

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

А.В. Богомаз¹, Т.В. Критская², А.В. Карпенко²

*¹Казенное предприятие «Запорожский титано-магниевого комбинат»,
Запорожье, Украина;*

*²Запорожская государственная инженерная академия, Запорожье, Украина
E-mail: abkarpenko@mail.ru; тел. +38(0612)63-69-17*

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-0 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 приводит к существенному росту массы расплава, что в сочетании с конструктивными особенностями ростовой камеры установки (водоохлаждаемые стенки камеры, штоки вращения тигля, затравки) обуславливает резкое увеличение осевых и радиальных температурных градиентов в расплаве и, как следствие, значительной 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.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Разработку теплового узла выполняли для установки «Р-10» модернизированной конструкции. Сущность модернизации заключалась в замене стандартной ростовой камеры на камеру значительно больших (1000 x 1000 x 1000 мм) геометрических размеров; увеличении электрической мощности, подводимой к токовводам, а также в 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).

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 вязким 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 – порядка 110 мм.

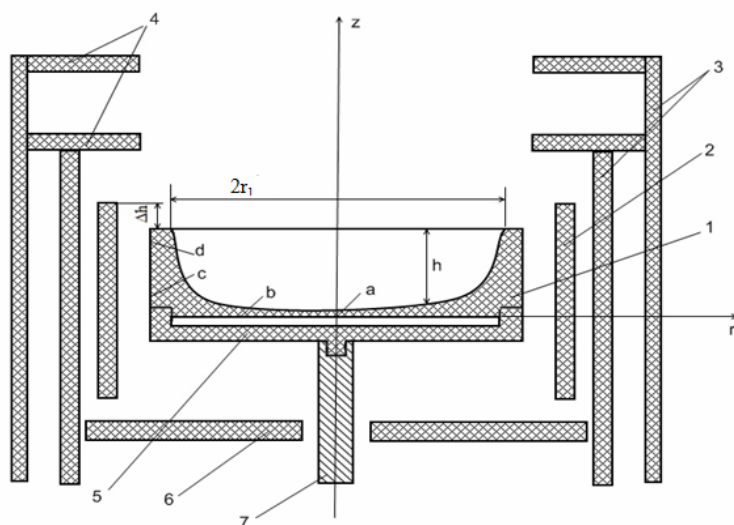


Рис. 1. Тепловой узел установки для выращивания крупногабаритных кристаллов методом ПВФ: 1 – тигель, 2 – цилиндрический нагреватель, 3 – боковые тепловые экраны, 4 – потолочные тепловые экраны, 5 – подставка, 6 – донный тепловой экран, 7 – шток вращения; $2r_1 = 500$ мм, $h = 110$ мм, $\Delta h = 90$ мм; a, b, c, d – точки измерения температуры на наружной поверхности тигля

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 исходного материала использовали соответственно поликристаллический зоноочищенный германий с удельным электрическим сопротивлением более 48 Ом·см (при температуре 25 °С) и сурьму марки СУ00000.

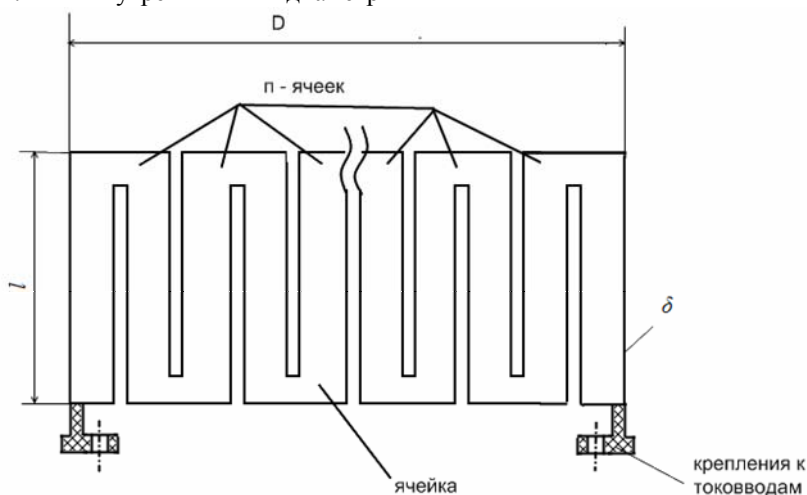


Рис. 2. Секция цилиндрического нагревателя: $l = 360$ мм, $D = 570$ мм, $\delta = 10$ мм

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 наружной поверхности тигля (см. точки a, b, c, d на рис. 1) на различных стадиях формирования кристалла осуществляли при помощи хромель-алюмелевой термопары с регистрацией

сигнала на приборе КСП-4. Погрешность измерения составляет $\pm 1,5\%$.

В таблице 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.

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)), т.е. 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.

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

Термо-пара	Плав-ление, °С	Заграв-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.

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 ($V_{ж}/V_{тв} \cong 0,956$). 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 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.

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

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

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

где T_1 – температура на боковой поверхности тигля;

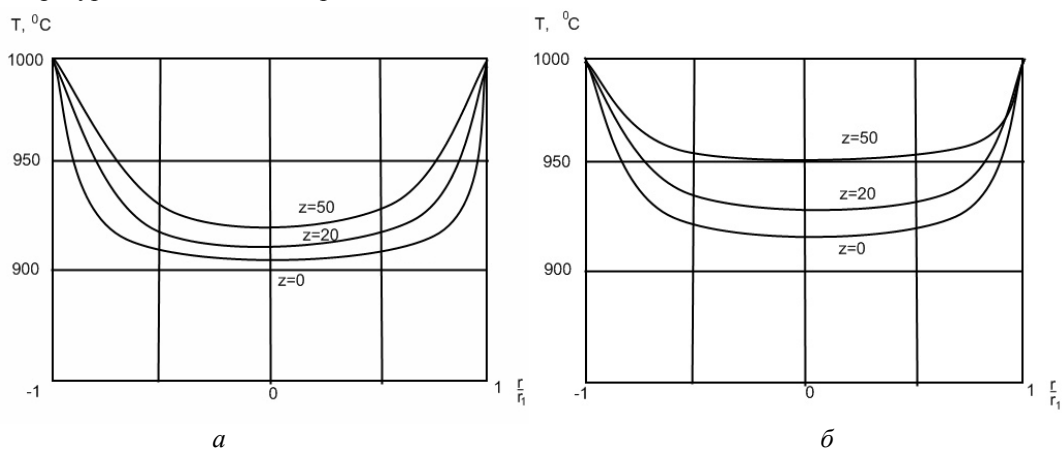


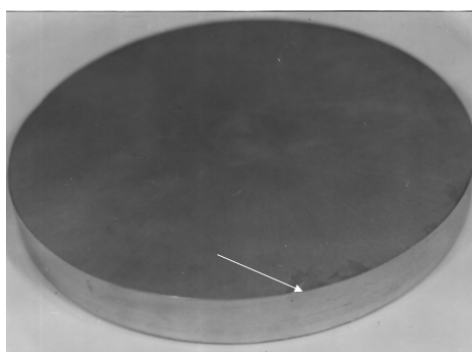
Рис. 3. Теоретическое распределение температуры по разрезу тигля на различной глубине расплава (z) при различной высоте выступающей над расплавом торцевой поверхности нагревателя: $\Delta h = 0$ (а) и 90 мм (б)

Крупногабаритные кристаллы германия, выращенные с использованием разработанной конструкции теплового узла, имеют практически монокристаллическую структуру и характеризуются

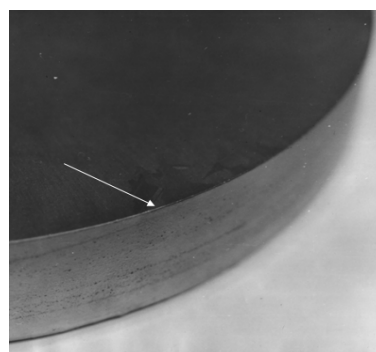
C_n – постоянная, определяемая из условия баланса энергии на границе $z = 0$; γ_n – корни уравнения $I_0(\gamma_n) = 0$, а также вычисленные постоянные, определяли распределение температуры по радиусу тигля на различной глубине расплава ($z = 0, 20, 50$ мм), $I_0(\gamma_n \cdot r/r_1)$ – функция Бесселя нулевого порядка первого рода.

Расчет выполняли для случаев, когда высота торцевой поверхности нагревателя, выступающей над тиглем, составляет 0 и 90 мм (рис. 3, а, б). Как видно из рисунка, 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.

однородным распределением удельного электрического сопротивления по его торцевым сечениям.



а



б

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

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, содержащей поликристаллические блоки, показаны на рис. 4.

Коэффициент спектрального ослабления такого материала по 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 (высокую механическую прочность, низкую зольность и высокую 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, выступающей над торцевой поверхностью тигля, части нагревателя увеличивается.

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

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. А.В. Наумов. Обзор мирового рынка германия // *Известия вузов. Материалы электронной техники*. 2004, №3, с. 7-14.

2. А.В. Наумов. Рынок германия: ошибки и перспективы // *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2008, №4, с. 13-23.

3. Е.П. Дудник, А.С. Кузнецов, Д.И. Левинзон. Применение способа Степанова для получения крупногабаритных профилированных монокристаллов германия // *Известия АН СССР. Серия «Физика»*. 1976, т. 40, №7, с. 1332-1335.

4. П.И. Антонов, А.М. Затуловский, А.С. Костыгов и др. *Получение профилированных монокристаллов и изделий способом Степанова*. Л.: «Наука», 1981, 280 с.

5. В.С. Островский, Ю.С. Вергильев, В.И. Костиков, Н.Н. Шилков. *Искусственный графит*. Л.: ФТИ, 1982, с. 138-142.

6. В.Г. Нагорный, А.С. Котосонов, В.С. Островский и др. *Свойства конструкционных материалов на основе углерода*: Справочник. М.: «Металлургия», 1975, 336 с.

7. А.В. Богомаз, Г.А. Доброхотов, Т.В. Критская. Шлакообразование при выращивании монокристаллов германия по методу Чохральского // *Металургія (Наукові праці ЗДІА)*. 2007, в. 16, с. 68-74.

8. А.В. Богомаз, Т.В. Критская, С.И. Стрилько. Расчет температурных полей при выращивании крупногабаритных кристаллов германия методом погружного вращающегося формообразователя // *Металургія (Наукові праці ЗДІА)*. 2009, в. 20, с. 83-91.

Статья поступила в редакцию 21.06.2013 г.

ТЕПЛОВИЙ ВУЗОЛ РОСТОВОЇ КАМЕРИ УСТАНОВКИ ВИРОЩУВАННЯ ВЕЛИКОГАБАРИТНИХ КРИСТАЛІВ ГЕРМАНІЯ МЕТОДОМ ЗАГЛИБНОГО ОБЕРТОВОГО ФОРМОУТВОРЮВАЧА

А.В. Богомаз, Т.В. Критська, А.В. Карпенко

Розроблена й випробувана конструкція теплового вузла для вирощування великогабаритних кристалів германія методом заглибного обертового формоутворювача. У конструкції в якості матеріалу тигля використаний графіт марки ГМЗА-0 і вуглець-вуглецевий композиційний матеріал, ущільнений піровуглецем, марки ВКП-2У. Установлений ряд переваг тиглів із ВКП-2У в частині забезпечення заданого розподілу температури по поверхні тигля, підвищення механічної міцності й зниження частки сажистих включень у кристалі. У дослідно-промислових умовах отримано кристали германія діаметром до 420 мм з високими оптичними характеристиками.

THERMAL NODE OF THE GROWTH VESSEL OF APPARATUS OF LARGE-SIZED CRYSTALS OF GERMANIUM GROWING BY THE IMMERSIBLE PIVOTED SHAPER METHOD

A.V. Bogomaz, T.V. Krytskaja, A.V. Karpenko

The construction of a thermal knot of the growth vessel of apparatus of large-sized crystals of germanium growing by the immersible pivoted shaper method is developed and tested. In a construction as a bowl material carbon ГМЗА-0 and carbon-carbon composite bodied by pyrolytic carbon ВКП-2У are used. Series of advantages of bowls from ВКП-2У in the part of assurance of the given allocation of temperature on a surface of a bowl, heightening of a mechanical strength and fraction soot impurities lowering in a crystal is fixed. In experimental-industrial conditions crystals of germanium in diameter to 420 mm with high optical characteristic are received.