



УДК 669.187.526:51.001.57

ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ПЛАВКИ МОЛИБДЕНА МЕТОДОМ МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

В. О. Мушегян

Проведена серия численных экспериментов по определению оптимальных режимов плавки молибденовых слитков в водоохлаждаемый кристаллизатор. Проанализировано влияние технологических параметров плавки (мощность и распределение электронно-лучевого нагрева металла в кристаллизаторе, частота и температура перегрева заливки) на характеристики затвердевания слитка. Установлена степень влияния каждого из параметров в технологически допустимых интервалах.

Series of numerical experiments have been made for determination of optimum conditions of melting the molybdenum ingots into a water-cooled mould. The effect of technological parameters of melting (power and distribution of electron beam heating of metal in mould, frequency and temperature of charge overheating) on characteristics of ingot solidification was analyzed. The degree of effect of each of parameters in technologically allowable intervals was established.

Ключевые слова: электронно-лучевой переплав; молибден; слиток; математическая модель; теплопередача; центральный и периферийный нагрев; время охлаждения; градиент температур

Применяемый при ЭЛП способ нагрева металла позволяет достаточно гибко за счет фокусировки электронного луча и сканирования им нагреваемой поверхности перераспределять плотность теплового потока в широком диапазоне значений независимо от производительности плавления металла. Это дает возможность целенаправленно воздействовать на тепловое состояние жидкой ванны в кристаллизаторе для формирования плоского фронта затвердевания [1].

С целью реализации указанной возможности в центральной зоне зеркала металлической ванны создается равномерный тепловой поток с локальным сосредоточением вблизи стенки кристаллизатора [2]. При этом центральный обогрев компенсирует потери тепла металлом за счет излучения и испарения на свободной поверхности, а периферийный обогрев — теплоотвод в стенки водоохлаждаемого кристаллизатора.

Для определения оптимальных параметров плавки молибдена в электронно-лучевой установке с промежуточной емкостью, соответствующих минимальной глубине жидкой ванны и плоскому фронту затвердевания использовали модель электронно-лучевой плавки молибдена в водоохлаждаемый проходной кристаллизатор [3]. Моделировали

процесс плавки в кристаллизаторы диаметром 70 и 100 мм, в ходе которой жидкий металл периодически подают из промежуточной емкости в кристаллизатор с временными паузами между заливками очередных порций. Базовым при расчетах принят режим электронно-лучевой плавки, реализованный экспериментально [3] (табл. 1).

В качестве основных параметров распределения электронно-лучевого теплового потока выделим D_R — участок вдоль радиуса зеркала ванны, на который приходится 90 % мощности периферийного обогрева W_2 , распределенной по закону Гаусса; d_R — смещение D_R на стенку кристаллизатора; W_1 — мощность центрального обогрева, равномерно распределенная на участке $0 \dots (D_R - d_R)$ поверхности зеркала ванны (рис. 1).

На рис. 2 представлена геометрия жидкой ванны к моменту окончания паузы между заливками для

Таблица 1. Технологические параметры базового (1) и расчетного (2) режимов при диаметре слитка $D = 7$ см, глубине ванны $l_z(r = R) = 0,2$ см

№ режима	W_1	W_2	W_{06}	$l_z(r = 0)$
	кВт			
1	8,4	49,2	60,0	0,60
2	7,4	51,2	56,6	0,38

Примечание. Здесь W_{06} — общая мощность.

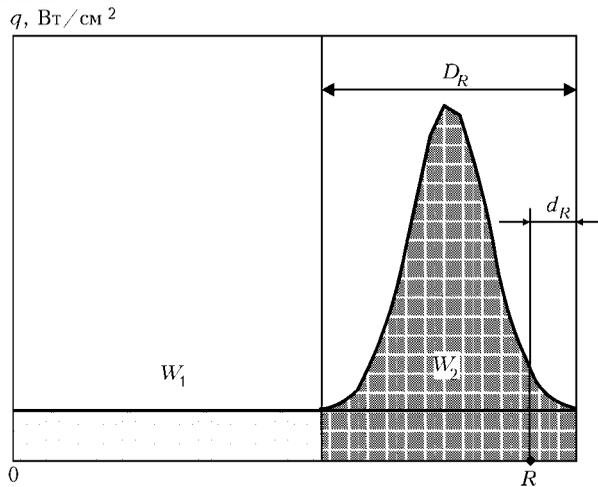


Рис. 1. Схема распределения мощности нагрева металла q на поверхности зеркала ванны в полости кристаллизатора

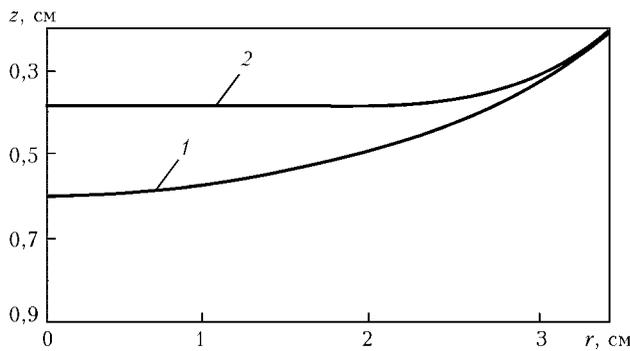


Рис. 2. Геометрия жидкой ванны к моменту окончания паузы между заливками ($D = 7$ см): z — расстояние до поверхности ванны

двух вариантов обогрева зеркала ванны (табл. 1): базового (1) и полученного при варьировании параметров W_1, W_2 (2).

Кривые рис. 2 показывают, что путем варьирования значений W_1, W_2 можно сформировать более плоский фронт, чем в базовом варианте, при более низкой тепловой мощности обогрева (табл. 1). Этого результата можно достичь за счет снижения плотности обогрева в центральной части ванны и ее повышения вблизи стенки кристаллизатора (рис. 3). Зона максимального температурного перегрева поверхности зеркала ванны смещается из осевой части ванны на периферийную, а перегрев металла над температурой плавления, согласно расчетам, повышается на 60°C . Для слитка диаметром 100 мм зафиксирована аналогичная качественная картина.

Проведена серия численных экспериментов с изменением смещения d_R электронного луча на стенку кристаллизатора. На рис. 3 показаны результаты расчетов для слитка диаметром 7 см при различных значениях d_R .

Как следует из рисунка, увеличение значения d_R позволяет создавать более плоский фронт затвердевания, но при этом, как показали расчеты, большее смещение периферийного обогрева на стенку кристаллизатора приводит к необходимости повышения мощности тепловложения $W_{об}$ в 1,5 раза. С учетом этих особенностей для дальнейших опти-

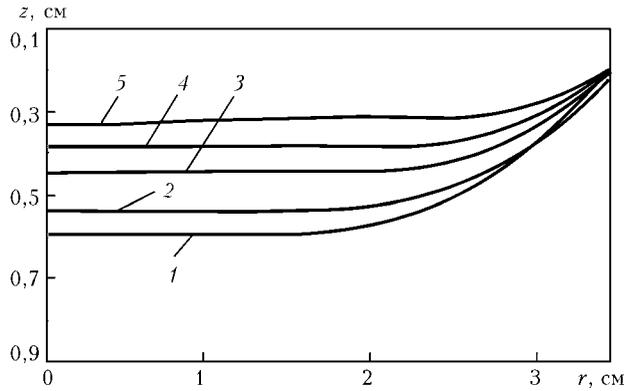


Рис. 3. Геометрия ванны к моменту окончания паузы между заливками при различных значениях d_R : 1 — 0; 2 — 0,2; 3 — 0,4; 4 — 0,6; 5 — 0,9 см

Таблица 2. Оптимизированные режимы нагрева слитка молибдена в кристаллизаторе диаметром 70 и 100 мм

D	d_R	$W_{об}$	W_1	W_2
			кВт	
7	0,6	50,808	6,562	44,245
10	0,4	77,694	17,273	60,420

мизационных расчетов приняты параметры d_R согласно табл. 2, позволяющие создавать достаточно плоский фронт затвердевания при умеренной повышении тепловой мощности обогрева зеркала ванны.

Для оценки влияния общей мощности обогрева зеркала ванны $W_{об}$ на параметры затвердевания жидкого металла задан диапазон значений l_z ($r = R$) согласно табл. 2. Значения W_1, W_2 подбирали таким образом, чтобы фронт был плоским и без перегибов.

На рис. 4 показана геометрия ванны и область с установленным перегревом металла ($T_X - T_L$, где $T_X = 2637$; $T_L = 2617^\circ\text{C}$ — температуры соответственно перегретого металла и точки плавления. В табл. 3 приведены данные расчетов, свидетельствующие о том, что повышать интенсивность обогрева зеркала ванны нерационально, поскольку увеличение мощности тепловложения не способствует росту

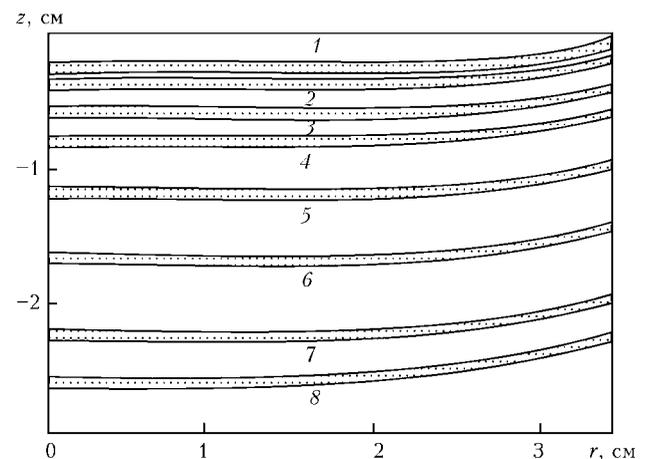


Рис. 4. Интервал $T_X - T_L$ при различных значениях мощности $W_{об}$ обогрева зеркала ванны, кВт: 1 — 55,4; 2 — 56,8; 3 — 59,6; 4 — 62,4; 5 — 67,4; 6 — 7,3; 7 — 78,2; 8 — 83,8 кВт); $D = 7$ см



Таблица 3. Технологические и теплофизические характеристики различных режимов плавки (кристаллизатор $D = 7$ см)

$l_z (r=R)$, см	$W_{об}$	W_1	W_2	G , °C/см	dt , с	$l_z (r=0)$, см
	кВт					
0,1	55,387	7,374	48,012	230,48	2,314	0,28
0,2	56,860	7,475	49,386	229,01	2,329	0,40
0,4	59,620	7,642	51,979	227,37	2,350	0,61
0,6	62,414	7,780	54,634	226,92	2,346	0,82
1,0	67,385	7,723	59,661	222,70	2,390	1,22
1,5	72,974	7,020	65,953	221,90	2,400	1,71
2,0	78,215	6,867	73,347	220,10	2,450	2,28
2,3	83,805	6,165	79,639	217,00	2,500	2,64

Таблица 4. Зависимость параметров кристаллизации от температуры перегрева ΔT

ΔT , °C	$l_z (r=0)$, см	$l_z (r=R)$, см	dt , с	G , °C/см
$D = 7$ см				
0	0,76	0,20	5,19	256,70
40	0,76	0,20	5,19	257,02
80	0,76	0,20	5,19	256,97
140	0,76	0,20	5,19	256,85
$D = 10$ см				
0	0,370	0,099	3,389	202,36
40	0,371	0,099	3,389	202,33
80	0,373	0,099	3,391	202,22
140	0,375	0,099	3,393	202,07

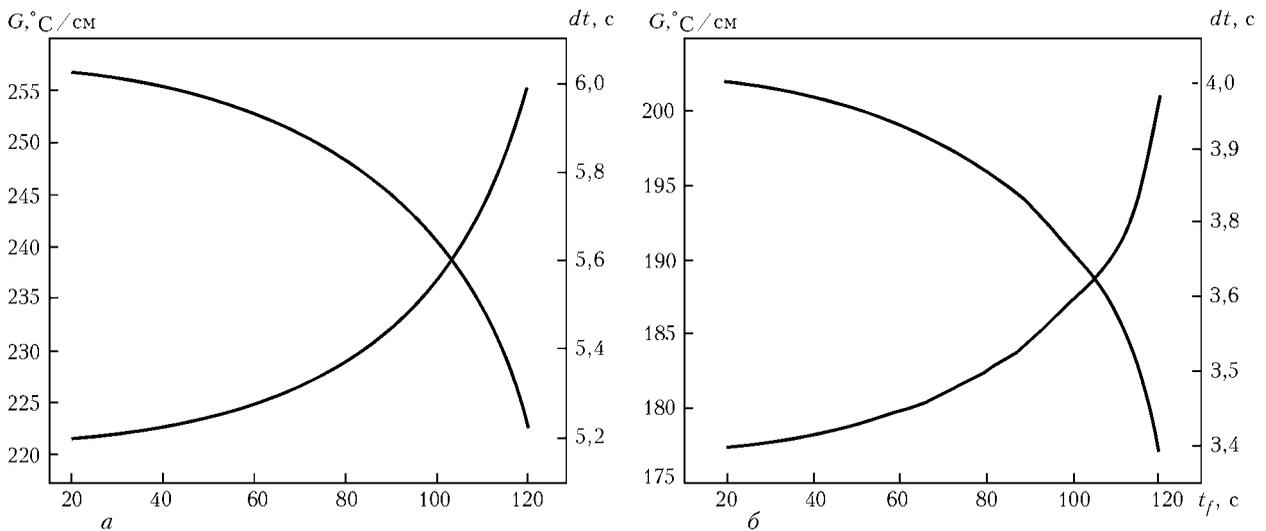


Рис. 5. Зависимость градиента температуры перед фронтом затвердевания и времени пребывания металла t_f в заданном температурном интервале (2637... 2617 °C) от времени литья (период подачи металла 120 с) при D : а – 7; б – 10 см

показателей затвердевания жидкого металла. Напротив, при уменьшении мощности обогрева жидкого металла в кристаллизаторе улучшаются теплофизические характеристики процесса кристаллизации молибдена: несколько увеличивается градиент температур G вдоль движения фронта кристаллизации и уменьшается временной интервал охлаждения dt (соответственно повышается скорость охлаждения). Аналогичные зависимости зафиксированы для слитка диаметром 100 мм.

Исследовано влияние периодичности заливки и перегрева поступающего в полость кристаллизатора металла выше температуры плавления на тепловое состояние слитка. Моделировали заливку металла с периодом 120 с, при которой время собственно заливки изменяли в пределах 20... 120 с, а пауза между заливками составляла 0... 100 с.

На рис. 5 приведены средние по периоду численные данные, показывающие влияние соотношения времени литья и паузы на параметры затвердевания жидкой ванны. Из представленных данных следует, что при соотношении времени литья и паузы 20:100 и 120:0 (непрерывное литье) время пребывания в заданном температурном интервале и

градиент температуры перед фронтом затвердевания изменяются на 13 %, наилучшие показатели отмечены при минимальном времени литья 20 с.

Данные расчетов (табл. 4) также показывают, что изменение ΔT (перегрев поступающего в полость кристаллизатора металла над температурой ликвидус) в пределах 0... 140 °C не приводит к существенному колебанию параметров жидкометаллической ванны, следовательно, повышение перегрева сливаемого металла нерационально, поскольку при этом увеличиваются энергозатраты на стадии промежуточной емкости.

Выводы

1. Расчетным путем установлено, что применение центрального и периферийного нагревов металла в кристаллизаторе при плавке слитков молибдена диаметром 7 и 10 см в электронно-лучевой печи позволяет при минимальной глубине жидкой ванны добиться практически плоского фронта кристаллизации.

2. Определены основные параметры, влияющие на процесс кристаллизации молибдена при ЭЛПЕ, –



мощность электронно-лучевого нагрева, смещение луча на кристаллизатор, соотношение времени литья и паузы. Вместе с тем, перегрев сливаемых порций над температурой ликвидус влияет не столь существенно.

1. *Электронно-лучевая плавка* / Б. Е. Патон, Н. П. Тригуб, Д. А. Козлитин и др. — Киев: Наук. думка, 1997. — 265 с.
2. *Жук Г. В.* О влиянии распределения мощности нагрева металла в кристаллизаторе в процессе ЭЛПЕ на структуру

титановых слитков // Современ. электрометаллургия. — 2008. — № 2. — С. 17–20.

3. *Мушегян В. О.* Математическое моделирование электронно-лучевой плавки молибдена // Там же. — 2011. — № 3. — С. 13–16.

ГП НТЦ «Патон-Армения» ИЭС им. Е. О. Патона
НАН Украины, Киев
Поступила 26.10.2011

УДК 669.187.826

ОЧИСТКА КРЕМНИЯ ОТ ФОНОВЫХ И ЛЕГИРУЮЩИХ ПРИМЕСЕЙ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ БЕСТИГЕЛЬНОЙ ЗОННОЙ ПЛАВКЕ

Е. А. Аснис, Н. В. Пискун, И. И. Статкевич

Приведены данные о влиянии стерильности вакуумной плавильной камеры на содержание фоновых и легирующих примесей в монокристаллах кремния, полученных способом электронно-лучевой бестигельной зонной плавки.

Data are given about the effect of sterility of vacuum melting chamber on content of background and alloying impurities in silicon single crystals produced by electron beam crucibleless zonal melting.

Ключевые слова: электронно-лучевая зонная плавка; вакуум; кремний; гелий; кислород; фосфор

Проблема очистки кремния от примесей, особенно кислорода, является актуальной при использовании его в качестве радиационно-стойкого материала, в частности для создания высокоэффективных счетчиков ядерных излучений, солнечных батарей, приборов, расположенных на внешней поверхности станции и подвергаемых жесткому облучению частицами высоких энергий. Наличие кислорода в кремнии уменьшает быстродействие электронных приборов и служит причиной невоспроизводимости параметров таких приборов, как импульсные и переключающие диоды, диоды СВЧ и др. [1].

В некоторых случаях при получении монокристаллов кремния с р-проводимостью необходимо осуществлять очистку также и от легирующих примесей, например фосфора.

В настоящее время чистота кремния по легирующим примесям доведена до $1 \cdot 10^{13} \dots 1 \cdot 10^{14}$ ат/см³, а содержание фоновой примеси — кислорода — до $1 \cdot 10^{17} \dots 1 \cdot 10^{18}$ ат/см³.

В процессе электронно-лучевой бестигельной зонной плавки происходит очистка кремния от ле-

гирующих и фоновых примесей [2] как вследствие отгонки, вызываемой зонной перекристаллизацией, так и десорбции примесей с поверхности образца при значениях температуры, близких к таковым кристаллизации. Причем по этой схеме из расплава будут удаляться примеси с упругостью пара выше, чем у кремния [3].

На содержание примесей в кремнии влияет остаточная атмосфера плавильной вакуумной камеры, в которой проводится зонная электронно-лучевая плавка, причем одним из главных параметров является степень вакуума в камере.

Для определения возможности очистки кремния от кислорода выполнили расчет концентрации кислорода в остаточной атмосфере вакуумной камеры:

$$P = nkT, \quad (1)$$

где P — парциальное давление кислорода, Па; n — количество атомов кислорода, см³; k — постоянная Больцмана, $1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/град; T — температура в камере, К. Остаточное давление в камере, подготовленной для плавки кремния, обычно составляет $2 \cdot 10^{-5}$ торр ($2,7 \cdot 10^{-3}$ Па) при температуре 300 К. Можно допустить, что отношение парциального