было установлено, что АНВ активация приводит к изменению теплоты процесса кристаллизации расплава NaNO_3 . Это позволило авторам высказать гипотезу о том, что АНВ активация расплава приводит к изменению структуры расплава.

Во второй главе приведены основные уравнения для численного модели-

рования, с указанием граничных условий, схем лизации и дискретизации уравнений, алгоритма получения конечного решения. Оптимизирована геометрия расчетной сетки для численного моделирования АНВ процесса выращивания кристаллов в конфигурации Чохральского (рис.1), которая состоит из верхней и нижней неподвижных зон (1,5), двух деформируемых зон (2,4) и одной движущейся зоны вокруг осциллирующей диска (3).

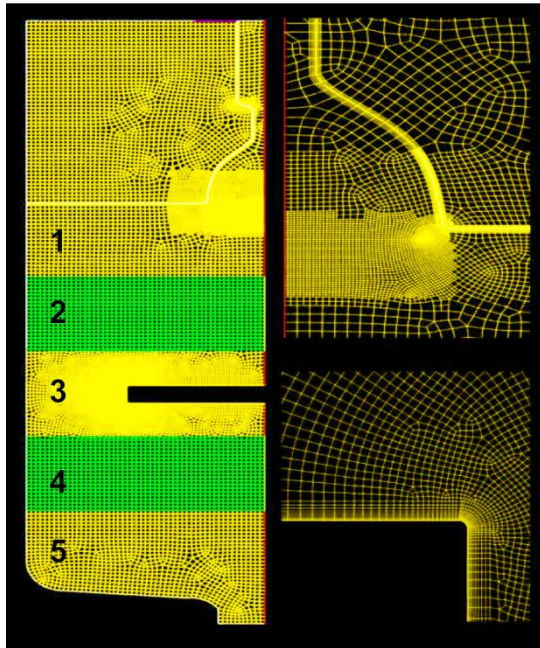


Рис. 1. Расчетная сетка для 2D численного моделирования процесса выращивания кристаллов NaNO_3 методом Чохральского при введении АНВ в расплав

мах введении АНВ в расплав (АНВ-Ч-Д) (рис.4). Установлен режим, обеспечи-

Проведена верификация результатов численного моделирования для физического эксперимента на модельной жидкости (водно-глицеринового раствора) как для режима термогравитационной, так и вынужденной вибрационной конвекции (рис.2,3). Получено согласие между распределение потоков и температуры по объему тигля в пределах 20 отн.% по скорости и 1-2 К по температуре.

С помощью верифицированной численной модели выполнены расчеты процессов выращивания кристаллов NaNO_3 в конфигурации Чохральского (ТК-Ч) при различных режи-

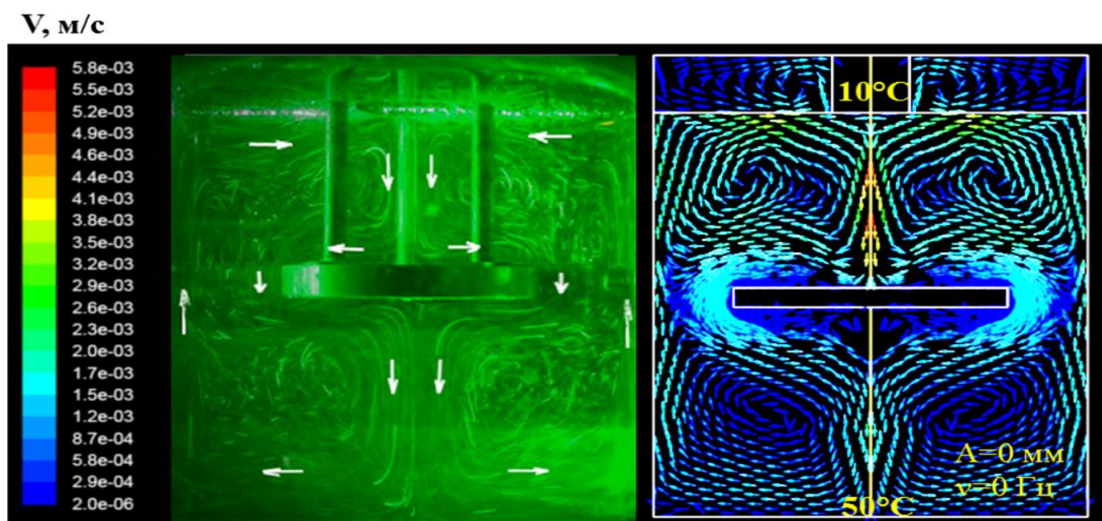


Рис. 2. Картина термоконвективных потоков (слева) и расчетные значения поля скоростей (справа) при градиенте на фронте кристаллизации 10 К/см

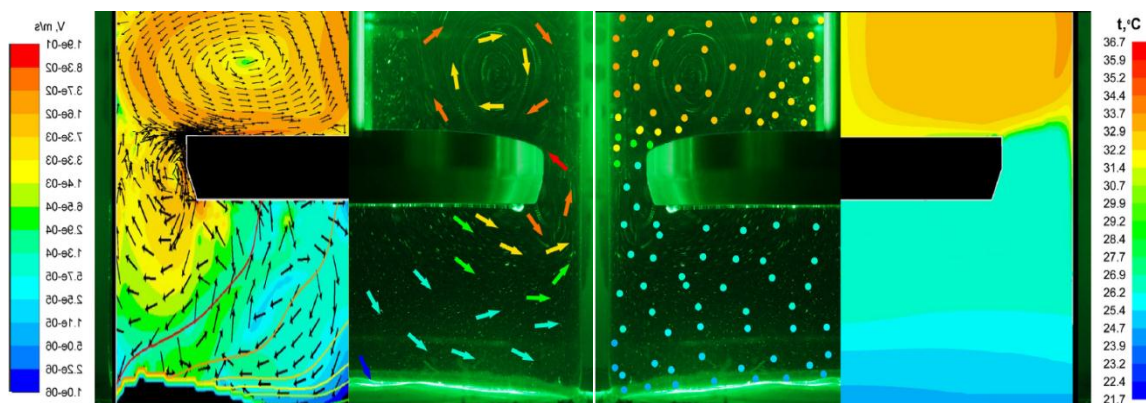


Рис. 3. Результаты численного и физического моделирования воздействия АНВ на водно-глицериновый раствор ($\nu=10$ сПз) при $A=0,3$ мм и $f=25$ Гц
 вающий получение плоского фронта кристаллизации в процессе выращивания.

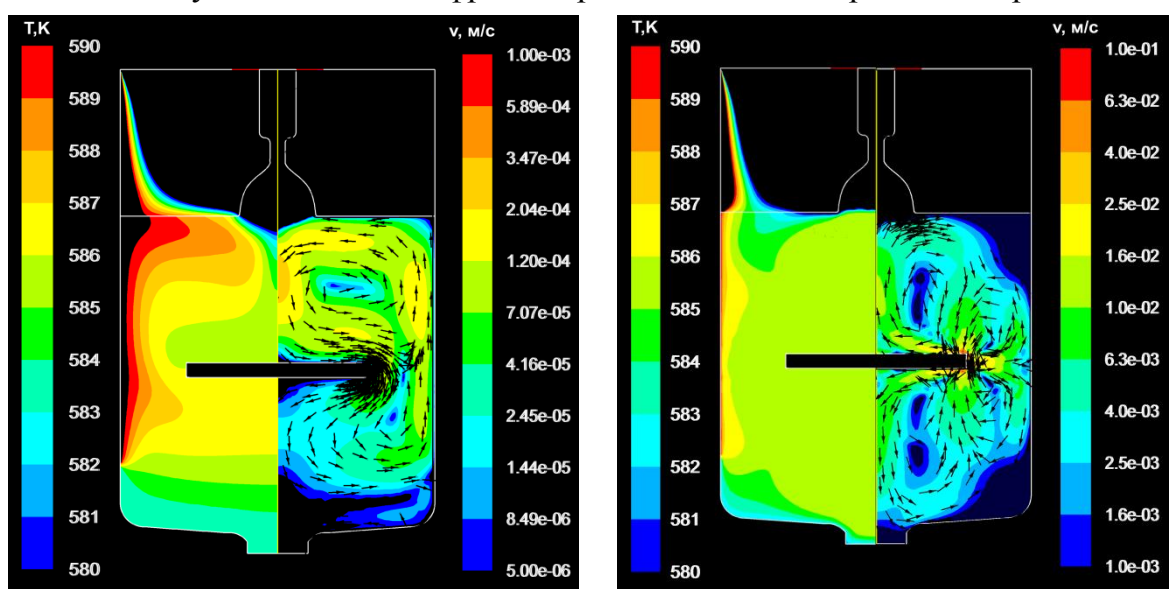


Рис. 4. Распределение температур и векторов осредненных скоростей вибрационных потоков в расплаве при выращивании кристаллов NaNO_3 методом Чохральского с погруженным под кристалл неподвижным диском (слева) и гармонически осциллирующим диском с частотой 25 Гц и амплитудой 0,5 мм (справа)

В результате численного анализа АНВ процесса установлено, что при крайне невысоких затратах мощности (0,5 Вт) вблизи острой кромки осциллирующего диска моментальная скорость изменения вязкой диссипации достигает величин порядка 10^5 - 10^6 Вт $\text{с}^{-1}\text{м}^{-3}$ (рис.5). При этом мгновенная энергия, которая вводится при этих условиях в 1 нм^3 расплава у кромки диска, составляет 240 Дж/моль. Этой энергии достаточно для разрушения кластеров в жидкой фазе и изменения структуры расплава. Именно этим обуславливается высокая энергоэффективность техники АНВ при выращивании АНВ-Ч-Д кристаллов.

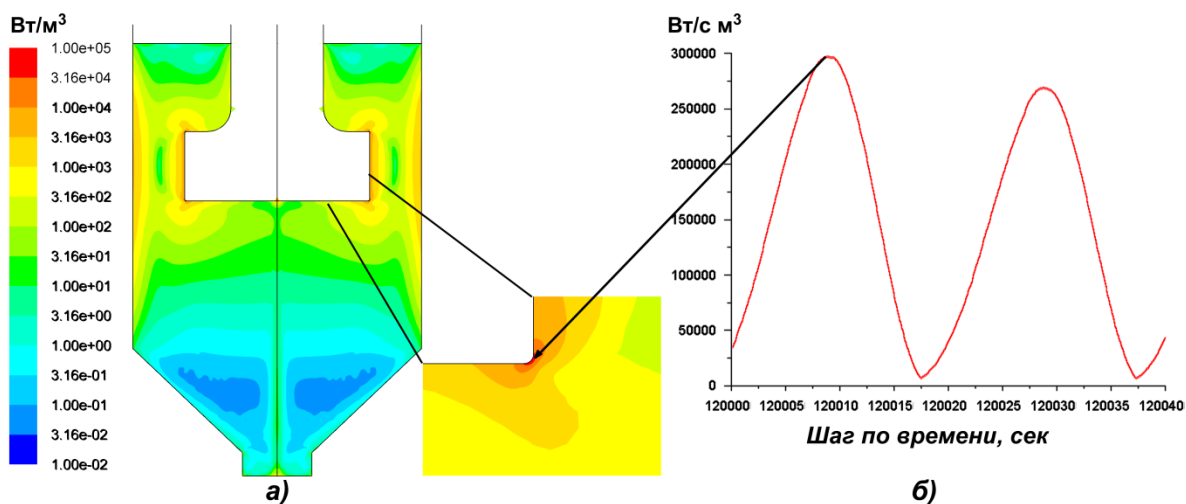


Рис. 5. Численное моделирование контуров удельной (а) и моментальной (б) скорости изменения вязкой диссипации АНВ ($f=25$ Гц, $A=0,7$ мм) активированного расплава NaNO_3

В третьей главе приведены результаты исследования КРС-спектров расплава NaNO_3 , жирных кислот и смеси парафинов. Для проведения исследований была разработана специальная ячейка (рис.6) и методика измерения спектров КРС расплавов при их активации АНВ. Приведены результаты численного моделирования экспериментальной ячейки: распределение температуры для ячейки в целом, а так же распределение температуры, форма и скорости потоков в объеме расплава внутри ячейки. Разработана методика съемки КРС-спектров расплавов при стабилизации температуры во время съемки не хуже 0,5 К и интегральной воспроизводимости спектров не хуже 10 отн. %.

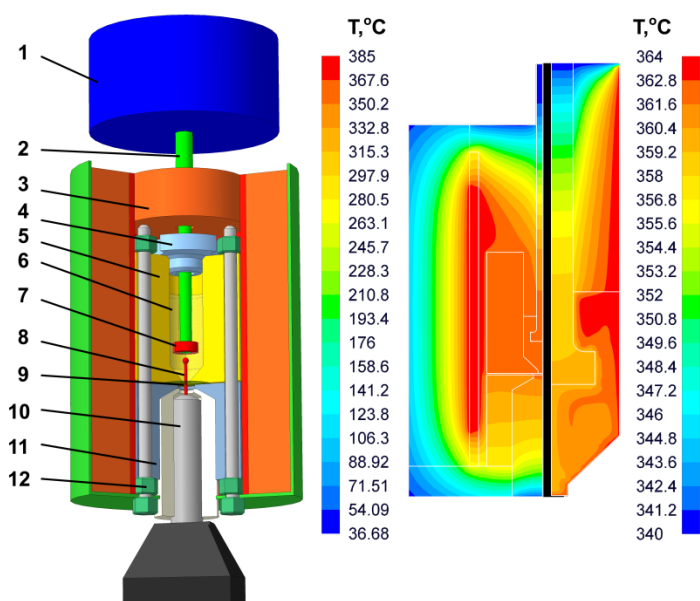


Рис. 6. Схема ячейки для съемки КРС-спектра расплава с введение АНВ с расчетным профилем температур: 1- вибращионный узел; 2-кварцевый шток; 3- теплоизоляция; 4 - стальная крышка; 5 – корпус ячейки; 6 - расплав; 7 - кварцевый диск; 8 - лазерный луч; 9 – кварцевое окно толщиной 0,1 мм; 10 - волновод КРС зонда; 11 –теплоизолирующий чехол; 12 – крепежные элементы.

Установлены закономерности изменения состояния расплава в зависимости от времени и интенсивности вибрационного воздействия (рис.8). Так, при

АНВ-активации расплава форма и положения максимумов пиков КРС-спектра смещаются и соответствуют таковым для более высокотемпературного расплава. После выключения вибраций расплав быстро приближается к своему изначальному, неактивированному состоянию. Показано, что при одной и той же интенсивности вибрационного воздействия ($I = A \times f^2$), варьируя частоту или амплитуду, можно одинаково эффективно управлять формой и скоростью вибрационно-конвективных потоков и воспроизводимо изменять структурные характеристики расплавов.

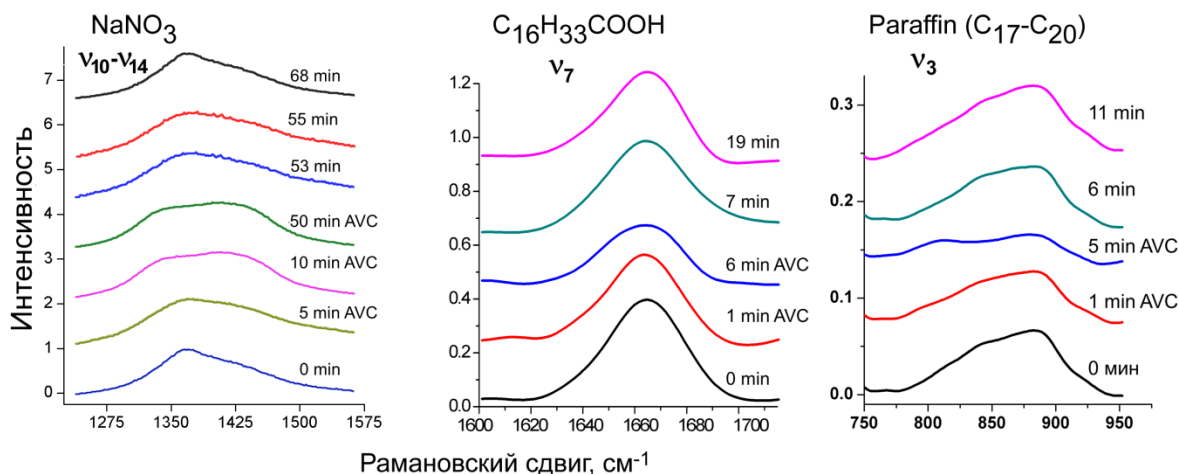


Рис. 7. Фрагменты КРС спектров от времени АНВ активации для расплавов: NaNO₃ (581 К), маргариновой кислоты (354 К) и смеси парафинов (C₁₇-C₂₀) (358 К)

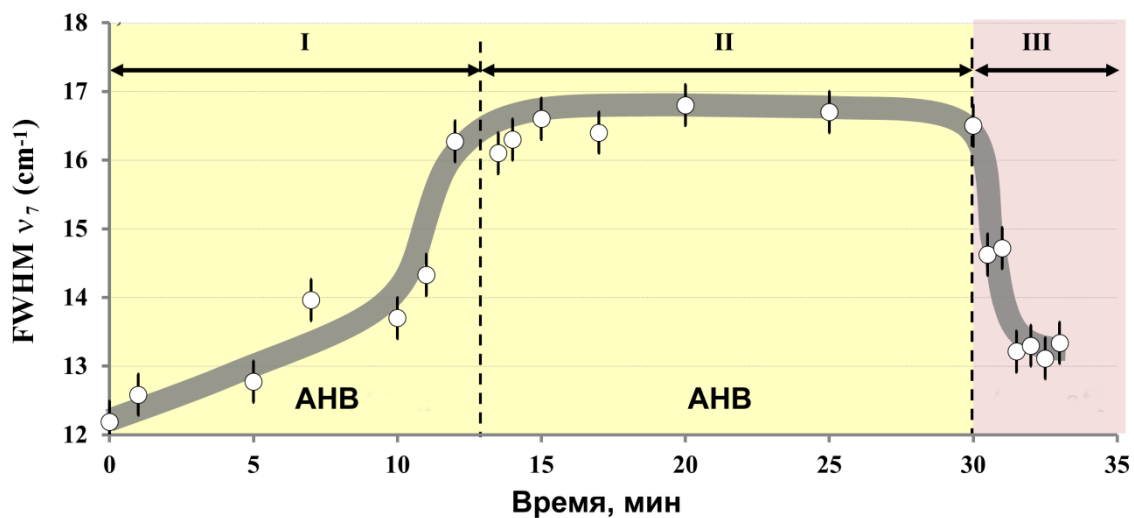


Рис. 8. FWHM v_7 -вибрационной моды КРС спектра маргариновой кислоты при АНВ активации $A=0.75$ мм $f=35$ Гц при $T=354$ К

На примере NaNO₃ установлены закономерности изменения свойств АНВ-активированного расплава при повышении температуры. Мерой структурных изменений в расплаве было принято соотношения площадей гауссиан пика для v_{10} и v_{14} колебательных мод КРС-спектра - S_1 (мода v_{10}) к S_2 (мода v_{14})

(рис.9). Показано, что чем ближе температура расплава к $T_{пл.}$, тем выше степень изменений, происходящих в расплаве под действием АНВ.

Исследование плавления кристаллов NaNO_3 показало различие в протекании этого процесса для ТК-Ч и АНВ-Ч-Д кристаллов. По данным ВТ-РФА АНВ-Ч-Д кристалл плавится уже при 573 К, а ТК-Ч кристалл только при 578 К

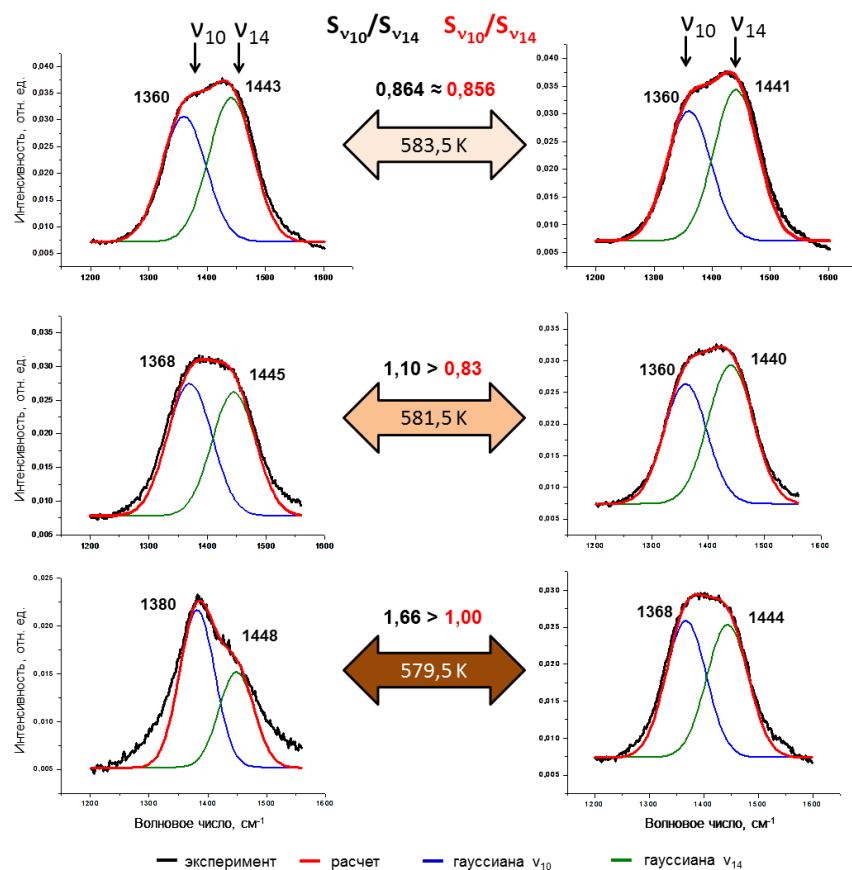


Рис. 9. Результаты декомпозиции фрагмента спектров КРС неактивированного (слева) и АНВ активированного ($f=30$ Гц, $A=0,7$ мм) (справа) расплавов NaNO_3

(рис.10). Анализ ФРР при температуре 573 К, когда АНВ-Ч-Д кристалл уже расплавился, а ТК-Ч препарат остается кристаллическим, указывают на одинаковый характер расположения частиц в кристалле и расплаве. В расплаве наблюдаются области когерентного рассеяния с размером до нескольких нанометров. Это могут быть кластеры, которые по мере по-

вышения температуры разрушаются.

Таблица 1 – Результаты ДСК для порошковых препаратов NaNO_3 , полученных из кристаллов, выращенных методом Чохральского (ТК-Ч-П) и методом АНВ-Ч-Д

Образец	Пик 1 ($R\bar{3}c \rightarrow R\bar{3}m$)				Пик 2 (плавление)			
	$T_{начало}$	$T_{пик}$	$T_{конец}$	ΔH	$T_{начало}$	$T_{пик}$	$T_{конец}$	ΔH
	К			кДж/моль	К			кДж/моль
ТК-Ч-П	544,0	548,3	553,8	-1.054 ± 0.095	578,0	585,5	590,3	-15.392 ± 0.016
АНВ-Ч-Д-П	542,8	548,6	554,9	-1.369 ± 0.101	571,5	584,9	591,1	-15.902 ± 0.017

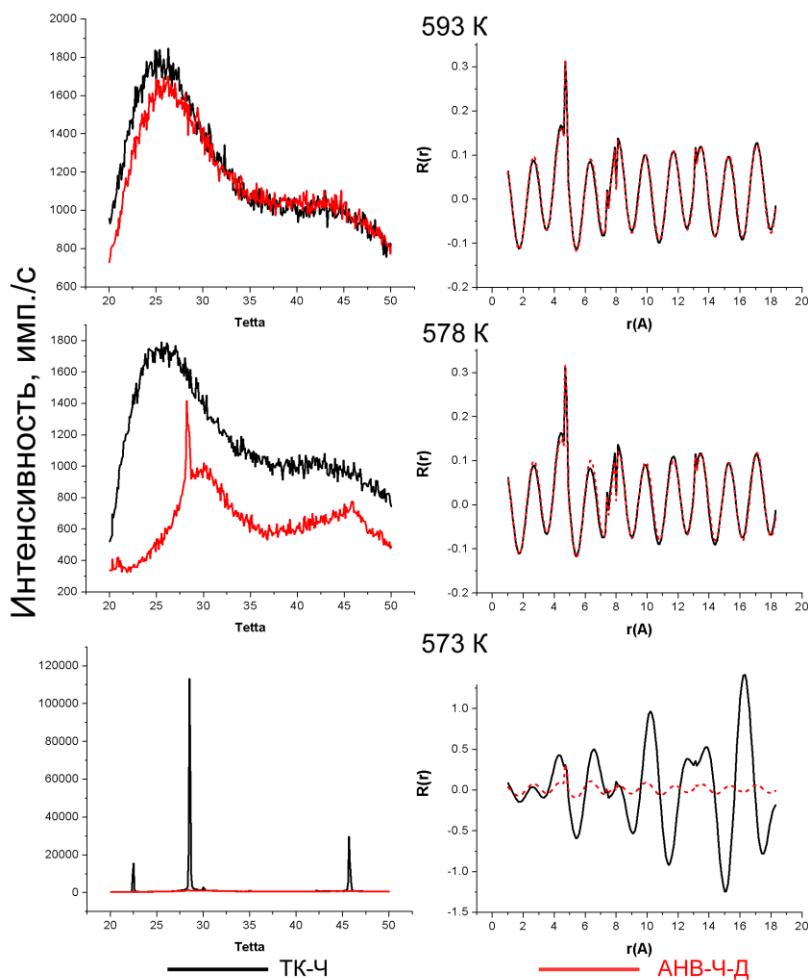


Рис. 10. Рентгеновские дифрактограммы (слева) и функция радиального распределения плотности (справа) порошков и расплавов NaNO_3 , полученных из ТК-Ч и АНВ-Ч-Д кристаллов при различных температурах

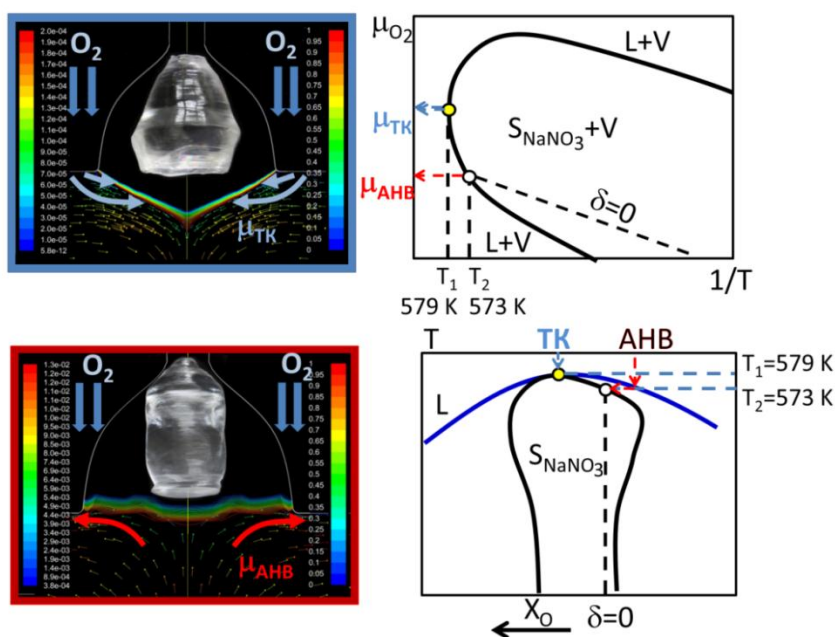


Рис. 11. Изменение нестехиометрии кристаллов NaNO_3 при АНВ активации расплава в процессе направленной кристаллизации в конфигурации Чохральского

ДСК-ТГ анализ показал различие в тепловых эффектах плавления ТК-Ч и АНВ-Ч-Д кристаллов: в случае АНВ-Ч-Д кристалла теплота плавления оказалась на ~ 3 отн. % выше по сравнению с ТК-Ч кристаллом (табл. 1).

Глава 4 посвящена обобщению результатов исследования. Предложено объяснение различия в $T_{пл.}$ двух типов кристаллов.

Предположим, что потоки в расплаве обуславливают концентрацию одного из компонентов системы - кислорода - у фронта кристаллизации. Причем термоконвективные потоки подносят кислород к фронту, а вибрационные - препятствуют его поступлению в зону кристаллизации (рис. 11).

Тогда ТК-Ч кристаллы растут при

более высоком химическом потенциале кислорода, и относительное валовое содержание кислорода в них будет выше, чем в АНВ-Ч-Д кристалле, выращенном при более низком химическом потенциале кислорода.

Сравнительный анализ составов этих двух типов кристаллов, проведенный с использованием рентгено-флуоресцентного электронно-зондового микроанализа, показал, что это действительно так (табл. 2).

Таблица 2 – Результаты рентгено-флуоресцентного определения состава кристаллов NaNO_3 , выращенных в различных режимах¹

Кристалл ТК-Ч			Кристалл АНВ-Ч-Д		
Na	N	O	Na	N	O
19,23±0,20	19,87±0,21	60,90±0,13	20,08±0,38	20,07±0,19	59,85±0,42

Обобщая результаты разнородных исследований (ДТА, ДСК-ТГ, РФА) термодинамических свойств кристаллов NaNO_3 , полученных как с использованием техники АНВ, так и без неё, была предложена диаграмма энергетических состояний кристалла и расплава NaNO_3 (рис.12).

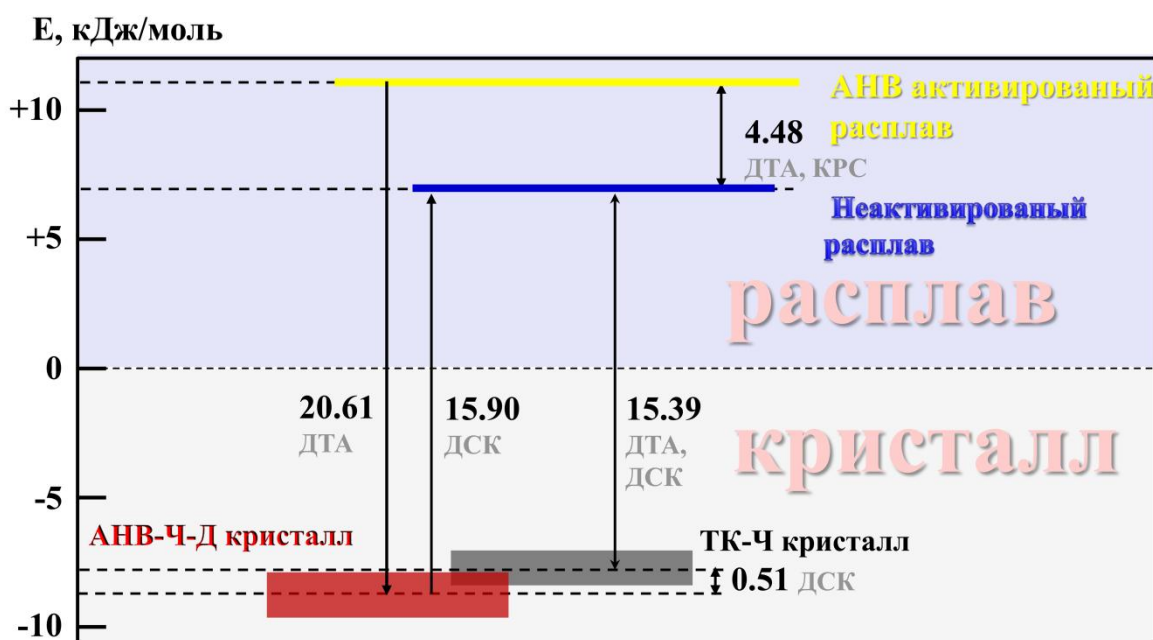


Рис. 12. Энергетическая диаграмма состояний расплава и кристаллической фазы NaNO_3 на основании данных ДСК, РФА, ДТА и спектров КРС

Нулевой уровень энергии ($E=0$) соответствует равновесному фазовому переходу «расплав – твердое». Энергетический уровень АНВ-активированного расплава выше, чем неактивированного при той же температуре. Энергетический

¹ Рентгено-флуоресцентный анализ выполнен на оборудовании Центра коллективного пользования имени Д.И. Менделеева

уровень АНВ-Ч-Д кристаллов ниже, чем у ТК-Ч кристаллов, выращенных классическим методом, что и обуславливает высокое структурное совершенство АНВ-Ч-Д кристаллов.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Выполнена оптимизация численной модели процесса тепломассопереноса в модельной жидкой фазе в конфигурации методов направленной кристаллизации при воздействии на жидкость аксиальными низкочастотными колебаниями погруженного инертного тела заданной конфигурации. Осуществлена верификация модели путем сравнения с результатами физического эксперимента.

2. На основе численного моделирования процесса выращивания монокристаллов NaNO_3 в конфигурации Чохральского установлено распределение температур и скоростей у фронта кристаллизации при различных вибрационных режимах, обеспечивающих контроль за формой фронта кристаллизации от выпуклого, через плоский вплоть до вогнутого. По рекомендованным режимам выращены монокристаллы с повышенным структурным совершенством.

3. Экспериментально установлено различие в характере плавления кристаллов, выращенных традиционным методом Чохральского и при активации расплава аксиальными низкочастотными вибрациями (АНВ): показано, что тепловой эффект плавления различается на 3%, при этом плавление кристаллов, полученных при активации расплава АНВ, начинается при меньшей температуре, чем плавление кристаллов, выращенных из неактивированного расплава.

4. Разработана конструкция ячейки, изготовлена установка на ее основе и разработана методика измерения спектров КРС расплава химических соединений в интервале температур от комнатной до 640 К при изотермичности рабочего объема не хуже ± 1 К, в том числе при активации расплава аксиальными низкочастотными вибрациями с интегральной погрешностью измерения спектров не более 1 отн. %.

5. Установлены закономерности в изменении структуры расплава сложного химического соединения, на примере неорганических и органических химических соединений, в зависимости от температуры и интенсивности вибрационной активации. Показано, что изменение структуры расплава под действием АНВ приводит к изменению его термодинамического состояния, которое частично наследуется кристаллом в процессе выращивания методами направленной кристаллизации.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

1. Avetissov I.Ch., Sadovskii A.P., **Sukhanova E.A.**, Zharikov E.V., Belogorokhov A.I., Levonovich B.N. Czochralski crystal growth assisted by axial vibrational control technique // J. Crystal Growth. 2010. V. 312. № 8. P. 1104-1108.
2. Avetissov I.Ch., **Sukhanova E.A.**, Sadovskii A.P., Kostikov V.A., Zharikov E.V. Experimental and numerical modeling of Czochralski crystal growth under axial vibrational control of the melt // J. Crystal Growth. 2010. V. 312. № 8. P. 1429-1433.
3. Avetissov I.C., **Sukhanova E.A.**, Khomyakov A.V., Zinovjev A.Yu., Kostikov V.A., Zharikov E.V. Simulation and crystal growth of CdTe by axial vibration control technique in Bridgman configuration // J. Crystal Growth. 2011. V. 318. № 1. P. 528-532.
4. Avetissov I.C., Sadovskii A.P., **Sukhanova E.A.**, Zharikov E.V. Single crystal growth by axial vibrational control technique in Czochralski configuration // J. Crystal Growth. 2011. V. 318. № 1. P. 979-982.
5. Avetissov I., Sadovskiy A., Belov S., Khomyakov A., Rekunov K., Kostikov V., **Sukhanova E.** Thermodynamic features of axial vibrational control technique for crystal growth from the melt. // CrystEngComm 2013. V. 15. P. 2213-2219
6. Avetissov I. C., Sadovskiy A.P., **Sukhanova E.A.**, Orlova G.Yu., Belogorokhov I. A., Zharikov E. V. Perfection of NaNO₃ single crystals grown by axial vibrational control technique in Czochralski configuration // J. Crystal Growth. 2012. V. 360. P.161-171
7. Avetissov I., Kostikov V., Meshkov V., **Sukhanova E.**, Grishechkin M., Belov S., Sadovskiy A. Modeling of axial vibrational control technique for CdTe VGF crystal growth under controlled cadmium partial pressure // J. Crystal Growth. 2014. V. 385. P.88-94
8. Avetissov I., Sadovskiy A., Belov S., Chan Kong Khan. Mozhevitina E., **Sukhanova E.**, Zharikov E. Czochralski growth of NaNO₃-LiNO₃ solid solution single crystals using axial vibrational control technique // J. Crystal Growth. 2014. V. 401. P.899-904
9. **Е. А. Суханова**, К. Л. Шулепов, В. А. Костиков, И. Х. Аветисов, Э. М. Кольцова, Е. В. Жариков. Моделирование процессов тепло-массопереноса при выращивании кристаллов методом Чохральского с активацией расплава низкочастотными аксиальными вибрациями // XIII Национальная конференция по росту кристаллов «НКРК-2008». Москва:17-21 ноября 2008 г. Тезисы докладов. Москва. ИКАН 2008. с. 58
10. **Sukhanova E.A.**, Sadovskii A.P., Avetissov I.Ch., Zharikov E.V. Modeling of Czochralski crystal growth under axial vibrational control of the melt // 17th American Conference on Crystal Growth and Epitaxy August 9-14, 2009, 2009 Abstract Book. P. 103
11. А. П. Садовский, М. Б. Гришечкин, **Е. А. Суханова**, А. Ю. Зиновьев, И. Х. Аветисов, Е. В. Жариков. Новый вариант метода аксиальных низкочастотных вибраций при выращивании кристаллов по Чохральскому // Успехи в химии и химической технологии. Сборник научных трудов. 2009. Т. XXIII. №8 (101). С. 93-96
12. **Е. А. Суханова**, А. В. Хомяков, А. Ю. Зиновьев, В. А. Костиков, И. Х. Аветисов, Е. В. Жариков Моделирование процесса роста кристаллов CdTe методом аксиальных низкочастотных вибраций в конфигурации метода Бриджмена //

- XIV Национальная конференция по росту кристаллов «НКРК-2010». Москва:6-10 декабря 2010 г. Тезисы докладов. Москва. ИКАН 2010. Т.2 с.291
13. I. Avetissov, **E. Sukhanova**, A. Zinovjev, V. Kostikov, E. Zharikov Simulation of CdTe crystal growth by axial vibration control technique in Bridgman configuration // The 16th Inter-national Conference on Crystal Growth (ICCG-16). August 8-13. 2010. Beijing. China. Session 9. Techn. Digest on CD-ROM. PB202
 14. I. Avetissov, A. Sadovskii, **E. Sukhanova**, E. Zharikov, A. Belogorokhov, A. Voloshin Single crystal growth by Axial Vibrational Control technique in Czochralski configuration // The 16th International Conference on Crystal Growth (ICCG-16). August 8-13. 2010. Beijing. China. Session 9. Techn. Digest on CD-ROM. PB201
 15. Sadovskii A.,**Sukhanova E.**, Orlova G., Belogorokhov I., Zharikov E., Avetissov I. Perfection of single crystals grown by Axial Vibrational Control technique in Czochralski configuration // 5th International workshop on Crystal Growth Technology, June 26-30, 2011 Berlin, Germany, IWCGT-5, Conference Book, P.155.
 16. A. Sadovskiy, **E. Sukhanova**, V. Kostikov, S. Belov, M. Grishechkin, A. Khomyakov, I. Avetissov Modeling of axial vibrational control technique for CdTe VGF crystal growth under controlled Cd partial pressure // European Conference on Crystal Growth ECCG4. Glasgow. UK.17-20 June 2012. <http://eccg4.org/Poster Abstracts.htm>. PO54.
 17. **Sukhanova K.**, Grishechkin M., Belov S., Kostikov V., Sadovskiy A., Avetissov I. Modeling of axial vibrational control technique for CdTe VGF crystal growth under controlled cadmium partial pressure // Proceeding of the 7th International Workshop on Modeling in Crystal Growth. October 28-31. 2012. Taipei. Taiwan. P.115-116
 18. I. Avetissov A. Sadovskiy, S. Belov, Chan Kong Khan, **E. Sukhanova**, E. Zharikov Optimization of vibrating baffle configuration at AVC-CZ crystal growth // Scientific Program and Book of Abstracts 17th International Conference on Crystal Growth and Epitaxy. 2013. Warsaw (Poland) 11th-16th August 2013, P. 494-495.
 19. I. Avetissov A. Sadovskiy, M. Grishechkin, V. Meshkov, A. Khomyakov, V. Kostikov, **E. Sukhanova**, E. Mozhevitina VGF Growth of CdTe Crystal Assisted by Axial Vibration Control Technique Under Controlled Cadmium Pressure //Scientific Program and Book of Abstracts 17th International Conference on Crystal Growth and Epitaxy. 2013. Warsaw (Poland) 11th-16th August 2013, P. 391-392.
 20. A. Sadovskiy, **E. Sukhanova**, S. Belov, I. Avetissov Melt structure control in crystal growth process Symposium V : Effect of natural and forced convection in materials crystallization of the E-MRS 2014 Spring Meeting May 26th-30th, 2014 Lille, France, P.6