

## Литература

1. Немчинова Н.В., Клёц В.Э. Кремний: свойства, получение, применение: учеб. пособие. Иркутск: Изд-во ИрГТУ, 2008. 272 с.
2. Леонов С.Б., Зельберг Б.И., Авдеев М.П. Подготовка шихтовых материалов для электротермического производства кремния. Иркутск: Изд-во Иркут. ун-та, 1991. 151с.
3. Немчинова Н.В., Клещ В.Э., Черняховский Л.В. Силикаты натрия как связующее для образования брикетов при выплавке кремния. Известия вузов. Цветная металлургия. 1999. №2. С.14-18.

УДК 669.85/86

## **Рафинирование кремния при карботермической технологии**

А.А. Тютрин, И.С. Шарафеева

ФГБОУ ВПО «Иркутский государственный технический университет»,  
г.Иркутск

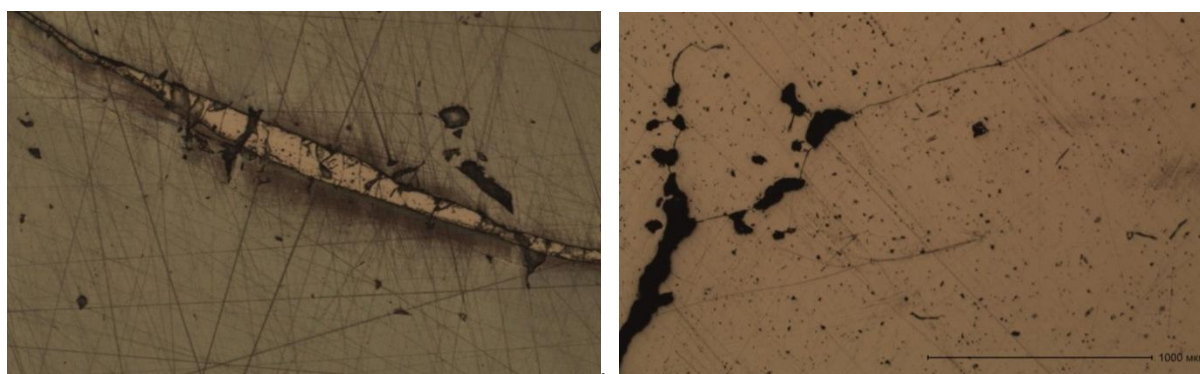
В последнее время значительные усилия исследователей направлены на поиск новых и совершенствование существующих технологий получения и рафинирования кремния, позволяющих получать кремний высокого качества, который наиболее полно удовлетворяет требования потребителей. Перспективность расширения сферы использования кремния за счет применения экономически выгодных и экологически безопасных технологий его получения объясняется огромными запасами кремниевого сырья в земной коре. На сегодняшний день около 80% производимого кремния находит применение в черной и цветной металлургии в качестве лигатуры. Также кремний используется для производства кремнийорганических соединений; является основным материалом в электронике для транзисторов, выпрямителей тока (диодов), усилителей радиоволн (триодов), микропроцессоров

(контроллеров) и интегральных схем для ЭВМ; используется в солнечной энергетике и микроэлектронике [1].

В связи с актуальностью представленной проблемы нами были проведены исследования в области гидрометаллургического рафинирования кремния, включающие измельчение металлургического материала и последующую обработку полученного кремниевого порошка раствором соляной кислоты; при этом обработка порошка кремния раствором соляной кислоты проводилась под действием ультразвуковых (УЗ) колебаний [2].

Для проведения экспериментальных исследований по отработке новой методики кислотно-ультразвуковой очистки были отобраны образцы кремния с ЗАО «Кремний» из рафинировочного ковша вместимостью 2400 кг.

Наличие сложных интерметаллидов в исходных образцах кремния доказывают результаты металлографических исследований, выполненных с помощью микроскопа Olympus GX-51 (Германия), рисунок 1а. Неметаллические примесные фазы в кремнии присутствуют в виде конгломератов, скоплений и отдельных включений (рисунок 1 б); наиболее часто встречаемые соединения – моносиликат кальция  $CaSiO_3$ ,  $\alpha$ - $SiO_2$ -кристобалит [3].



а

б

Рис.1. Микроструктура образцов кремния, увеличение – 100х

По результатам серии опытных испытаний нами были выбраны: оптимальная крупность исследуемого материала ( $-150+100$  мкм) и частота ультразвуковых колебаний ( $22\pm 1,65$  кГц).

Согласно предлагаемой методики рафинирования предварительно измельченный металлургический материал подвергался кислотной обработке на установке, состоящей из ультразвуковой ванны УЗВ-9/100 МП 22/44 и механической лопастной мешалки. Отношение Ж:Т было принято равным 4:1. Лабораторные исследования по выщелачиванию навески измельченного кремния массой 20 г проводились соляной кислотой объемом 80 мл с концентрацией в диапазоне 5-15 мас. % в мерном стакане ( $V=200$  мл), помещенном в ультразвуковую ванну, в течение 20-120 мин при механическом перемешивании. В процессе выщелачивания температура за счет явления кавитации самопроизвольно повышалась в среднем до  $47\pm 3$  °С.

По данным химического анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой пробы рафинированного кремния была определена степень кислотно-ультразвуковой очистки (%) от: *Fe* – 95,6, *Al* – 93,8, *Ca* – 77,1, *P* – 39,5, *Ti* – 75,0, *Mg* – 96,1, *Cu* – 60,9, *Cr* – 18,2, *Mn* – 23,0, *B* – 37,8, *Zr* – 37,2, *Ni* – 32,7, *V* – 22,4, *Co* – 27,5, *Ge* – 6,0. В целом, было установлено, что предлагаемый нами способ более эффективен по сравнению с обычной кислотной обработкой: снижение содержания примесей составило, в среднем, 83,4 % против 31,4 %. Интенсификация процесса растворения примесей, протекающего во внутридиффузионной области, по сравнению с обычным солянокислым выщелачиванием осуществляется за счет кавитационного воздействия, обеспечивающего, по нашему мнению, появление множества микротрещин на поверхностях частиц кремния, подвергаемых действию ультразвука [4].

Для определения оптимальных параметров предлагаемого способа рафинирования кремния нами был использован метод математического планирования 3-х факторного эксперимента. По полученным данным уравнений и химического анализа содержания примесей в растворе можно сделать следующие выводы. Продолжительность процесса оказывает наибольшее влияние на переход в раствор всех рассматриваемых примесей; в большей степени она способствует переходу в раствор железа, меди, кобальта и марганца (рис.2); относительно меньшее влияние продолжительность оказывает на переход в раствор свинца.

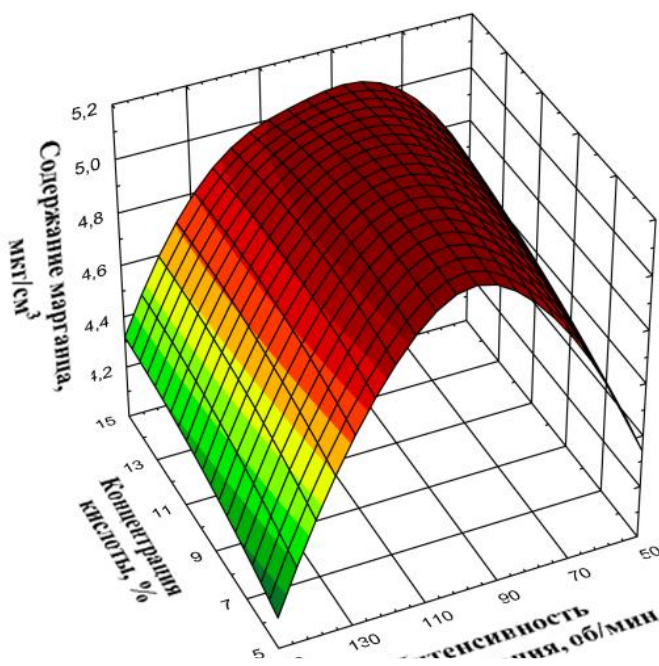


Рис. 2. Зависимость перехода  $Mn$  в раствор от различных факторов при кислотно-ультразвуковом рафинировании кремния

Концентрация реагента также оказывает положительное влияние на переход всех рассматриваемых примесей в раствор, кроме свинца, что и доказывает также отрицательное значение коэффициента регрессии.

При различных условиях процесса влияние интенсивности перемешивания имеет непостоянный характер. Так, для растворения примеси цинка перемешивание не является положительным фактором при выбранной минимальной продолжительности процесса. Для других исследуемых примесей концентрация в растворе максимальная при интенсивности перемешивания 100 об/мин (рис.2).

Таким образом, установлено, что наилучшие результаты по степени очистки показали данные экспериментов при продолжительности выщелачивания 120 мин, концентрации соляной кислоты 10-15 мас.% и

интенсивности перемешивания 100 об/мин. Степень рафинирования кремния при этом в среднем составила 89 %.

#### Литература

1. Гасик М.И., Гасик М.М. Электротермия кремния. Днепропетровск: Национальная металлургическая академия Украины, 2011. 487 с.
2. Немчинова Н.В., Тютрин А.А. Изучение процесса гидрометаллургического рафинирования кремния // Цветные металлы-2011: матер. третьего международного конгресса (7-9 сент. 2011 г., г. Красноярск). Красноярск, 2011. С. 342-344.
3. Немчинова Н.В., Гусева Е.А., Константинова М.В. Металлографическое исследование рафинированного технического кремния // Вест. ИрГТУ. Иркутск, 2010. № 5 (45). С. 207-211.
4. Майер В.В., Вараксина Е.И. Звук и ультразвук в учебных исследованиях: учеб. пособие. 2-е изд. Долгопрудный: Изд. дом «Интеллект», 2012. 336 с.

УДК 669.85/86

#### **Получение титаната бария для электронной промышленности**

Л.А. Черезова, В.В. Тетерин, И.Н. Бездоля

«АВИСМА» филиал ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА»

Пермский край, г. Березники

В настоящее время широко используются диэлектрики и пьезоэлектрики на основе титаната бария ( $\text{BaTiO}_3$ ) при производстве конденсаторов, фильтров и других приборов.

Одним из методов получения титаната бария является термическое разложение комплексных или двойных солей бария и титана с органическими анионами, например титанилоксалата бария (ТОБ).