

УДК 621.74

А. С. Филев, И. В. Цветков, А. Н. Овчарук, В. А. Тутык
Национальная металлургическая академия Украины (НМетАУ),
Днепропетровск

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ВКЛЮЧАЮЩИХ Si3N4 ПРИ ПОЛУЧЕНИИ СЛИТКОВ СОЛНЕЧНОГО КРЕМНИЯ

При получении слитков солнечного кремния с использованием электронно-лучевых технологий рафинирования, встает задача получения керамических изделий пригодных для эксплуатации в условиях динамических тепловых, электрических нагрузок.

Обычно при производстве кристаллического кремния солнечного качества используют керамику, выполненную из кварца. Расплавленный кремний вступает в реакцию с тиглем из SiO₂, который находится в контакте с ним, образуется моно оксид кремния и кислород, при этом разрушается тигель, а кислород загрязняет расплав кремния.

Задача повышения качества тиглей решается различными методами, прежде всего включение в состав массы для формирования тигля различных компонентов решающих задачи повышения реакционной и термической стойкости. Для получения керамического изделия готовят шихту, формируют заготовку и осуществляют ее термообработку, в состав шихты включают порошки, содержащие кварц, нитриды и карбиды различных элементов (алюминия, кремния, бора, ниобия, иттрия и др.). Полученная керамика отличается повышенной термостойкостью, механической прочностью, пониженным удельным объемом, высокой термостабильностью объема при повышенных температурах, но требует дополнительных затрат на предварительное получение карбид и нитрид содержащих порошков. Кроме того, не всегда удается исключить загрязнение расплава кремния материалом тигля.

Более перспективным направлением является формирование многослойных тиглей, при этом не исключается возможность формирования слоев из многокомпонентных материалов, но преобразование компонентов в слое эффективнее производить непосредственно перед применением тигля для переплава и кристаллизации. Расплавление кремния осуществляется в кварцевых или многокомпонентных тиглях содержащих помимо кварца нитриды и карбиды, с толщиной стенок ~30 мм, при этом внутренняя поверхность тиглей покрывается защитным слоем толщиной ~300 мкм из нитрида кремния или многокомпонентным слоем, включающим как чистый кремний, так и нитрид кремния. Покрытие внутренней поверхности тигля позволяет на порядок снизить концентрацию металлических примесей в слитке мультикремния и повысить время жизни неравновесных носителей заряда.

Для формирования защитного слоя на поверхности тиглей применяют

различные технологии и материалы. Например, при получении кремния солнечного качества возможно использование многокомпонентного покрытия, содержащего нитрид кремния и хлорид кальция, которое наносится слоем от 150 до 300 мкм на графитовый тигель. При этом нанесение может быть осуществлено при помощи химического осаждения из газовой фазы, при помощи плазменного напыления, при помощи пиролиза на стенках тигля, в виде коллоидной суспензии в водном неорганическом растворе, с помощью высокотемпературной огневой обработки и другими способами

Покрытие, в состав которого входит нитрид кремния, необходимое для исключения реакцию кремния с тиглем из кварца должно быть достаточно большой толщины порядка 300 мкм. Операция нанесения покрытия требует времени, при этом покрытие из нитрида кремния нанесенное различными способами может быть механически слабым и отслаиваться или шелушиться во время использования или даже до начала использования.

Рекомендуется наносить покрытие в самый последний момент перед использованием, то есть на оборудовании, на которое возлагается задача, как нанесения покрытия, так и плавления кремния, в работе для решения этой задачи, предложено использовать электронный пучок газоразрядной электронной пушки с полым анодом [1], работающей в низком вакууме, что упрощает технологический процесс. Формирование слоя нитрида кремния и кремния на поверхности тигля, происходит из порошкового кремния при использовании в качестве газовой среды N₂, непосредственно перед началом расплавления кремния в установке. Опробованные ранее технологические схемы получения нитрида кремния с использованием низковакуумных газоразрядных пушек показали возможность осуществления данного технологического решения [2]. По предложенной технологии удастся создавать на поверхности тигля прочный слой, состоящий из кремния и нитрида кремния, обеспечивающий предъявляемые требования по стойкости и реакционной способности.

Литература

1. Tutyk V. A. Low-vacuum gas-discharge electron guns on the basis of high-voltage glow discharge // Problems of atomic science and technology. – 2008. — №6. – P. 156 -158.
2. Цветков И. В., Тутык В. А. Исследование применения газоразрядной электронной пушки при получении азотированного ферросилиция // Металлургическая и горно-рудная промышленность. – 2008. – №4. – С. 29-31.