

**А.Р. Ризун, В.М. Косенков, Ю.В. Голень, Т.Д. Денисюк**

Институт импульсных процессов и технологий НАН Украины, Николаев

## **РАЗРАБОТКА И ВНЕДРЕНИЕ ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНОГО ПРОЦЕССА ДЕЗИНТЕГРАЦИИ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ**



*Технологический процесс, разработанный с использованием высоковольтного электрического разряда как источника энергии для измельчения металлургического кремния, обеспечивает его дезинтеграцию на фракцию, необходимую для производства изделий электронной промышленности.*

*Ключевые слова: электроразрядная дезинтеграция, кремний, фракция, дисперсия.*

### **АКТУАЛЬНОСТЬ ПРОБЛЕМЫ**

Мировое увеличение потребления энергии неминуемо ведет к росту цен на традиционные ископаемые — нефть, газ, уголь — и к очень быстрому истощению имеющихся запасов. В качестве альтернативного источника энергии в большинстве высокоразвитых стран мира значительное место отводится солнечной энергетике. Относительно высокая цена энергии, которая вырабатывается солнечными батареями, обусловлена значительной стоимостью производства чистого кремния, спрос на который постоянно возрастает.

Сегодня чистый и сверхчистый кремний является одним из видов материалов, наличие которого определяет уровень развития высоких технологий. Предприятия-производители поли- и монокристаллического кремния требуют обновления основных фондов, внедрения новейших технологий, рассчитанных на использование отечественной минерально-сырьевой базы. На решение этой проблемы направлена государственная целевая научно-тех-

ническая программа «Создание химико-металлургической отрасли производства чистого кремния на протяжении 2009–2012 лет».

В процессе производства кремния высокой чистоты можно выделить три основных производственных этапа [1]:

- ✦ преобразование исходного материала в поликристаллический кремний;
- ✦ выращивание монокристаллических кремниевых слитков методом Чохральского или зонной плавки;
- ✦ изготовление кремниевых пластин из слитков.

В этом сложном энергоемком технологическом процессе производства кремния его необходимо на различных переделах неоднократно измельчать до определенных фракций, при этом к дисперсии фракций предъявляются определенные ограничения. По существующим технологиям измельчение осуществляют в молотковых, валковых, стержневых и шаровых мельницах, для которых характерно неуправляемое измельчение. При этом значительное количество материала переизмельчается, загрязняется аппаратным металлом и становится непригодным для использования в даль-

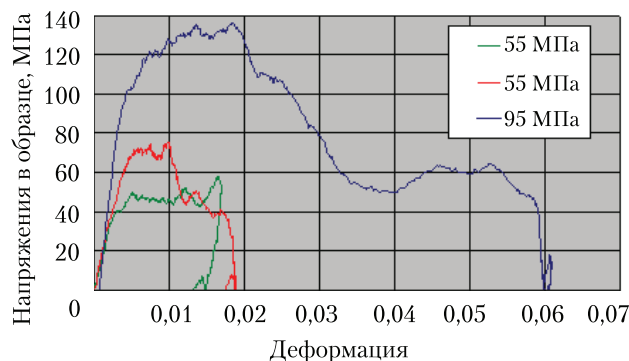


Рис. 1. Диаграмма динамического сжатия металлургического кремния

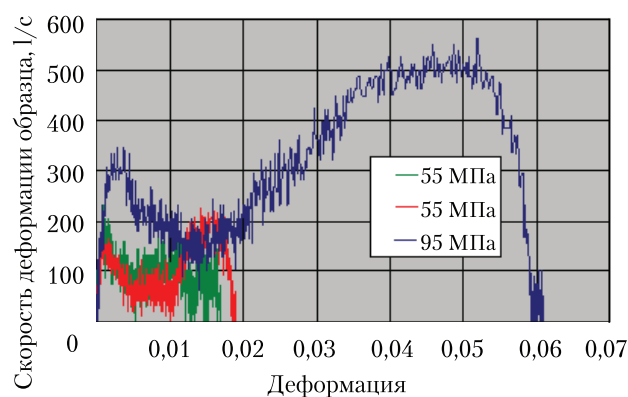


Рис. 2. Диаграмма скорости деформации металлургического кремния

нейших технологических процессах получения монокристаллического кремния высокой чистоты [2].

В рамках проекта сотрудниками Института импульсных процессов и технологий (ИИПТ) НАН Украины выполнен в 2009 году комплекс научно-технических и технологических работ, направленных на решение проблемы получения металлургического кремния с заданным фракционным составом при минимизации отходов и загрязненности аппаратным металлом методом воздействия такого мощного и в то же время легко управляемого источника энергии, как высоковольтный импульсный разряд в жидкости. Результаты ранее проведенных в ИИПТ исследований по разрушению, дроблению и измельчению природного и

искусственного минерального сырья показали, что импульсные электроразрядные технологии имеют ряд существенных преимуществ по сравнению с традиционными технологиями [3, 4]. Прежде всего — это возможности управления процессом дезинтеграции и получения заданной фракции. Для них характерно значительное снижение энергоемкости процесса и уменьшение капитальных затрат.

Целью нашей работы является обобщение результатов исследований электроразрядной селективной дезинтеграции металлургического кремния на фракцию, необходимую для производства монокристаллического кремния высокой чистоты.

### РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА

Предлагаемый технологический процесс предусматривает осуществить селективное измельчение металлургического кремния как на фракцию от 3 до 1 мм, так и на фракцию от 1 мм до 0,4 мм за счет действия импульсных высоковольтных разрядов как источника энергий высокой плотности. Фракции эти необходимы на различных этапах производства кремния высокой чистоты.

При электроразрядном способе обработки материалов плотность энергии в канале разряда сравнима с объемной плотностью энергии взрывчатых веществ [5]. Энергия, выделяющаяся в канале разряда, расходуется в основном на работу, совершаемую каналом при его расширении (~ 50 %), и нагревание вещества в канале разряда. В свою очередь, работа канала преобразуется в энергию волн сжатия (до 20 %) и энергию пульсации газового пузыря (до 30 %). Распределением энергии между волной сжатия и пульсацией газового пузыря можно управлять, изменяя режимы электрического разряда.

В момент разряда при достаточной амплитуде волн сжатия происходит раздавливание или разрыв материала в зоне, прилегающей к каналу разряда, а также образование и развитие проникающих трещин. Волна сжатия при достижении открытой поверхности частично

отражается, образуя в материале волну растяжения, которая является причиной образования откольных трещин, вспучивания поверхности и ее разрушения. По объему разрушения устанавливается радиус эффективного действия волн сжатия, являющийся основным показателем в расчете производительности электроразрядных устройств. Вторая часть волны сжатия проникает в материал, образуя систему проникающих трещин, от количества и глубины которых зависит эффективность электроразрядного разрушения от последующих разрядов. Для установления силовых нагрузок, требуемых для разрушения кремния, необходимо установить его прочность на сжатие.

Поскольку металлургический кремний имеет сложную анизотропную структуру, и даже самые близкие по расположению области имеют значительные расхождения по прочности, были проведены исследования поведения при динамическом нагружении образцов металлургического кремния до и после электроразрядной обработки. Результаты таких испытаний представлены на рис. 1, 2. Диаграмма динамического деформирования определялась с помощью экспериментального метода разрезного стержня Гопкинсона–Кольского.

После нескольких измерений была установлена граница значений прочности кремния, которая составила величины от 139 до 150 МПа.

Для электрического разряда основными силовыми параметрами являются давление в ка-

нале разряда ( $P_{кр}$ ) и амплитуда давления на фронте волны сжатия ( $p_m$ ). Связь давлений в канале разряда и на фронте волны сжатия с параметрами разряда установлена эмпирической зависимостью в работе [5, 6]:

$$P_{кр} = 0,17 \left( \frac{\rho_g \cdot U^2}{Ll} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (1)$$

$$p_m = 2,15 \cdot 10^3 \cdot \frac{1}{(lCL)^{0,25}} \cdot \frac{E^{0,525}}{r^{1,05}}, \quad (2)$$

$$E = 0,32 \cdot (lU^2)^{\frac{2}{3}} \cdot \frac{1}{r}, \quad (3)$$

где  $P_{кр}$  — давление в канале разряда, МПа;  $\rho_g$  — плотность разрядной среды, кг/м<sup>3</sup>;  $U$  — напряжение, кВ;  $L$  — индуктивность, мкГ;  $l$  — межэлектродный промежуток, м;  $p_m$  — амплитуда давления на фронте волны сжатия, МПа;  $E$  — энергия, выделившаяся в канале разряда, кДж;  $C$  — емкость конденсаторов, мкФ;  $r$  — расстояние от объекта разрушения до канала разряда, м.

Согласно [7], давление в канале разряда должно быть больше предела прочности на сжатие разрушаемого материала, а давление на фронте волны сжатия не меньше прочности разрушаемого материала на растяжение. Такие условия являются достаточными для эффективной работы разрядного дезинтегратора. Механизм электроразрядного разрушения неметаллических материалов заключается в том, что под действием волн сжатия и растяжения,

Таблица 1

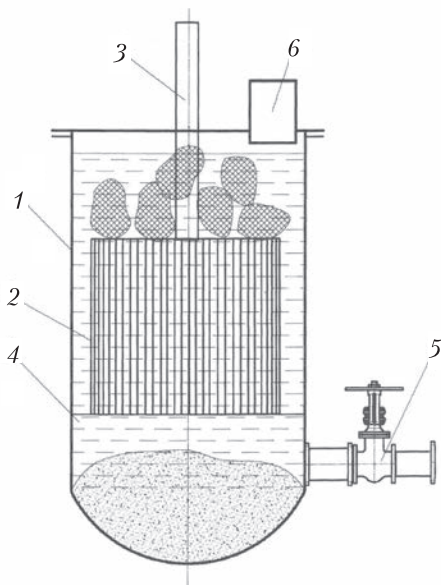
Параметры разряда и расчетное значение давления в канале разряда

$\rho_g$ , кг/м <sup>3</sup>	$U$ , кВ	$C$ , мкФ	$L$ , мГ	$l$ , м	$P_{кр}$ , МПа
1225	50,0	1,0	9,0	0,05	450,0

Таблица 2

Расчетные значения давлений на фронте волны сжатия

$r$ , м	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10	0,11	0,12	0,13	0,14	0,15
$P_m$ , МПа	187,5	94,7	62,5	46,9	37,5	31,2	26,8	23,0	20,0	18,0	17,0	15,6	14,4	13,4	12,5



**Рис. 3.** Конструктивная схема технологического узла: 1 – корпус разрядной камеры; 2 – щелевой классификатор; 3 – электродная система; 4 – сборник; 5 – система водоснабжения; 6 – загрузочное отверстие

генерируемых электроразрядом в воде, в материале образуется сеть микротрещин. При воздействии серии импульсов, создающих давления, что превышают прочность обрабатываемого материала, возникают перенапряжения в зоне дефектности структуры и происходит развитие трещин вплоть до их критического окончания. Происходит деление материала на более мелкие части. При установлении определенных параметров и режимов дости-

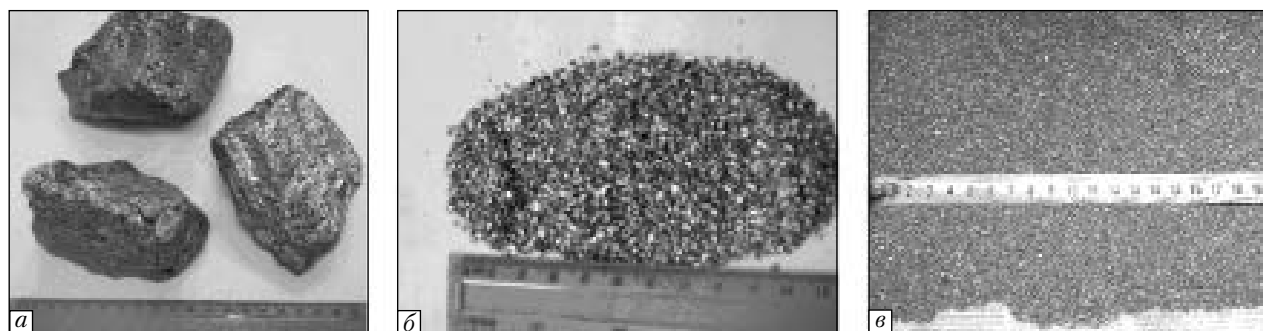
гается измельчение кремния на требуемые фракции.

В табл. 1 представлено расчетное давление в канале разряда с параметрами разряда, установленными экспериментально, достаточными для условия разрушения кремния. Расчеты выполнены по формуле (1). Величина давлений в канале разряда удовлетворяет первому условию достаточности силовой нагрузки электроразряда и эффективности процесса измельчения.

В табл. 2 представлены расчетные значения давлений на фронте волны сжатия. Расчет значений давлений на фронте волны выполнен по формуле (2) в зависимости от расстояний до канала разряда с шагом 0,01 м для тех же параметров разряда.

Для значений  $r = 0,12$  м давление на фронте волны сжатия удовлетворяет второму условию достаточности эффективной работы по разрушению. Таким образом, установлено, что радиус эффективного действия электроразрядного дезинтегратора не должен превышать 0,12 м. Увеличение размеров дезинтегратора приводит к образованию так называемых «мертвых зон» и снижению производительности.

С учетом этого разработана конструктивная схема технологического узла с одноэлектродной системой, представленная на рис. 3. Внутри корпуса 1 размещена разрядная камера 2 цилиндрической формы, оснащенная пластин-



**Рис. 4.** Измельченный металлургический кремний: а – исходный кремний; б – фракция 1–3 мм; в – фракция менее 1 мм

Таблиця 3

Технические характеристики ЭГУ

Наименование параметра; ед. измерения	Величина
Производительность, кг/ч, не менее	20
Количество электродов, шт.	1
Габаритные размеры установки, м	2,5 × 2 × 1,5
Габаритные размеры генератора, м	1,2 × 0,6 × 1,0
Масса, кг, не более	1 000
Номинальное рабочее напряжение, В	50 000
Полная мощность, кВА, не более	5
Среднее значение тока, потребляемое из сети, А	12
Питание установки напряжением, В	220
Частота тока питающей сети, Гц	50
Запасаемая энергия накопителя, кДж	1,25

чатим классификатором 3 с вертикальными ребрами, имеющими возможность изменять щелевой зазор и перестраиваться на заданные фракции измельчения. При электроразрядной дезинтеграции кремния в воде образуются нитритные и нитратные ионы [8], способствующие протеканию реакций по снижению объема окислов железа, что является дополнительным процессом очистки кремния от тугоплавких окислов, так как основная часть коллоидного железа переходит в жидкую фазу и может удаляться в процессе промывания готового продукта.

**ЭЛЕКТРОРАЗРЯДНАЯ УСТАНОВКА**

Для реализации технологического процесса нами была разработана и изготовлена установка «ЭРДК-1». Установка состоит из 2-х основных частей: энергетического блока и технологического узла, который предназначен для обеспечения операций технологического процесса — измельчения кремния, его классификации и сбора готового продукта (см. рис. 3).

Установка работает следующим образом. Разрядная камера 1 заполняется водой, включается генератор импульсных токов, металлургический кремний подается в загрузочный бун-

кер разрядной камеры через загрузочное отверстие 6 в крышке разрядной камеры. В процессе обработки измельченный кремний через щелевой классификатор 2 поступает в сборник 4, который разгружается по мере его заполнения. Подпитка воды и удаление загрязненной воды из камеры осуществляется системой водоснабжения 5.

Технические характеристики установки представлены в табл. 3.

Производительность установки зависит от частоты следования разрядов и мощности генератора импульсных токов. Так, например, при мощности генератора в 5 кДж производительность можно повысить в 4 раза.

Опытная проверка установки и опытно-промышленная проверка электроразрядного процесса дезинтеграции металлургического кремния проведены на сырье, поставленном предприятием ООО «Шмид Силикон Текнолоджи Юкрейн». Металлургический кремний размерами от 20 мм до 120 мм измельчен до фракции от 3 до 1 мм и менее (рис. 4).

**ВЫВОДЫ**

Опытно-промышленной проверкой установлено, что созданный электроразрядный технологический процесс и оборудование для его реализации обеспечивают дезинтеграцию металлургического кремния на фракции, необходимые для производства монокристаллического кремния высокой чистоты.

Новизна и значимость проекта состоят в том, что в нем для измельчения металлургического кремния впервые использован электроразряд взамен механических способов.

Внедрение технологического процесса и оборудования будет продолжено в 2010 году на предприятии «Шмид Силикон Текнолоджи Юкрейн» в г. Запорожье и на других предприятиях-изготовителях высокотехнологических изделий наноэлектроники и нанофотоники, модулей солнечной энергетики и изделий электронной техники не только в Украине, но и за рубежом.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Фалькевич Э.С.* Технология полупроводникового кремния / Э.С. Фалькевич, С.О. Пульнер, И.Ф. Червоний и др. — М.: Металлургия, 1992. — 408 с.
2. *Гринберг Е.Е.* Солнечная энергетика в 2006–2010 гг.: проблемы, риски, перспективы рынка / Е.Е. Гринберг, А.В. Наумов, А.Н. Супоненко // Вестн. Международн. Академии системных исследований (МАСИ). — М., 2006. — Т. 9, Ч. 1. — С. 50–60.
3. *Ризун А.Р.* Электроразрядное разрушение неметаллических материалов / Ризун А.Р., Цуркин В.Н. // Электронная обработка материалов. — 2002. — № 1. — С. 83–85.
4. *Ризун А.Р.* К вопросу об определении производительности электроразрядного разрушения хрупких неметаллических материалов / Ризун А.Р., Косенков В.М. // Электронная обработка материалов. — 2001. — № 1. — С. 45–50.
5. *Наугольных К.А.* Электрогидравлические разряды в воде / К.А.Наугольных, Н.А.Рой. — М.: Наука, 1971. — 154 с.
6. *Шамарин Ю.Е.* Электрогидравлический процесс формирования металлов / Ю.Е. Шамарин, В.Н. Чачин, Ю.Е. Шариц. — К.: Наук. думка, 1971. — 24 с.
7. *Ризун А. Р.* Исследование и оптимизация технологии электрогидроимпульсной выбивки стержней и очистки отливок: Дис. ... канд. техн. наук: 30.09.1983. — Киев, 1984. — 200 с.
8. *Вишневский В.Б.* Электрогидравлическое разрушение оксидов / В.Б.Вишневский, И.Н. Годованная. — Киев: Наук. думка, 1989. — 116 с.

*А.Р. Ризун, В.М. Косенков, Ю.В. Голень, Т.Д. Денисюк*

РОЗРОБКА І ВПРОВАДЖЕННЯ ЕЛЕКТРОРОЗ-  
РЯДНОГО ПРОЦЕСУ ДЕЗІНТЕГРАЦІЇ МЕТАЛУР-  
ГІЙНОГО КРЕМНІЮ

Технологічний процес, який розроблено з використанням високовольтного електричного розряду як джерела енергії для здрибнювання металургійного кремнію, забезпечує його дезінтеграцію на фракцію, необхідну для виробництва виробів електронної промисловості.

*Ключові слова:* електророзрядна дезінтеграція, кремній, фракція, дисперсія.

*A.R. Rizun, V.M. Kosenkov, U.V. Holen, T.D. Denisuk*

DEVELOPMENT AND INTRODUCTION OF  
ELECTRO-BIT PROCESS OF METALLURGICAL  
SILICON DISINTEGRATION

The technological process developed with the use of high voltage electrical discharge as a source of energy for grinding metallurgical silicon, provides its disintegration in the fraction necessary for the production of electronic products.

*Keywords:* electro-discharge disintegration, silicon, fraction, variance.

Надійшла до редакції 13.04.10