

На правах рукописи



Сливкин Евгений Владимирович

**РАЗРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА МАГНИТОГИДРОДИНАМИЧЕСКОГО
ПЕРЕМЕШИВАНИЯ РАСПЛАВА КРЕМНИЯ**

Специальность 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Рязань 2019

Работа выполнена на кафедре «Промышленная электроника» в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Рязанский государственный радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина»

Научный руководитель: **Карабанов Сергей Михайлович**, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Электронные приборы», Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Рязанский государственный радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина»

Официальные оппоненты: **Степанов Владимир Анатольевич**, доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Рязанский государственный университет имени С.А. Есенина», профессор кафедры «Общая и теоретическая физика и МПФ», г. Рязань

Волков Степан Степанович, доктор физико-математических наук, профессор, Федеральное государственное казенное военное образовательное учреждение высшего образования «Рязанское гвардейское высшее воздушно-десантное ордена Суворова дважды Краснознаменное командное училище имени генерала В.Ф. Маргелова» Министерства обороны Российской Федерации, профессор кафедры автомобильной техники, г. Рязань

Ведущая организация: Калужский филиал федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)», г. Калуга

Защита диссертации состоится «17» декабря 2019 г. в 15 часов 30 минут на заседании диссертационного совета Д 212.211.03 в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Рязанский государственный радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина» по адресу: 390005, г. Рязань, ул. Гагарина, 59/1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «РГРТУ» и на официальном сайте <http://www.rsreu.ru>.

Автореферат разослан «___» _____ 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.211.03, к.ф.-м.н., доцент



В.Г. Литвинов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Мировой рынок фотоэлектрических систем в период с 2010 г. по 2017 г. быстро развивался и стабильно рос примерно на 24% в год. Объем фотоэнергетических систем, произведенных в 2017 г., превысил 90 ГВт. Основная (около 93 %) часть рынка приходится на долю фотоэлектрических преобразователей (ФЭП), выполненных на основе мультикристаллического кремния, монокристаллического кремния и гибридных HJT-структур. Доля ФЭП на мультикристаллическом кремнии, по состоянию на начало 2018 года, составляет более 60% от общего числа модулей. Ключевой проблемой производства мультикристаллического кремния на установках направленной кристаллизации является значительная стоимость исходного сырья – высокочистого кремния «солнечного» качества (Solar Grade Silicon) со степенью чистоты не менее 99,9999% (6N).

Актуальным направлением снижения себестоимости производства такого кремния является поиск новых методов очистки металлургического кремния с чистотой (96 – 99) % до степени чистоты, достаточной для изготовления ФЭП. Основные методы промышленной очистки: вакуумное рафинирование, плазмохимическая и плазмотермическая обработка, направленная кристаллизация. Главным недостатком этих методов, основанных на удалении примесей с границы раздела фаз, является малая эффективность, обусловленная низкой интенсивностью массообмена в расплаве.

В ряде случаев для снижения себестоимости увеличивают массу слитка, чтобы повысить выход готового продукта за один производственный цикл. Однако при этом возрастает количество структурных дефектов и включений в слитке, связанных с увеличением градиента температуры в объеме расплава и с усилением конвективных потоков материала.

Перспективным методом интенсификации массообмена в расплаве, а также снижения числа структурных дефектов и включений в слитках является магнитогидродинамическое перемешивание (МГД-перемешивание) расплава кремния с использованием бегущих магнитных полей.

Степень разработанности темы. Вопросам МГД-перемешивания расплава кремния в литературе уделено сравнительно большое внимание (P. Rudolph, K. Dadzis, Ch. Kudla, N. Dropka, D. Linke, M. Cablea), однако большинство публикаций посвящено моделированию процессов в расплаве кремния при перемешивании магнитными полями различных типов (бегущих, карусельных, пульсирующих). Проблемы практической реализации МГД-перемешивания расплава кремния рассмотрены в небольшом числе работ для лабораторных условий при малом (до 120 кг) объеме загрузки. В одной из работ (Ch. Kudla) представлена промышленная установка направленной кристаллизации кремния с массой слитка более 400 кг. В ней функции нагревателей и МГД-перемешивателей реализованы одновременно, что делает невозможным автономно регулировать и оптимизировать параметры МГД-перемешивания. В ряде работ (С. Alemany, J. Safarian) рассмотрены способы интенсификации массообмена в процессах очистки расплава кремния различными методами, в том числе при МГД-перемешивании.

Цель и задачи диссертации. Целью диссертации является разработка экспериментальной установки для исследования процесса магнитогидродинамического перемешивания расплава кремния в ходе различных технологических процессов: направленной кристаллизации, вакуумного рафинирования, плазмохимической и плазмотермической очистки.

Для достижения цели необходимо решить следующие основные задачи.

1. Проанализировать представленные в литературе варианты построения систем МГД-перемешивания металлов и полупроводниковых материалов. Обосновать выбор варианта для разрабатываемой установки.

2. Разработать физико-математическую и численную модели МГД-перемешивания расплава кремния для геометрии функциональных узлов вакуумной камеры установки направленной кристаллизации GT-DSS450.

3. Провести численное моделирование процесса МГД-перемешивания расплава кремния при различных параметрах тока в индукторах – амплитуды и формы импульсов тока, частоты, сдвига фаз токов в индукторах.

4. Определить структуры и рассчитать оптимальные параметры элементов конструкции экспериментальной установки для исследования процесса МГД-перемешивания расплава кремния.

5. С учетом результатов моделирования и расчетов изготовить узлы экспериментальной установки и произвести её сборку.

6. Разработать методику экспериментальной оценки скорости движения расплава кремния на поверхности при различных параметрах тока в индукторах.

7. Экспериментально определить параметры разработанной установки и исследовать их зависимости от различных факторов с целью оптимизации режима работы устройства.

Научная новизна работы определяется её следующими результатами.

1. Разработана самосогласованная физико-математическая модель МГД-перемешивания расплава кремния в вакуумной камере промышленной установки направленной кристаллизации, учитывающая геометрию элементов конструкции вакуумной камеры и нагревательного узла для промышленного формата тигля (порядка $862 \times 862 \times 450$ мм) и массы получаемого слитка 450-500 кг.

2. Впервые разработана и изготовлена экспериментальная установка для автономного комплексного исследования МГД-перемешивания расплава кремния бегущим магнитным полем на базе промышленной установки GT-DSS450TM, не нарушающего «штатные» процессы нагрева и кристаллизации.

3. Теоретически и экспериментально обоснована целесообразность перехода от синусоидальной формы импульсов тока к треугольной в кольцевых индукторах, создающих бегущее магнитное поле, при их расположении за пределами нагревательного узла внутри вакуумной камеры установки направленной кристаллизации.

4. Теоретически и экспериментально показано, что максимальная скорость МГД-перемешивания расплава кремния, производимого с помощью трех кольцевых индукторов, расположенных за пределами нагревательного узла внутри вакуумной камеры, достигается при оптимальных значениях частоты и фазового сдвига токов в индукторах.

5. Разработана и реализована методика, позволяющая оценивать поверхностную скорость движения расплава кремния в промышленной установке направленной кристаллизации кремния GT-DSS450TM. Методика основана на видеофиксации частиц нитрида кремния на поверхности расплава.

6. Впервые получены экспериментальные данные о «собственной» конвективной поверхностной скорости движения расплава кремния в установке направленной кристаллизации с промышленным форматом тигля без перемешивания и о «вынужденной» скорости, наблюдаемой при МГД-перемешивании.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. В системе трех кольцевых индукторов, создающих бегущее магнитное поле, переход от синусоидальной формы импульсов токов к треугольной, при близких по величине среднеквадратичных значениях токов, практически не снижает эффективность МГД-перемешивания расплава кремния (падение скорости не более 6 % в диапазоне частот от 25 Гц до 200 Гц) и позволяет существенно (в несколько раз) уменьшить аппаратные затраты, габариты, вес и стоимость инверторного источника питания системы МГД-перемешивания.

2. Существует значение частоты тока в индукторах, при котором обеспечивается максимальная скорость МГД-перемешивания расплава кремния бегущим магнитным полем. Для условий установки направленной кристаллизации с промышленным форматом тигля (порядка 862x862x450 мм) это значение частоты составляет 50 Гц.

3. Существует значение фазового сдвига тока в индукторах, при котором обеспечивается максимальная скорость МГД-перемешивания расплава кремния бегущим магнитным полем. Для условий установки направленной кристаллизации с промышленным форматом тигля (порядка 862x862x450 мм) это значение фазового сдвига составляет 60°.

4. При магнитогидродинамическом перемешивании расплава кремния скорость движения материала вблизи поверхности приблизительно линейно возрастает с увеличением амплитуды токов в индукторах. Зарегистрированное с помощью разработанной экспериментальной установки значение скорости движения расплава на поверхности порядка 112 мм/с при амплитуде токов в индукторах 600 А свидетельствует о высоком потенциале способа МГД-перемешивания расплава кремния для очистки от примесей различными методами.

Методы исследований и достоверность результатов. Теоретические исследования выполнены с использованием численных методов в пакете программ конечно-элементного анализа COMSOL Multiphysics. Для проведения необходимых расчетов и обработки экспериментальных данных использован программный пакет MATLAB. При проведении экспериментальных исследований использовалось поверенное современное измерительное оборудование. Достоверность результатов подтверждается соответствием результатов математического моделирования и экспериментальных исследований, а также практическим внедрением.

Практическая значимость работы. Разработана и изготовлена экспериментальная установка, позволяющая осуществить автономное МГД-перемешивание расплава кремния в тигле промышленного формата без нарушения хода «штат-

ных» процессов плавления и кристаллизации. С использованием данной установки может быть реализован целый ряд исследовательских задач по применимости МГД-перемешивания на различных этапах выращивания мультикристаллических слитков кремния. Полученные данные о скорости движения расплава кремния на поверхности могут быть использованы в дальнейшем при реализации промышленных методов очистки металлургического кремния до уровня, соответствующего материалу «солнечного» качества. Разработанная самосогласованная физико-математическая модель МГД-перемешивания расплава кремния в установке направленной кристаллизации, учитывающая геометрию элементов конструкции вакуумной камеры и нагревательного узла для промышленного формата тигля (порядка 862x862x450 мм), может быть адаптирована в дальнейшем для тиглей других форм-факторов.

Реализация и внедрение. Полученные в диссертации результаты использованы при выполнении НИР № 8-17 Г в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014—2020 годы» по теме «Разработка технологии производства высокочистого кремния для солнечной энергетики на основе плазмохимической очистки и магнитогидродинамического перемешивания» (Соглашение № 14.577.21.0263 от 26.09.2017, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57717X0263) и НИОКР № 26-17 в рамках договора №26-17 от 13.12.2017 и договора о софинансировании и дальнейшем использовании результатов исследований №586-24 от 26.09.2017 по теме «Разработка технологии производства высокочистого кремния для солнечной энергетики на основе плазмохимической очистки и магнитогидродинамического перемешивания». Результаты работы использованы в ООО «ХЕЛИОС-Ресурс» (г. Саранск) в технологическом процессе производства слитков мультикристаллического кремния.

Результаты диссертационной работы использованы в учебном процессе подготовки бакалавров в Рязанском государственном радиотехническом университете, по направлению 13.03.02 «Электроэнергетика и электротехника», в дисциплине «Нетрадиционные источники энергии». Использование результатов диссертационной работы перечисленными выше организациями подтверждается соответствующими актами о внедрении.

Личный вклад автора. Автор диссертации проводил моделирование процессов МГД-перемешивания, принимал участие в разработке, изготовлении и сборке экспериментальной установки, осуществлял постановку экспериментов и их проведение, обработку и интерпретацию экспериментальных результатов, написание научных статей и подготовку их к публикации, представлял доклады по теме диссертации на конференциях. Все основные результаты диссертационной работы, включая положения, выносимые на защиту, получены автором лично.

Соответствие паспорту специальности. Диссертация соответствует паспорту специальности 01.04.01 – «Приборы и методы экспериментальной физики» в части пункта 5 «Разработка и создание экспериментальных установок для проведения экспериментальных исследований в различных областях физики», и в части пункта 8 «Моделирование физических явлений и процессов».

Апробация работы. Основные положения диссертации докладывались и обсуждались на следующих международных и всероссийских научно-технических конференциях: «XXII всероссийская научно-техническая конференция студентов, молодых учёных и специалистов «Новые информационные технологии в научных исследованиях» (г. Рязань, Россия, 2017 г.); международная конференция «35th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition» (Брюссель, Бельгия, 2018 г.); международная конференция «8th International Conference on Silicon Photovoltaics (SiliconPV 2018)» (Лозанна, Швейцария, 2018 г.); международная конференция «2018 IEEE International Conference on Environment and Electrical Engineering and 2018 IEEE Industrial and Commercial Power Systems Europe (EEEIC / I&CPS Europe)» (Палермо, Италия, 2018 г.); международная конференция «12th International Photovoltaic Power Generation and Smart Energy Conference & Exhibition, SNEC 2018» (Шанхай, Китай, 2018); международная конференция «2019 IEEE International Conference on Environment and Electrical Engineering and 2019 IEEE Industrial and Commercial Power Systems Europe (EEEIC / I&CPS Europe)» (Генуя, Италия, 2019 г.).

Публикации. По теме диссертации опубликовано 13 печатных работ, в том числе 3 работы из перечня, рекомендованного ВАК РФ, 5 работ входят в реферативные базы данных Scopus и Web Of Science, 1 патент на изобретение, 1 свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав основного текста, заключения, списка литературы и приложения. Основной текст работы содержит 180 страниц, 104 рисунка и 2 таблицы. Список литературы на 14 страницах включает 113 наименований. В приложении на 6 страницах приведены копии патента РФ на изобретение, свидетельства о регистрации программы для ЭВМ, актов о внедрении результатов работы.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, определены степень разработанности темы, цели и задачи исследования, сформулированы научная новизна и основные положения, выносимые на защиту, обоснована практическая значимость работы, приведены данные о реализации, внедрении, апробации, сведения о публикациях, структуре и объеме работы.

В первой главе приведены результаты анализа методов и технологий МГД-перемешивания расплавов. На основании сопоставления достоинств и недостатков МГД-устройств металлургии металлов и сплавов, представленных в литературе, сделан вывод о возможности и целесообразности применения МГД-перемешивания в производстве мультикристаллического кремния «солнечного» качества методом направленной кристаллизации.

Показано, что МГД-перемешивание оказывает положительные эффекты на различных этапах выращивания кристаллов. Оно позволяет интенсифицировать массообмен по всему объему расплава, что обеспечивает возможность ускорения процесса кристаллизации слитка без ухудшения структуры и возникновения внутренних напряжений и инородных включений. Интенсификация массопереноса ведет к выходу примесей из объема на поверхность расплава, что делает возможным их последующее удаление с помощью вакуумного рафинирования,

плазмотермических или плазмохимических методов. МГД-перемешивание усиливает сегрегацию примесей на границе расплав-мультикристалл и их оттеснение в жидкую фазу, что приводит к повышению качества конечного продукта. Отмечено, что наиболее широко применяется способ перемешивания расплава бегущим магнитным полем. Рассмотрены физико-математические принципы моделирования процессов, лежащих в основе такого способа, в применении к расплаву кремния.

Проанализированы представленные в литературе конструкции установок направленной кристаллизации. В промышленном производстве слитков мультикристаллического кремния «солнечного» качества чаще всего используются установки типа DSS450 со стандартизированным форматом тигля (размер порядка 862x862x450 мм, масса слитка до 500 кг).

Рассмотрены конструкции систем МГД-перемешивания расплава кремния в установках направленной кристаллизации. Часто используются графитовые индукторы-нагреватели (ГИН), совмещающие функции резистивного нагрева материала постоянным током и МГД-перемешивания переменным током. Применяются также медные индукторы-нагреватели, совмещающие функции индуктивного нагрева материала и его перемешивания переменным током высокой частоты, или индукторы типа электромагнита Биттера. Приведены основные недостатки рассмотренных конструкций, исключающие возможность применения их в вакуумной камере установок направленной кристаллизации типа DSS450. К ним относятся: высокая стоимость и сложность изготовления ГИН, неприемлемые массогабаритные параметры ГИН и индукторов типа электромагнита Биттера, сложность изготовления источника питания индукторов, совмещающего в себе AC- и DC-компоненты тока. Критическим фактором является и то, что совмещение функций нагревателя и МГД-перемешивателя не позволяет автономно управлять параметрами последнего и одновременно поддерживать необходимые режимы нагрева и кристаллизации кремния. В результате исключается возможность детального исследования процесса МГД-перемешивания в ходе направленной кристаллизации кремния или в процессе очистки его от примесей различными методами.

Во второй главе представлена разработанная физико-математическая модель и полученные с её помощью результаты численного моделирования процесса МГД-перемешивания расплава кремния. В качестве основного инструмента для моделирования физических процессов использован пакет программ конечно-элементного анализа COMSOL Multiphysics.

Электромагнитные процессы, происходящие в вакуумной камере установки направленной кристаллизации и в расплаве кремния, описываются уравнениями Максвелла в дифференциальной и интегральной формах и следующими уравнениями: $\varepsilon_i = -d\Phi/dt$ (1); $\vec{F}_L = \vec{j}_i \times \vec{B}$ (2); $j_i = \sigma(E + \vec{u} \times \vec{B})$ (3); $j_i = \sigma E$ (4), где ε_i – электродвижущая сила (ЭДС) индукции, возникающая под действием переменного магнитного поля в объеме жидкого кремния; Φ – магнитный поток; t – время; \vec{F}_L – плотность силы Лоренца, действующей на элементарный

объем расплава кремния (Н/м^3); \vec{j}_i – плотность индукционного тока в объеме расплава кремния под действием ЭДС индукции, определяемая по закону Ома для изотропно движущихся сред (3); \vec{B} – величина магнитной индукции; σ – электропроводность жидкого кремния; E – напряженность электрического поля; \vec{u} – скорость движения заряженной частицы в объеме кремния. При малых скоростях движения расплава второй компонентой уравнения (3) можно пренебречь, что дает соотношение (4). Под действием силы Лоренца в расплаве возникает индуцированный массоперенос. Гидродинамика потоков жидкости описывается уравнением Навье-Стокса и уравнением непрерывности:

$$\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} = -\vec{u}(\nabla \vec{u}) + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{u} - \frac{\nabla p}{\rho} + \vec{F}_m \quad (5); \quad \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla(\rho \cdot \vec{u}) = 0 \quad (6),$$

где \vec{u} – векторное поле скоростей, η – коэффициент динамической вязкости, ρ – плотность, p – давление, \vec{F}_m – векторное поле массовых сил, в состав которого входят силы вязкого трения между слоями жидкости.

Важными параметрами, влияющими на эффективность магнитогидродинамического перемешивания, являются глубина проникновения магнитного поля в объем расплава кремния δ_{mf} и число Рейнольдса R_e , определяющее характер движения жидкости – ламинарный или турбулентный. Эти параметры рассчитываются по следующим соотношениям:

$$\delta_{mf} = (\pi \mu_0 \sigma f)^{-0,5} \quad (7); \quad R_e = \rho u_0 L_0 / \eta \quad (8),$$

где μ_0 – магнитная проницаемость расплава кремния; f – частота переменного магнитного поля; u_0 и L_0 – характерные значения скорости потока и его длины. Расчет по формуле (8) показал, что число R_e превышает критическое значение, и следовательно, движение жидкого кремния является турбулентным.

Для моделирования и исследования процесса МГД-перемешивания расплава кремния в вакуумной камере промышленной установки направленной кристаллизации GT-DSS450TM была разработана ее трехмерная модель (рисунок 2.1, а). Для оптимизации процесса моделирования в программном комплексе COMSOL

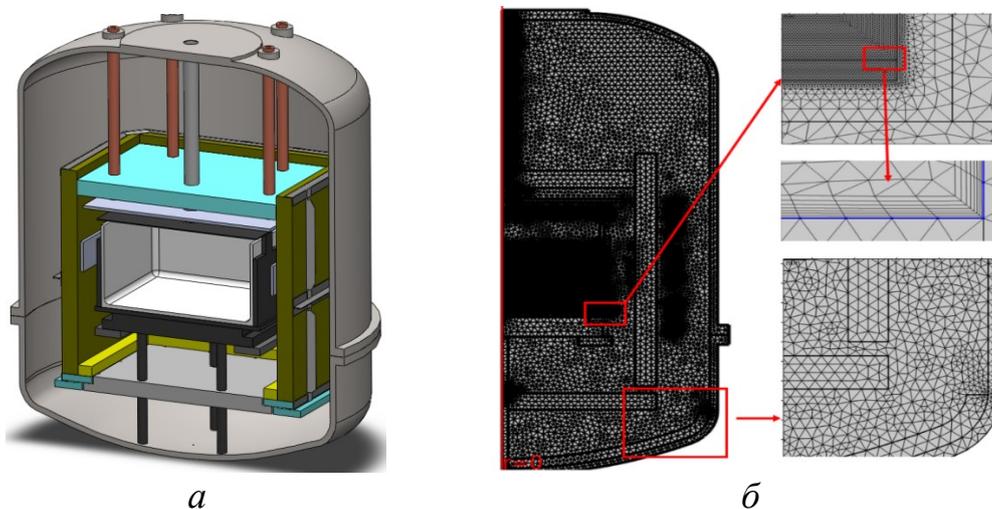


Рисунок 2.1 – Трехмерная (а) и двумерная аксиально-симметричная (б) модели вакуумной камеры установки GT-DSS450TM с расчетной триангуляционной сеткой

Multiphysics выполнен переход от трехмерной модели вакуумной камеры к аксиально-симметричной двухмерной (рисунок 2.1, б). На границе «кремний – тигель» задано граничное условие Boundary Layer, обеспечивающее высокую точность расчета трения на стенках тигля, а также учитывающее завихрения турбулентных потоков расплава. На верхней границе расплава кремния задано условие идеального скольжения Slip. При моделировании МГД-перемешивании расплава кремния применен решатель турбулентных потоков Turbulent Flow с моделью турбулентности k- ω .

Рассмотрено несколько конфигураций систем индукторов: три и четыре кольцевых индуктора вокруг тигля в «холодной» зоне вакуумной камеры (за пределами нагревательного узла); линейные индукторы с ферромагнитными сердечниками сбоку по кругу и сверху по кругу. Показано, что оптимальной конфигурацией является система из трех кольцевых индукторов вокруг тигля.

Моделирование проводилось для синусоидальной и треугольной форм импульсов тока в индукторах (рисунок 2.2).

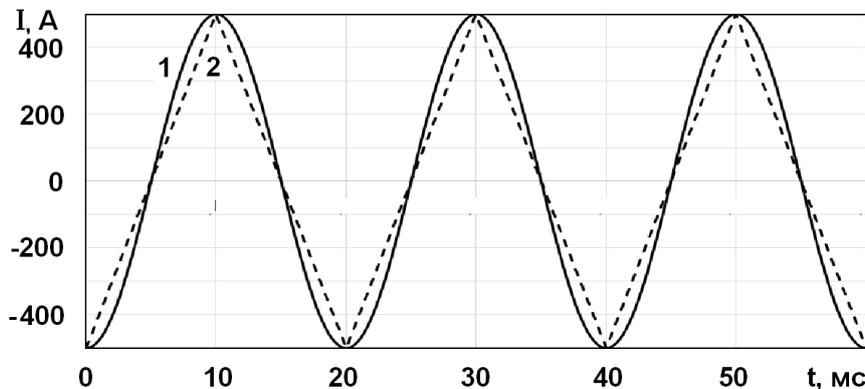


Рисунок 2.2 – Синусоидальная (1) и треугольная (2) формы импульсов тока в кольцевых индукторах

Синусоидальная форма тока является традиционной и наиболее распространенной на практике. Для питания индукторов синусоидальным током или синусоидальным напряжением, к индукторам подключались источники тока или напряжения, выходные параметры которых изменялись в соответствии со следующими формулами:

$$I_i(t) = I_0 \sin(2\pi f t - \varphi_i) \quad (9); \quad U_i(t) = U_0 \sin(2\pi f t - \varphi_i) \quad (10)$$

где $I_i(t)$ и $U_i(t)$ – ток и напряжение для i -го индуктора, I_0 и U_0 – амплитуды тока и напряжения, f – частота тока и напряжения, φ_i – угол сдвига фазы тока или напряжения в i -ом индукторе.

Треугольная форма импульсов тока в индукторах была выбрана подобной синусоидальной, как это показано на рисунке 2.2. Она обеспечивается при питании индукторов переменным напряжением прямоугольной формы. Результаты моделирования показали, что при близких по величине среднеквадратичных значениях тока эффективности МГД-перемешивания с использованием треугольной и синусоидальной форм импульсов тока практически равны (отличие не более 6 %). Однако, при треугольной форме достигается существенный положительный эффект, связанный с возможностью применять для формирования переменного

магнитного поля источники питания на основе мостовых инверторов с выходным напряжением прямоугольной формы. Такие устройства, в сравнении с источниками, имеющими синусоидальную форму выходного напряжения, обладают более простой топологией и управлением, имеют более высокую надежность и более низкую стоимость.

В ходе моделирования физических процессов, происходящих при МГД-перемешивании, получены распределения индукции магнитного поля, плотности силы Лоренца и скорости перемешивания внутри расплава кремния. Определено также распределение скорости перемешивания вдоль поверхности расплава. Для различных конфигураций индукторов полученные распределения, в основном, подобны, а отличия заключаются в абсолютных значениях рассматриваемых величин. Характерные распределения усредненных за три периода величин магнитной индукции, плотности силы Лоренца, и скорости расплава в объеме и на поверхности представлены на рисунке 2.3.

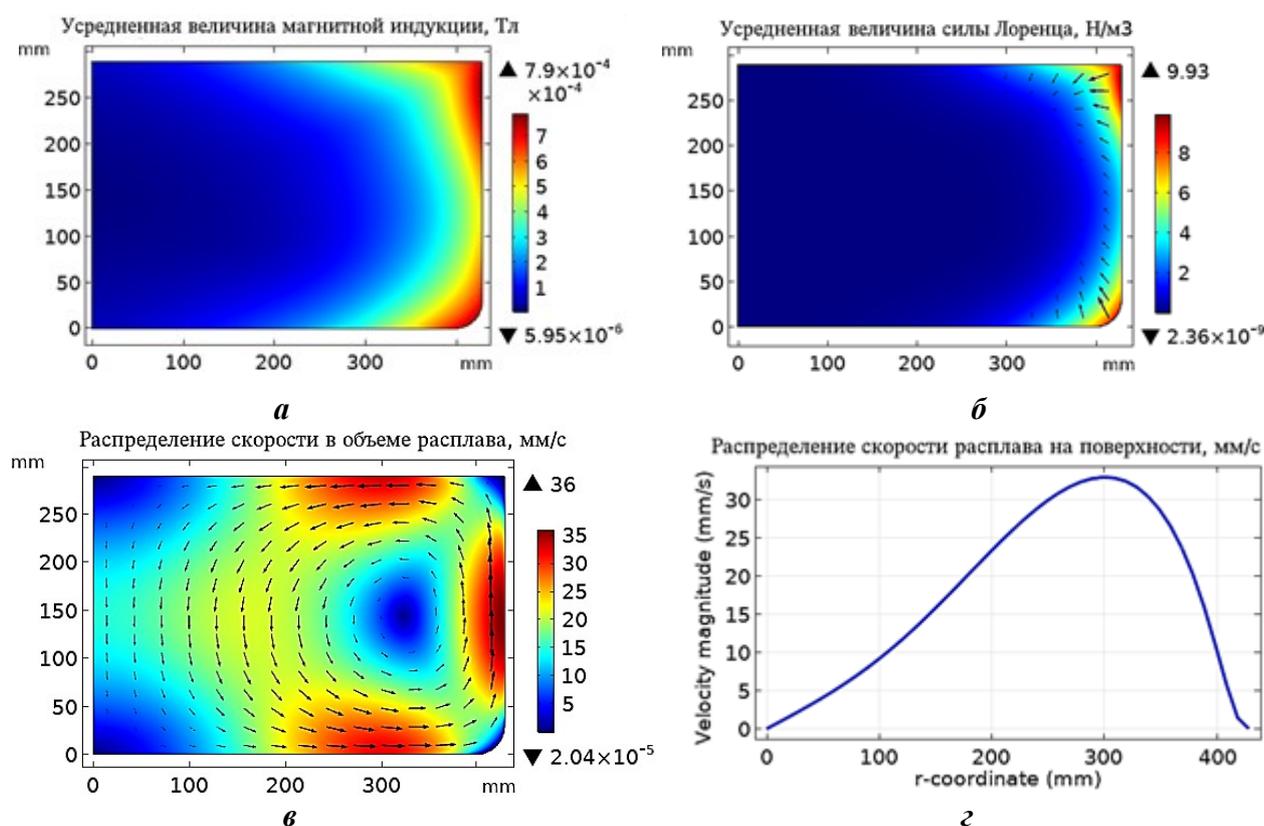


Рисунок 2.3 – Распределения усредненных за три периода величин магнитной индукции (а), плотности силы Лоренца (б), скорости расплава в объеме (в) и на поверхности (г) при синусоидальной форме тока в трех кольцевых индукторах с амплитудой 400 А

Как следует из рисунка 2.3, индукция магнитного поля на большей части площади тигля близка к 0,1 мТл, но вблизи края возрастает до значения около 0,8 мТл. Плотность силы Лоренца на основной части площади расплава равна приблизительно 2 нН/м^3 и также возрастает в узком (около 50 мм) краевом слое практически до 10 Н/м^3 . Значения скорости расплава в объеме (рисунок 2.3 в) лежат в интервале (10 – 300) мкм/с и распределены менее равномерно – имеется локальная «вихревая воронка» в центре вращения тора расплава. Поверхностная скорость значительно (на два порядка) превышает объемную и достигает макси-

мальной величины 37 мм/с (рисунок. 2.3 з) при значении радиальной координаты 300 мм (вблизи «воронки» на рисунке. 2.3 в).

Максимальная величина скорости перемешивания расплава кремния на поверхности использовалась далее в качестве основного критерия, характеризующего эффективность МГД-перемешивания, поскольку она непосредственно отражает скорость перемешивания в объеме и определяет интенсивность массопереноса из объема на поверхность, а следовательно, – качество получаемых слитков кремния. На основе этого критерия оценивалась целесообразность применения различных конструкций индукторов, форм и частот тока в них и фазового сдвига между токами индукторов.

На рисунке 2.4 представлены зависимости максимальной скорости движения расплава кремния на поверхности от частоты тока синусоидальной формы с амплитудой 400 А при различных значениях угла сдвига фаз в индукторах. Зависимости построены по результатам численного моделирования.

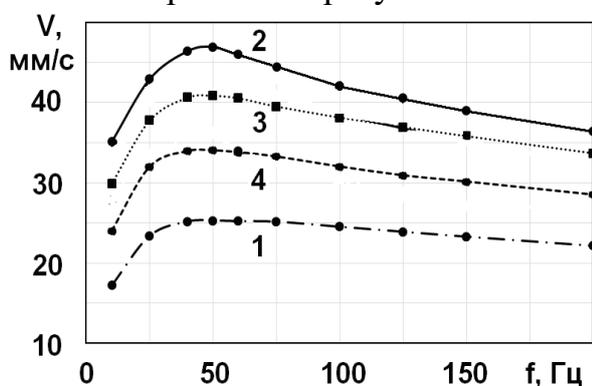


Рисунок 2.4 – Зависимости поверхностной скорости расплава от частоты тока в индукторах при различных значениях углов фазовых сдвигов: 30° (1), 60° (2), 90° (3), 105° (4)

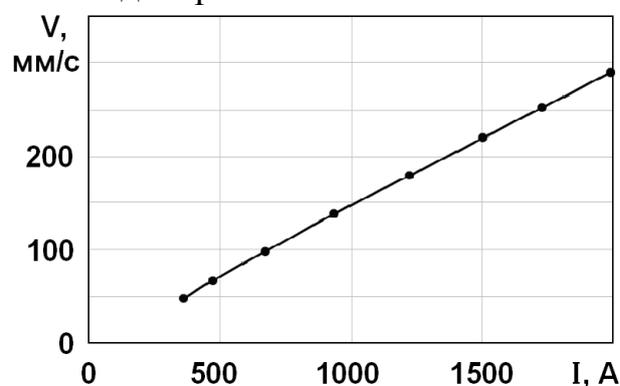


Рисунок 2.5 – Зависимость максимальной скорости расплава на поверхности от амплитуды тока в индукторах при частоте 50 Гц и фазовом сдвиге 60°

Как видно на рисунке 2.4, с ростом частоты скорость увеличивается, достигает максимального значения при частоте 50 Гц и далее уменьшаются. Аналогичным образом скорость изменяется и при увеличении угла сдвига фаз в индукторах. Так, при сдвиге 30° скорость в максимуме равна 25 мм/с (кривая 1), при 60° – 47 мм/с (кривая 3), а далее с ростом угла сдвига до 105° скорость в максимуме снижается (кривые 3 и 4 ниже кривой 2). Детальный анализ всего массива полученных данных показал, что значения частоты 50 Гц и угла сдвига фаз 60° являются оптимальными, при которых обеспечивается максимальная скорость движения расплава кремния на поверхности.

С помощью разработанной численной модели МГД-перемешивания исследована зависимость максимальной скорости движения материала на поверхности расплава кремния от амплитуды тока в индукторах (рисунок 2.5). Установлено, что скорость линейно увеличивается с ростом тока в интервале (0,4 – 2) кА, и достигает высокого значения около 400 мм/с. Это почти на два порядка больше скорости естественной конвекции и свидетельствует о высоком потенциале способа магнитогидродинамического перемешивания расплава кремния в ходе его термической очистки от примесей.

В третьей главе рассматриваются вопросы разработки и изготовления элементов конструкции экспериментальной установки для реализации и исследования



Рисунок 3.1 – Структура экспериментальной установки для исследования процесса МГД-перемешивания расплава кремния

меры индукторы смонтированы вертикально с помощью специальной системы крепления. Индукторы соединены электрически с гермовводами, способными пропускать большой (до 700 А) ток, которые установлены на боковых патрубках специального вакуумного портала. Конструкции портала и креплений позволяют располагать индукторы внутри вакуумной камеры без существенных изменений элементов установки GT-DSS450TM.

Специализированный стабилизированный инверторный источник питания модуля МГД-перемешивания подключается к индукторам через гермовводы. Он обеспечивает опорное питание трех инверторных ячеек, каждая из которых реализована по схеме полного моста. Конструкция инверторной ячейки реализована послойно и состоит из конденсаторной сборки, электрических плат, медных шин, медных листов и алюминиевого радиаторного профиля. Установка частоты и фазового сдвига тока в индукторах, а также направления перемешивания, осуществляется с помощью блока управления модуля МГД-перемешивания, ПЭВМ и специализированного программного обеспечения «Программа управления модулем магнитогидродинамического перемешивания расплава».

вания процесса МГД-перемешивания расплава кремния. Структурная схема устройства представлена на рисунке 3.1. Разработанная система МГД-перемешивания интегрирована в вакуумную камеру промышленной установки направленной кристаллизации GT-DSS450TM. Она состоит из блока индукторов, вакуумного портала с гермовводами, специализированного инверторного источника питания, и блока управления МГД-перемешивания, включающего ПЭВМ. Три индуктора, каждый по шесть витков со стороной квадрата 1512 мм и радиусом скругления углов 1834 мм, выполнены из медного водоохлаждаемого контура овальной формы с внешним диаметром 6 мм и толщиной стенки 1 мм. Внутри вакуумной ка-

Внешний вид разработанной и изготовленной экспериментальной установки, позволяющей реализовать и исследовать процесс МГД-перемешивания расплава кремния на базе вакуумной камеры промышленной установки GT-DSS450TM, представлен на рисунке 3.2.

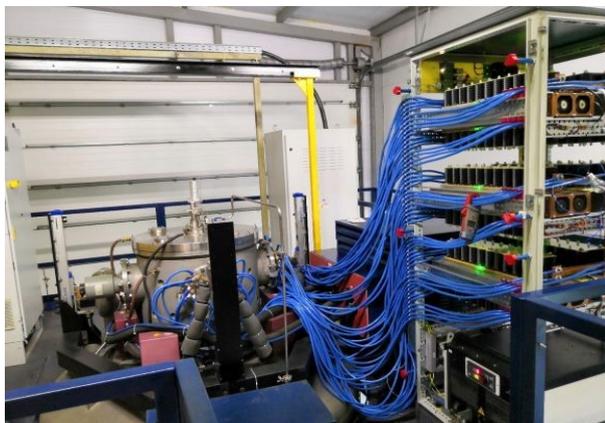


Рисунок 3.2 – Экспериментальная установка для исследования процесса МГД- перемешивания расплава кремния

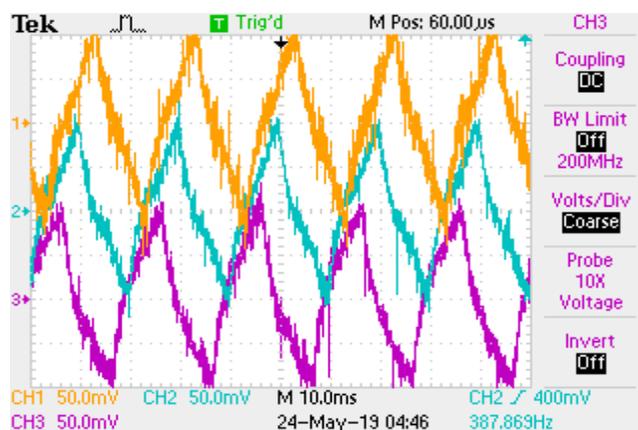


Рисунок 3.3 – Осциллограммы импульсов тока треугольной формы в индукторах с амплитудой 500 А, частотой 50 Гц, фазовым сдвигом 60°

Устройство обеспечивает плавление кремния со стабилизацией теплового режима расплава и его магнитодинамическое перемешивание при автономном управлении параметрами, не связанными с системой нагрева. Амплитуда тока единичного индуктора регулируется в интервале от 10 до 700 А, частота импульсов тока треугольной формы – от 20 Гц до 200 Гц, фазовый сдвиг – от нуля до 180°. Предусмотрены возможности смены направления перемешивания и включения реверсного режима МГД-перемешивания с заданным интервалом времени реверса. Характерные осциллограммы тока треугольной формы в индукторах с амплитудой 500 А, частотой 50 Гц, фазовым сдвигом 60° представлены на рисунке 3.3.

В четвертой главе приводятся результаты исследований, выполненных на разработанной экспериментальной установке для исследования процесса МГД-перемешивания расплава кремния.

Исследована форма тока в индукторах при различных значениях частоты в интервале (25 – 200) Гц и фазового сдвига в диапазоне от нуля до 120°. Установлено, что форма тока на осциллограммах (рисунок 3.3) незначительно отличается от треугольной. Отличие обусловлено падением напряжения на резистивной составляющей сопротивлений индукторов и коммутационных силовых проводов, которая имеет величину порядка 0,01 Ом. Показано, что сдвиг фаз и частота следования импульсов тока полностью соответствуют заданным параметрам и выбранным режимам.

Разработана методика экспериментального определения поверхностной скорости движения расплава. Она основана на видеофиксации частиц нитрида кремния Si_3N_4 , перемещающихся по поверхности расплава. Частицы образуются в результате частичного отслоения верхнего слоя покрытия стенок тигля в процессе

плавки кремния. После видеофиксации, осуществляемой с высоким разрешением, производится раскадровка видеоряда, и по паре кадров с движущейся частицей, совмещенных через одну секунду, вычисляются (попиксельно) пройденное частицей расстояние и среднее значение скорости движения частицы. Характерные результаты видеофиксации приведены на рисунке 4.1.

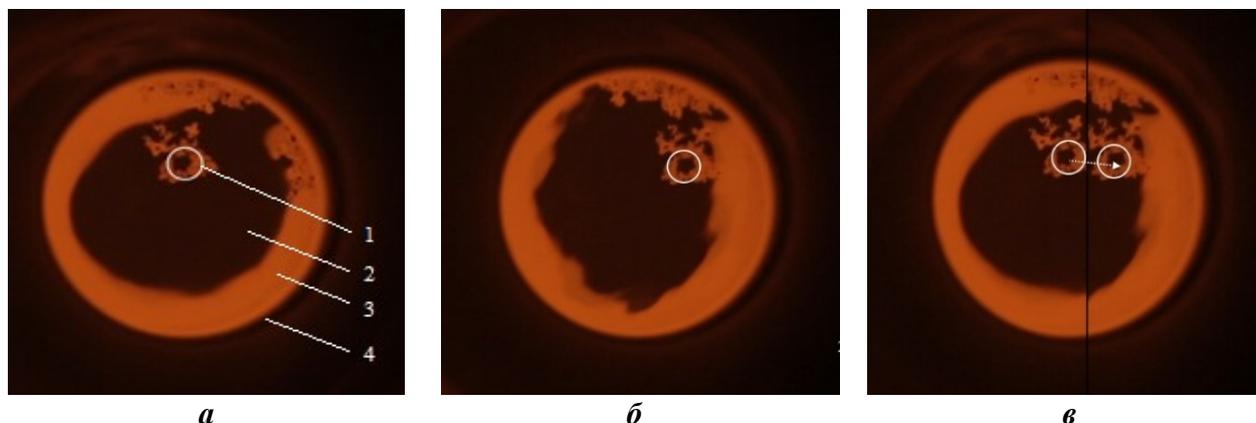


Рисунок 4.1 – Результаты видеофиксации поверхности расплава: *a* – изображение объекта в начальный момент времени (1 – движущаяся частица нитрида кремния; 2 и 3 – поверхность расплава; 4 – контур газохода); *б* – изображение объекта через 1 секунду; *в* – результат компьютерного наложения двух первых кадров с указанием пройденного частицей расстояния

С помощью разработанной методики на нескольких установках GT-DSS450TM определена величина собственной (без влияния МГД-перемешивания) конвективной скорости движения расплава кремния на поверхности. Установлено, что она равна $5,6 \pm 0,4$ мм/с, что почти на порядок меньше максимальной поверхностной скорости движения расплава в модели с МГД-перемешиванием (рисунок 2.4).

Экспериментально исследованы зависимости поверхностной скорости движения расплава кремния, характеризующей эффективность МГД-перемешивания, от частоты тока в индукторах с амплитудой 400 А в интервале (25 – 150) Гц при фазовом сдвиге 60° (*a*) и от угла фазового сдвига в интервале (30 – 120) градусов при частоте 50 Гц (*б*). При каждом значении частоты или угла фазового сдвига скорость вычислялась обработкой результатов видеофиксации расплава (5 – 10). Зависимости представлены на рисунке 4.2

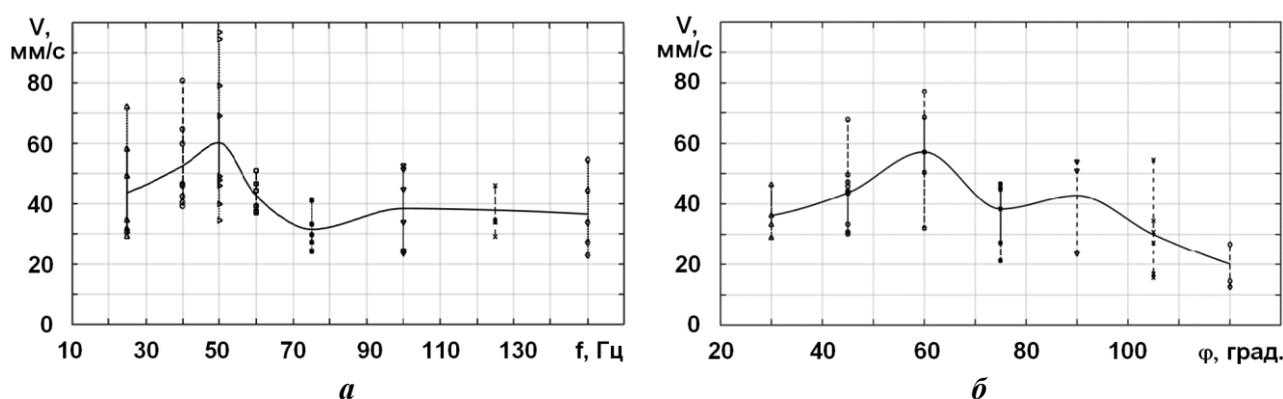


Рисунок 4.2 – Экспериментальные зависимости поверхностной скорости движения расплава кремния от частоты тока в индукторах при фазовом сдвиге 60° (*a*) и от угла фазового сдвига при частоте 50 Гц (*б*). Амплитуда тока – 400 А

Из рисунка 4.2 *а* следует, что максимальные значения абсолютной и средней скорости движения расплава на поверхности наблюдаются при частоте тока в индукторах 50 Гц. Они равны, соответственно, 96,8 мм/с и 60,2 мм/с. График зависимости имеет четко выраженный максимум при частоте 50 Гц, что совпадает с результатами моделирования (рисунок 2.4).

На рисунке 4.2 *б* видно, что максимальные значения абсолютной и средней скорости движения расплава на поверхности достигаются при фазовом сдвиге тока в индукторах 60° . Они равны, соответственно, 77,2 мм/с и 57 мм/с. График зависимости имеет хорошо выраженный максимум при фазовом сдвиге 60° , что соответствует результатам моделирования.

Проведено экспериментальное исследование зависимости поверхностной скорости движения расплава кремния от амплитуды токов треугольной формы в индукторах в интервале (100 – 700) А при оптимальных значениях частоты (50 Гц) и фазового сдвига (60°). График зависимость приведен на рисунке 4.3.

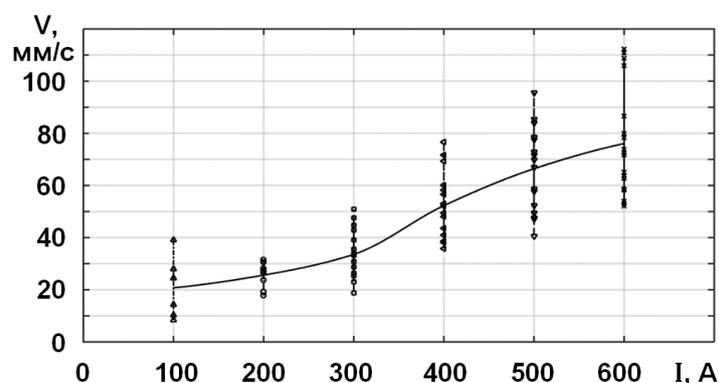


Рисунок 4.3 – Зависимость поверхностной скорости движения расплава кремния от амплитуды тока треугольной формы в индукторах при оптимальной частоте 50 Гц и угле сдвига фаз 60°

Рисунок 4.3 показывает, что поверхностная скорость движения расплава кремния увеличивается с ростом амплитуды тока в индукторах. Это соответствует результатам моделирования (рисунок 2.5). Наибольшая величина скорости движения расплава 112 мм/с получена при амплитуде тока 600 А.

Необходимо отметить, что экспериментальные точки на рисунках 4.2 и 4.3 имеют сравнительно большой «разброс», что связано с турбулентным характером движения расплавленного кремния и сложностью методики определения скорости по перемещению частиц нитрида кремния, форма и размеры которых могут изменяться в процессе перемещения.

Проведено экспериментальное исследование эффективности использования МГД-перемешивания в процессе направленной кристаллизации расплава кремния. В ходе работы проведен ряд плавок при различных параметрах МГД-перемешивания расплава на этапе кристаллизации слитка. Некоторые слитки были распилены на блоки стандартного размера порядка $160 \times 160 \times 290$ мм, которые исследовались с помощью установки инфракрасного контроля на наличие дефектов и включений. Результаты инфракрасного контроля показали, что структура блоков равномерная и в ней отсутствуют видимые дефекты и включения. Методом фотолюминесценции проанализировано распределение времени жизни не-

основных носителей заряда. Установлено, что у слитка, выращенного с использованием МГД-перемешивания расплава, толщина верхнего слоя с малым (до 6 мкс) временем жизни носителей приблизительно на 10 мм меньше. При производстве пластин кремния, верхние участки слитка с низким временем жизни основных носителей обрезаются и утилизируются, что ведет к росту естественных невозвратных потерь. Увеличение пригодной высоты слитка на 10 мм позволяет повысить на (3 – 4) % выход годных пластин.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В соответствии с целью и задачами диссертационного исследования в работе получены следующие основные результаты.

1. Разработана самосогласованная физико-математическая модель системы МГД-перемешивания расплава кремния с учетом геометрии функциональных узлов вакуумной камеры установки направленной кристаллизации GT-DSS450TM с промышленным форматом тигля (порядка 862×862×450 мм) и массой получаемого слитка 450-500 кг. Проведено моделирование процесса МГД-перемешивания расплава при различных параметрах тока в индукторах (форма тока, амплитуда, частота, сдвиг фаз). На основании данных моделирования осуществлен выбор конфигурации и параметров экспериментальной установки.

2. Создана экспериментальная установка для исследования процесса МГД-перемешивания расплава кремния, на базе вакуумной камеры промышленной установки GT-DSS450TM, позволяющая автономно (без нарушения процессов плавления и кристаллизации) управлять перемешиванием расплава. Параметры устройства: амплитуда импульсов тока треугольной формы в каждом из трех индукторов – до 700 А (до 2,1 кА суммарно), частота тока – (25 – 200) Гц, сдвиг фаз – (0 – 120) градусов.

3. Разработана методика оценки поверхностной скорости движения расплава кремния. Методика основана на видеофиксации частиц нитрида кремния Si_3N_4 , перемещающихся по поверхности расплава. После видеофиксации, осуществляемой с высоким разрешением, производится раскадровка видеоряда, и по паре кадров с движущейся частицей, совмещенных через одну секунду, вычисляются (попиксельно) пройденное частицей расстояние и среднее значение скорости движения частицы. С помощью разработанной методики впервые определена собственная (без использования МГД-перемешивания) конвективная скорость движения расплава кремния на поверхности, равная $5,6 \pm 0,4$ мм/с.

4. Проведено экспериментальное исследование эффективности перемешивания расплава кремния от частоты импульсов тока треугольной формы. Максимальная скорость движения расплава на поверхности 60 мм/с зафиксирована при частоте тока в индукторах 50 Гц (фазовый сдвиг 60° , амплитуда тока 400 А), что соответствует результатам моделирования.

5. Экспериментально исследована зависимость поверхностной скорости движения расплава кремния при МГД-перемешивании от фазового сдвига токов в индукторах. Характер зависимости имеет четко выраженный максимум при значении фазового сдвига 60° . Максимальная скорость 57 мм/с зарегистрирована при частоте 50 Гц и амплитуде тока 400 А).

6. Получена экспериментальная зависимость поверхностной скорости движения расплава кремния от амплитуды токов треугольной формы в индукторах в интервале (100 – 700) А при оптимальных значениях частоты (50 Гц) и угла сдвига фаз (60°). Наибольшая величина средней скорости движения расплава 112 мм/с получена при амплитуде тока 600 А.

7. Проведена экспериментальная оценка эффективности применения разработанного устройства МГД-перемешивания в процессе направленной кристаллизации расплава кремния на установке GT-DSS450TM. Показано, что МГД-перемешивание уменьшает толщину верхнего слоя слитка с малым (менее 6 мкс) временем жизни неосновных носителей тока приблизительно на 10 мм и за счет этого повышает выход годных изделий на (3 – 4) %.

Таким образом, в ходе проведенных исследований теоретически и экспериментально обоснована целесообразность применения МГД-перемешивания расплава в процессе выращивания слитков мультикристаллического кремния с целью улучшения параметров технологического процесса направленной кристаллизации.

СПИСОК ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Работы, опубликованные в научных журналах, входящих в перечень ведущих рецензируемых журналов и изданий ВАК РФ:

1. Карabanов, С.М. Математическое моделирование процесса вакуумного рафинирования расплава кремния в условиях магнитогидродинамического перемешивания / С.М. Карabanов, Д.В. Суворов, Д.Ю. Тарабрин, О.А. Беляков, А.С. Карabanов, Е.В. Сливкин, А.Е. Серебряков, В.В. Климаков // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета. –2018. – № 65. – С. 164-170.

2. Сливкин, Е.В. Математическое моделирование системы магнитогидродинамического перемешивания расплава кремния экспериментальной установки направленной кристаллизации / Е.В. Сливкин, С.М. Карabanов, Д.В. Суворов, Д.Ю. Тарабрин // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета. –2019. – № 68. – С. 111-119.

3. Сливкин, Е.В. Экспериментальное исследование скорости движения расплава кремния в условиях магнитогидродинамического перемешивания / Е.В. Сливкин // Вестник Рязанского государственного радиотехнического университета. –2019. – № 69. – С. 211-220.

Публикации в изданиях, индексированных в Web of Science и Scopus:

4. . Karabanov, S.M Study of interaction of a plasma jet with the silicon melt surface under the conditions of its high turbulence [Электронный ресурс] / S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Yu. Tarabrin, E. V. Slivkin, V.A. Korotchenko, A. N. Vlasov, O.A. Belyakov, A. S. Karabanov, V.L. Dshkunyan // Proceedings of 2017 IEEE International Conference on Environment and Electrical Engineering. – 2017. – P. 1-5. Режим доступа: <https://ieeexplore.ieee.org/document/7977457> [20.09.2019].

5. Karabanov, S.M. Study of Plasma-chemical Purification of Metallurgical-grade Silicon under the Conditions of Electromagnetic Stirring by Mathematical Modeling/ S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Yu. Tarabrin, E. V. Slivkin, O.A. Belyakov, A.

S. Karabanov, A.E. Serebryakov, V. V. Klimakov // Energy Procedia.– 2018. – V. 150. – P. 2-8.

6. Karabanov, S.M. Mathematical modeling of vacuum refining of silicon melt under the conditions of electromagnetic stirring [Электронный ресурс] / S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Yu. Tarabrin, E. V. Slivkin, A.E. Serebryakov, V. V. Klimakov, A. S. Karabanov, O.A. Belyakov // AIP Conference Proceedings. – 2018. – V. 1999. – I.– 1. – P. 2-9 Режим доступа: <https://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.5049251> [16.09.2019]

7. Karabanov, S.M Study of Electromagnetic Stirring of Silicon Melt by Mathematic Modeling [Электронный ресурс] / S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Y. Tarabrin, E. V. Slivkin, O. Belyakov, A. S. Karabanov, // Proceedings of 2018 IEEE International Conference on Environment and Electrical Engineering. – 2018. – P. 1-5. Режим доступа: <https://ieeexplore.ieee.org/document/8494593> [20.09.2019]

8. Karabanov, S.M Study of the Temperature Influence on the Efficiency of Silicon Vacuum Refining under Electromagnetic Stirring [Электронный ресурс] / S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Y. Tarabrin, E. V. Slivkin, A.E. Serebryakov, V. V. Klimakov, A. S. Karabanov, O.A. Belyakov // Proceedings of 2019 IEEE International Conference on Environment and Electrical Engineering. – 2019. – P. 1-5. Режим доступа: <https://ieeexplore.ieee.org/document/8783705> [21.09.2019]

Охранные документы:

9. Программа управления модулем магнитогидродинамического перемешивания расплава: свидетельство о государственной регистрации ПрЭВМ 2019618057 Рос. Федерация / Серебряков А.Е., Сливкин Е.В., Суворов Д.В., Карabanov С.М., Тарабрин Д.Ю.; заявитель и правообладатель Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Рязанский государственный радиотехнический университет имени В.Ф. Уткина». – № 2019616935; заявл. 10.06.2019; опубл. 26.06.2019. – 1 с.

10. Способ повышения эффективности очистки кремния: пат. 2702173 Рос. Федерация: МПК С22В 9/00 (2006.01), С01В 33/037 (2006.01) / Карabanov С.М., Суворов Д.В., Сливкин Е.В., Тарабрин Д.Ю., Карabanov А.С., Ерахтин О.В., Воронина Т.Н., Беяков О.А., Панов А.А.; № 2018146000; заявл. 25.12.2018; опубл. 04.10.2019, Бюл. № 28. – 1 с. :7 ил.

Публикации в других изданиях:

11. Сливкин, Е.В. Повышение эффективности математического моделирования очистки Si в условиях магнитогидродинамического перемешивания / Е.В. Сливкин, Д.В. Суворов, С.М. Карabanov, Д.Ю. Тарабрин // Новые информационные технологии в научных исследованиях материалы XXII Всероссийской научно-технической конференции студентов, молодых ученых и специалистов. Рязанский государственный радиотехнический университет. – 2017. – С. 76-78

12. Karabanov, S.M. Approaches to the development of environmentally friendly and resource-saving technology for solar-grade silicon production / S. M. Karabanov, D. V. Suvorov, D. Y. Tarabrin, E. V. Slivkin, A. S. Karabanov, O.A. Belyakov, A.A. Trubitsyn, A.E. Serebryakov // MRS Advances. – 2019. – V. 4(35) – P. 1937-1947.

13. Karabanov, S.M. Mathematical Modeling of Electromagnetic Stirring of Silicon Melt [Электронный ресурс] /S.M. Karabanov, D.V. Suvorov, D.Y. Tarabrin, A.S. Karabanov, E.V. Slivkin, A.A. Trubitzin, O.A. Belyakov // Proceedings of 35th European Photovoltaic Solar Energy Conference and Exhibition. – 2018. – P. 483-487. Режим доступа: <https://www.eupvsec-proceedings.com/proceedings?tagged&paper=44883> [25.09.2019]

Сливкин Евгений Владимирович

**РАЗРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ
ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССА МАГНИТОГИДРОДИНАМИЧЕСКОГО
ПЕРЕМЕШИВАНИЯ РАСПЛАВА КРЕМНИЯ**

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Подписано в печать 16.10.2019 г. Формат бумаги 60 x 84 1/16.

Бумага офсетная. Печать цифровая. Усл. печ. л. 1,0.

Тираж 100 экз.

Отпечатано в типографии BookJet (ИП Коняхин А.В.)

Номер заказа 2572

Тел.: +7 (4912) 46-61-51,

Почта: info@bookjet.ru.

Адрес: 390046, г. Рязань, ул. Пушкина, д. 18