

А.В. Богомаз⁽¹⁾, нач. лаборатории, к.т.н.

Т.В. Критская⁽²⁾, профессор, д.т.н.

А.В. Карпенко⁽²⁾, ассистент

ТЕПЛОВОЙ УЗЕЛ РОСТОВОЙ КАМЕРЫ УСТАНОВКИ ВЫРАЩИВАНИЯ КРУПНОГАБАРИТНЫХ КРИСТАЛЛОВ ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПОГРУЖНОГО ВРАЩАЮЩЕГОСЯ ФОРМООБРАЗОВАТЕЛЯ

⁽¹⁾ Казенное предприятие «Запорожский титано-магнийевый комбинат»,

⁽²⁾ Запорожская государственная инженерная академия

Розроблено та випробувано конструкцію теплового вузла для вирощування великогабаритних кристалів германію методом погрузного формоутворювача, що обертається. У конструкції як матеріал тигля було використано графіт марки ГМЗА-0 тп вуглецьвуглецевий композиційний матеріал, ущільнений піровуглецем, марки ВКП-2У. Встановлено ряд переваг тиглів з ВКП-2У в частині забезпечення заданого розподілу температури за поверхні тигля, підвищення механічної міцності та зниження частки включень сажі у кристалі. За дослідно-промислових умов одержано кристали германію діаметром до 420 мм з високими оптичними характеристиками.

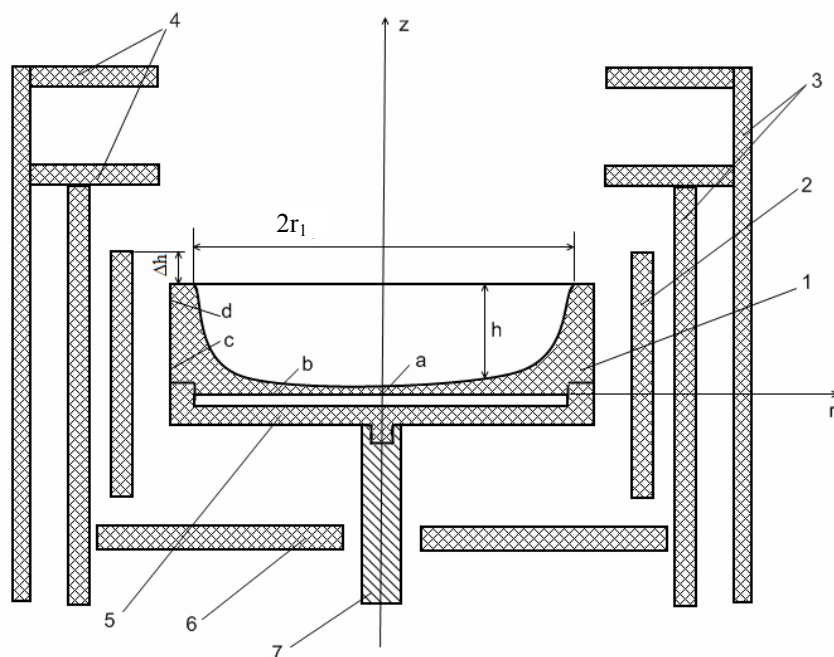
Разработана и испытана конструкция теплового узла для выращивания крупногабаритных кристаллов германия методом погружного вращающегося формообразователя. В конструкции в качестве материала тигля использованы графит марки ГМЗА-О и углерод-углеродный композиционный материал, уплотненный пироуглеродом, марки ВКП-2У. Установлен ряд преимуществ тиглей из ВКП-2У в части обеспечения заданного распределения температуры по поверхности тигля, повышения механической прочности и снижения доли сажистых включений в кристалле. В опытно-промышленных условиях получены кристаллы германия диаметром до 420 мм с высокими оптическими характеристиками.

Введение. В современных оптических системах, работающих в ИК-области спектра, в качестве материала инфракрасных окон и линз используют германий, отличающийся высокой однородностью показателей преломления и прозрачности [1,2]. Отмеченные достоинства германия позволяют изготавливать из него оптические элементы, обладающие высокими характеристиками в части светосилы и качества изображения. В зависимости от области использования оптических систем определяются качественные характеристики материала. Так, например, в оптических системах космического базирования с высокой разрешающей способностью требуются крупногабаритные (более 300 мм) кристаллы германия с регулируемым распределением удельного электрического сопротивления, низким уровнем внутренних напряжений и монокристаллической структурой.

Состояние вопроса. Крупногабаритные кристаллы германия получают, как правило, модифицированным способом Степанова с применением погружного вращающегося формообразователя (ПВФ) [3,4]. Геометрические размеры (конфигурация) выращенных кристаллов определяются геометрическими размерами формообразующего устройства. Данный способ позволяет получать кристаллы германия диаметром до 500 мм. Однако при увеличении диаметра кристаллов возникает ряд существенных трудностей в достижении требуемых характеристик. Увеличение диаметра выращиваемых кристаллов требует существенного роста массы расплава, что в сочетании с конструктивными особенностями ростовой камеры

установки (водоохлаждаемые стенки камеры, штоки вращения тигля и заправки) обуславливает резкое увеличение осевых и радиальных температурных градиентов в расплаве и, как следствие, флуктуации температуры на фронте кристаллизации. Уменьшение влияния указанных факторов на формирование структуры кристаллов достигается за счет разработки эффективной конструкции теплового узла ростовой камеры установки и последующей ее оптимизации в процессах получения крупногабаритных кристаллов германия.

Постановка задачи. Целью настоящей работы является разработка, испытание и оптимизация конструкции теплового узла установки для получения крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ.



1 - тигель, 2 - цилиндрический нагреватель, 3 - боковые тепловые экраны, 4 - потолочные тепловые экраны, 5 - подставка, 6 - донный тепловой экран, 7 - шток вращения тигля; $2 r_1 = 500$ мм, $h = 110$ мм, $\Delta h = 90$ мм, a, b, c, d - точки измерения температуры на наружной поверхности тигля

Рисунок 1 – Тепловой узел установки для выращивания крупногабаритных кристаллов методом ПВФ

Методика эксперимента и обсуждение полученных результатов. Разработку теплового узла выполняли для установки «Редмет-10» модернизированной конструкции. Сущность модернизации конструкции установки заключалась в замене стандартной ростовой камеры на камеру значительно больших (1000 х 1000 х 1000 мм) геометрических размеров, увеличении электрической мощности, подводимой к токовводам, а также обеспечении контроля и управления параметрами технологического процесса с высокой степенью точности и надежности. Схема разработанного теплового узла установки приведена на рис. 1.

Тепловой узел состоит из тигля, цилиндрических нагревателей, боковых, потолочных и донных тепловых экранов. Цилиндрические нагреватели выполнены из двух секций, соединенных параллельно, каждая из которых включает n плоских ячеек (элементов), соединенных последовательно (рис. 2).

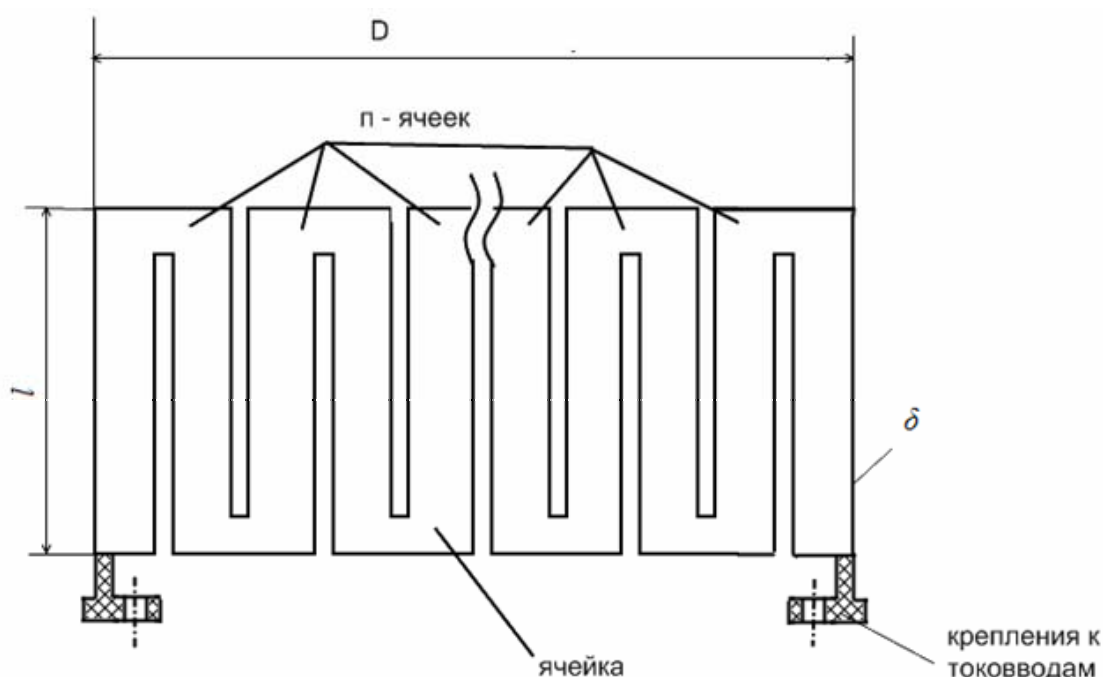


Рисунок 2 – Секция цилиндрического нагревателя
 $l = 360$ мм, $D = 570$ мм, $\delta = 10$ мм

Цилиндрические нагреватели изготовлены из графита марки МГ1 ОСЧ. Тепловые экраны выполнены из графита марки ГПЗА-0, при этом боковые экраны дополнительно обматывали углеродной тканью «Урал Т-22» и вискозным графитовым войлоком НТМ-200. Тигли изготавливали из графита марки ГМЗА-0 и материала ВКП-2У, являющегося углерод-углеродным композиционным материалом, уплотненным пироуглеродом. Внешний и внутренний диаметры тигля составляли соответственно 530 и 500 мм, а его высота от донной поверхности до торцевой части – ~ 110 мм. Высоту от торцевой поверхности тигля до верхней торцевой поверхности нагревателя Δh устанавливали на уровне 0 и 90 мм. Тепловой узел испытывали в процессах выращивания кристаллов германия диаметром 300...420 мм и высотой 30... 50 мм.

При испытаниях использовали формообразователь (на рис. 1 не показан), выполненный в виде полого цилиндра, жестко закрепленного на штоке затравки, который при выращивании кристаллов погружали в расплав германия. Внутренний диаметр формообразователя (полого цилиндра) соответствовал диаметру выращиваемого кристалла. Формообразователь изготавливали из графита марки 30ПГ ОСЧ или МГ-1 ОСЧ. В качестве исходных материалов использовали соответственно поликристаллический зонноочищенный германий с удельным электрическим сопротивлением более 48 Ом·см (при температуре 25 °С) и сурьму марки СУ00000. В процессе разращивания и вытягивания кристалла из расплава скорости вращения тигля и затравки поддерживали в интервале значений 2...6 и 4...8 мин⁻¹ соответственно. Скорость вытягивания при разращивании кристалла до стенок формообразователя составляла 0 мм/мин, а при вытягивании из расплава (формирование кристалла по его высоте) – 0,2...0,4 мм/мин. Измерение температуры на внешней наружной поверхности тигля (точки ее измерения a , b , c , d показаны на рис. 1) на различных стадиях формирования кристалла осуществляли при помощи хромель-алюмелевой термопары с регистрацией сигнала на приборе КСП-4. Погрешность измерения $\pm 1,5$ %.

В табл. 1 представлены результаты измерения температуры на наружной поверхности тигля, выполненного из углерод-углеродного композиционного материала ВКП-2У. Видно, что на стадии разращивания и вытягивания кристалла из расплава температура в каждой из четырех измеряемых точек практически остается постоянной. В донной части тигля (точки *a*, *b*) температура на стадии разращивания и вытягивания кристалла меньше температуры в нижней боковой его части (точка *c*) и практически не отличается от температуры в верхней боковой части тигля (точка *d*). Такое распределение температуры обусловлено тем, что энергия, излучаемая от цилиндрических нагревателей, подводится к боковой поверхности тигля и максимальный ее отвод (также за счет теплового излучения) происходит с открытой поверхности расплава, растущего кристалла и донной поверхности тигля.

Таблица 1 – Результаты измерения температуры на наружной поверхности тигля, выполненного из композиционного материала ВКП-2У

Термо-пара	Плав-ление, °С	Затрав-ление, °С	Разращивание, °С			Вытягивание, °С			Охлаждение, °С (эл. ток нагревателя, А)		
			«н»	«с»	«о»	«н»	«с»	«о»	600	500	400
<i>a</i>	935	993	948	948	948	944	945	945	933	906	805
<i>b</i>	978	960	945	946	946	946	946	943	941	921	796
<i>c</i>	1102	1023	1006	1005	1005	1005	1004	1004	989	947	807
<i>d</i>	1051	954	955	952	952	955	953	952	937	900	761

Примечание: «н», «с» и «о» - соответственно начало, середина и окончание процесса

Проведены также измерения температуры на наружной поверхности тигля, выполненного из графита ГМЗА-0, при этом условия выращивания кристаллов германия из таких тиглей поддерживали идентичными для процессов получения кристаллов из тиглей, изготовленных из материала ВКП-2У. Общий характер распределения температуры на различных стадиях формирования кристалла практически не зависит от материала тигля. Однако, в случае выполнения тигля из материала ВКП-2У распределение температуры на наружной его поверхности более однородное и температура в донной его части ниже (на 50...100 °С), чем в тигле из графита ГМЗА-0.

Более низкая температура в донной части тигля, выполненного из углерод-углеродного композиционного материала ВКП-2У, уплотненного пироуглеродом, обусловлена значительной анизотропией его теплофизических свойств [5,6]. Так, материал ВКП-2У, по данным изготовителя, имеет теплопроводность в направлении прессования в 8...10 раз меньшую (3...5 Вт/м·К), чем в направлении ему перпендикулярном (40...60 Вт/м·К), то есть тигель, изготовленный из композиционного материала, выполняет функции дополнительного экрана, уменьшает потери теплоты с донной его части и выравнивает температурное поле в расплаве, существенно снижая при этом радиальные температурные градиенты и, соответственно, вероятность образования поликристаллических включений в кристалле.

Опыт практической работы по получению крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ показал, что после отрыва выращенного кристалла от расплава в тигле остается порядка 40...60 % германия от загруженного. Так, например, при

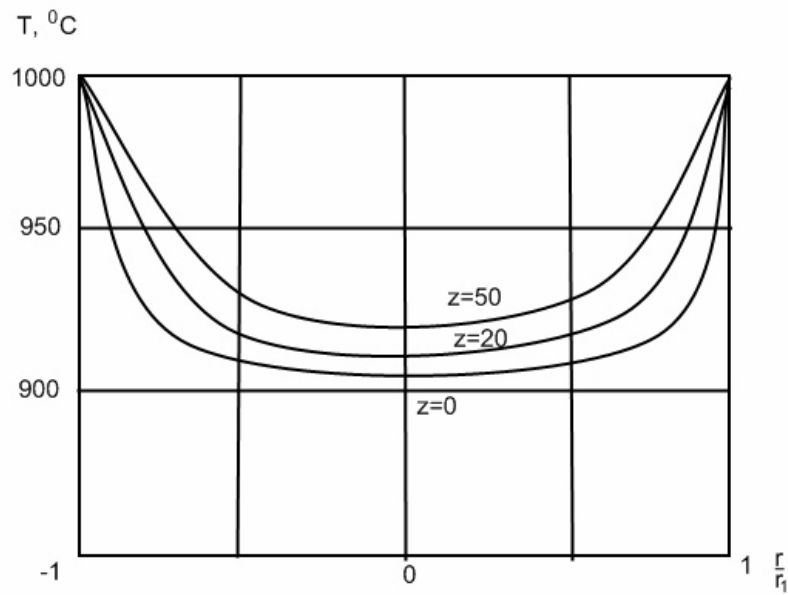
выращивании кристаллов германия диаметром ~320 и ~350 мм высотой ~50 мм в тигле с внутренним диаметром ~500 мм остается соответственно 59,9 % (36,5 кг) и 51,2 % (~25 кг) германия в расплаве. Кристаллизация такого значительного количества германия в тигле резко повышает вероятность его разрушения и пролива части расплава в ростовую камеру установки выращивания.

Разрушение тигля происходит вследствие увеличения объема германия при его кристаллизации ($V_{жс}/V_{тв} \cong 0,956$). После отрыва выращенного кристалла и отключения нагревателей кристаллизация расплава начинается, в первую очередь, на границе расплава с донной частью тигля и газовой атмосферой ростовой камеры, что связано с наиболее интенсивным отводом теплоты с указанных поверхностей. Развитие этого процесса приводит к образованию кристаллической фазы в донной и поверхностной областях тигля. Вблизи боковой поверхности тигля в начальный момент, вследствие высокой остаточной температуры нагревателя, кристаллизация расплава практически не наблюдается.

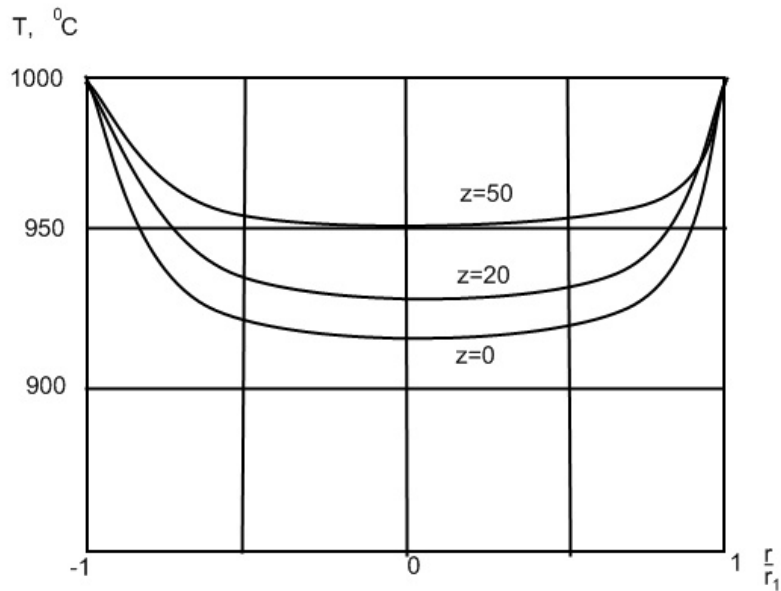
При дальнейшей кристаллизации и увеличении объема твердой фазы германия по сравнению с жидкой фазой, ранее образовавшаяся кристаллическая фаза совершает движение как в вертикальном, так и в горизонтальном направлениях. Результирующее направление движения края такой фазы составляет острый угол с нормалью поверхности расплава и, в некоторый момент времени, усилие, прикладываемое к боковой поверхности и к поверхности сопряжения дна и стенки тигля, может превысить предел прочности материала, что приводит к его разрушению.

Поэтому тигли, применяемые в процессах выращивания крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ, должны обладать высокой механической прочностью. В полной мере таким требованиям соответствуют тигли, выполненные из композиционного материала ВКП-2У, что обусловлено его слоистой структурой, связанной с особенностями технологического процесса получения данного материала (ориентацией армирующих углеродных волокон в процессе прессования).

Кроме того, высокая механическая прочность композиционного материала, низкая зольность и высокая его стойкость к истиранию приводит также к резкому снижению сажаистых включений и, как следствие, существенно уменьшается общее количество шлака на поверхности расплава в тигле [7].



а)



б)

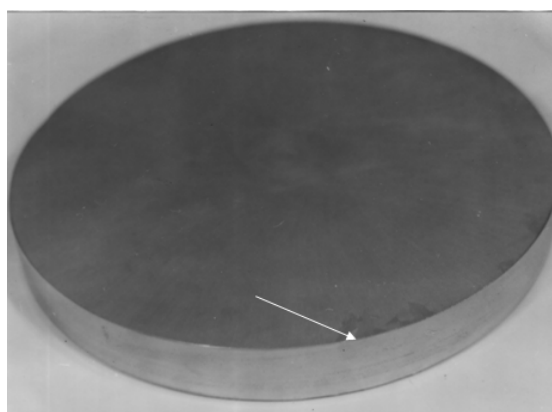
Рисунок 3 – Теоретическое распределение температуры по разрезу тигля на различной глубине расплава (z) при различной высоте выступающей над расплавом торцевой поверхности нагревателя $\Delta h = 0$ (а) и $\Delta h = 90$ мм (б)

В работе [8] нами получены выражения для определения распределения температуры по радиусу и глубине расплава в тигле для случаев с учетом и без учета теплового излучения с боковой поверхности нагревателей. Используя полученное выражение

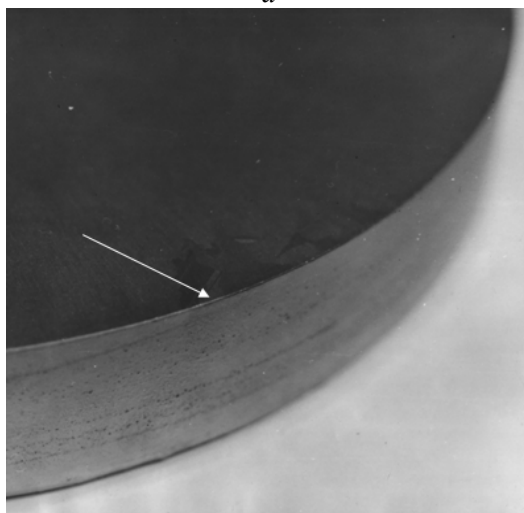
$$T = T_1 - \sum_{n=1}^{\infty} C_n \cdot \exp\left[-\frac{z}{r_1} \cdot \gamma_n\right] \cdot I_0\left(\gamma_n \cdot \frac{r}{r_1}\right), \quad (1)$$

где T_1 – температура на боковой поверхности тигля; C_n – постоянная, определяемая из условия баланса энергии на границе $z = 0$; $I_0\left(\gamma_n \cdot \frac{r}{r_1}\right)$ – функция Бесселя нулевого

порядка первого рода; γ_n – корни уравнения $I_0(\gamma_n)=0$, а также вычисленные постоянные, определяли распределение температуры по радиусу тигля [9] на различной глубине расплава ($z = 0, 20, 50$ мм). Расчет выполняли для случаев, когда высота торцевой поверхности нагревателя, выступающей над тиглем, составляет 0 и 90 мм (рис. 3, а, б). Как видно из рис. 3, в центральной части тигля ($r/r_1 < 0,6$) распределение температуры близко к равномерному. Напротив, при приближении к боковой поверхности тигля температура резко повышается. Повышается также температура и во внутреннем объеме расплава, когда торцевая поверхность нагревателя выступает над торцевой поверхностью тигля.



а



б

Рисунок 4 – Внешний вид кристалла германия диаметром 300 мм (а) и часть его периферийной области, содержащая поликристаллические блоки (б)

Крупногабаритные кристаллы германия, выращенные, с использованием разработанной конструкции теплового узла, имеют практически монокристаллическую структуру и характеризуются однородным распределением удельного электрического сопротивления по его торцевым сечениям. Крупногабаритные кристаллы германия могут содержать отдельные поликристаллические включения (блоки), которые не оказывают существенного влияния на интегральные оптические характеристики материала. Поликристаллические блоки формируются, как правило, в периферийных областях кристалла, прилегающих к формообразователю. Внешний вид кристалла германия диаметром 325 мм, прошедшего механическую обработку (шлифовку), и часть его периферийной области, содержащая поликристаллические блоки, показаны на рис. 4. Коэффициент спектрального ослабления такого материала на длине волны 10,6 мкм в

монокристаллической и поликристаллической областях составляет соответственно менее 0,02 и 0,031 см⁻¹.

Выводы

1. Разработана и испытана конструкция теплового узла для выращивания крупногабаритных кристаллов германия методом ПВФ.

2. В процессе выращивания кристаллов выполнены измерения температуры на наружной поверхности тигля, изготовленного из углерод-углеродного композиционного материала, уплотненного пироуглеродом, и графита марки ГМЗА-0. Показано, что распределение температуры, в случае использования композиционного материала, более однородное и температура, вследствие анизотропии его теплофизических свойств, в донной части тигля ниже (на 50...100 °С), чем в тигле, выполненном из графита ГМЗА-0.

3. Установлено, что тигли из композиционного материала имеют ряд преимуществ (высокая механическая прочность, низкая зольность и высокая стойкость к истиранию) по сравнению с тиглями, выполненными из графита ГМЗА-0.

4. Выполнены теоретические расчеты распределения температуры по радиусу тигля на различной глубине (0, 20 и 50 мм) расплава для различной (0 и 90 мм) высоты части нагревателя, выступающей над торцевой поверхностью тигля. Установлено, что температура расплава при приближении к боковой поверхности тигля, а также при увеличении высоты части нагревателя, выступающей над торцевой поверхностью тигля, – увеличивается.

5. В опытно-промышленных условиях получены кристаллы германия диаметром до 420 мм с высокими оптическими характеристиками.

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. *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.
4. Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова / *П. И. Антонов*, А. М. Затуловский, А. С. Костыгов [и др.]. – Л.: Наука, 1981. – 280 с.
5. Искусственный графит / *В. С. Островский*, Ю. С. Вергильев, В. И. Костиков, Н. Н. Шилков. – Л.: ФТИ, 1982. – С. 138-142.
6. Свойства конструкционных материалов на основе углерода. Справочник / *В. Г. Нагорный*, А. С. Котосонов, В. С. Островский [и др.]. – М.: Металлургия, 1975. – 336 с.
7. *Богомаз А. В.* Шлакообразование при выращивании монокристаллов германия по методу Чохральского / А. В. Богомаз, Г. А. Доброхотов, Т. В. Критская // Металургія: наукові праці ЗДІА. – 2007. – Вип. 16. – С. 68-74.
8. *Богомаз А. В.* Расчет температурных полей при выращивании крупногабаритных кристаллов германия методом погружного вращающегося формообразователя / А. В. Богомаз, Т. В. Критская, С. И. Стрилько // Металургія: наукові праці ЗДІА. – 2009. – Вип. 20. – С. 83-91.
9. *Блох А. Г.* Основы теплообмена излучением / А. Г. Блох. – М.: Госэнергоиздат, 1962. – 375 с.

Стаття надійшла до редакції 04.01.2010 р.

Рецензент, проф. Ю.В. Трубіцин