

ПРИМЕНЕНИЕ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ДЛЯ ВЫРАЩИВАНИЯ КРУПНЫХ ПРОФИЛИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА

В. А. ШАПОВАЛОВ, В. В. ЯКУША, А. Н. ГНИЗДЫЛО, Ю. А. НИКИТЕНКО

ИЭС им. Е. О. Патона НАН Украины. 03680, г. Киев, ул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Рассмотрено использование аддитивных сварочных технологий применительно к выращиванию супербольших монокристаллов тугоплавких металлов. Кратко проанализированы основные методы получения монокристаллов вольфрама и молибдена из жидкой фазы. Показана перспективность плазменно-индукционной технологии для выращивания крупных плоских монокристаллов вольфрама и молибдена. Описана технологическая схема аддитивного выращивания плоских монокристаллов тугоплавких металлов с применением плазменно-индукционного способа. Установлено, что разработанный способ предоставляет возможность гибкого управления тепловым полем выращиваемого монокристалла. Использование локальной расплавленной зоны, формируемой плазменной дугой небольшой мощности, с параметрами, характерными для сварочных процессов, позволяет выращивать крупные монокристаллы вольфрама размером 210×180×20 мм. Кристаллы формируются в условиях нагрева высокочастотным полем индуктора до температур, характерных для диапазона горячей деформации. Приведены результаты исследований структурного совершенства выращиваемых кристаллов, которые подтверждают тот факт, что условия формирования монокристаллов при плазменно-индукционной зонной плавке обеспечивают качество монокристаллической структуры более высокое, чем способы, в которых не используется дополнительный подогрев (электронно-лучевой и плазменно-дуговой). Выявлено, что для плазменно-индукционного процесса характерно образование регулярных дислокационных структур, для которых свойственно объединение дислокаций в малоугловые границы. Библиогр. 9, рис. 7.

Ключевые слова: аддитивные сварочные технологии, плазменно-индукционная зонная плавка, монокристаллы вольфрама и молибдена, дислокационная субструктура

Выращивание монокристаллов вольфрама и молибдена имеет свои особенности, связанные с физическими свойствами этих металлов, а точнее высокой температурой плавления. Именно высокая температура плавления определила два способа плавки, основанных на использовании высококонцентрированных источников нагрева: электронно-лучевого и плазменно-дугового. Наибольшее применение в промышленном производстве монокристаллов получил электронно-лучевой нагрев [1].

Традиционная схема выращивания монокристаллов вольфрама — это бестигельная зонная плавка или способ выращивания с плавающей зоной (рис. 1). Кристаллы, выращенные с применением указанного способа, имеют совершенную структуру и гладкую поверхность, неровности и шероховатость которой зависят от стабильности технологических режимов — стабильности поддержания мощности, генерируемой кольцевой электронно-лучевой пушкой, и стабильности скорости перемещения зоны. Однако при всей относительной простоте способа выращивания был выявлен серьезный недостаток — ограничение диаметра кристалла. С увеличением диаметра возрастала мощность электронно-лучевой пушки, увеличивались объем расплавленной зоны, температура перегрева и вероятность проливов. Процесс становился неустой-

чивым. Получаемые таким способом кристаллы имели максимальный диаметр 25 мм для вольфрама и 30 мм для молибдена [2].

Поиски путей преодоления возникших трудностей частично были решены с использованием периферийной зонной плавки. Но этот прием не позволил существенно увеличить диаметр выращиваемых монокристаллов. Кроме того, с увеличением диаметра возросли напряжения в кристалле, что приводило к ухудшению монокристаллической структуры [3, 4].

Применение низкотемпературной плазмы и использование трансформированного способа Вернейля (рис. 2) открывало надежды на развитие технологии в плане увеличения диаметра кристаллов, возможности выращивания профилированных монокристаллов.

Кристаллы, выращенные с применением плазменно-дугового нагрева, имели более шероховатую поверхность, наблюдалось некоторое отклонение от геометрии (рис. 3), а количество структурных нарушений

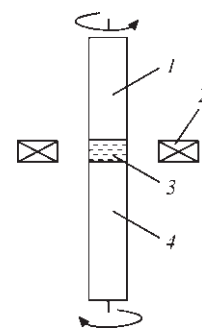


Рис. 1. Схема вертикальной бестигельной зонной плавки: 1 — поликристаллический пруток; 2 — нагреватель; 3 — «плавающая» зона; 4 — монокристалл

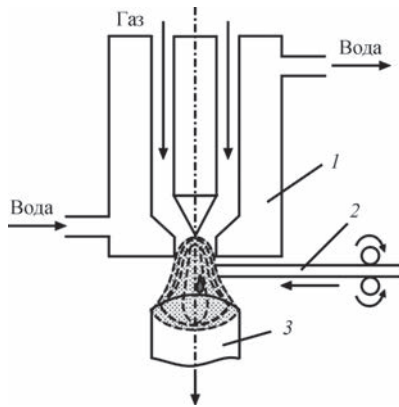


Рис. 2. Схема метода выращивания монокристаллов тугоплавких металлов с применением плазменно-дугового нагрева: 1 — плазматрон; 2 — прутки; 3 — кристалл

на порядок превышало аналогичный показатель для кристаллов, выращенных с применением электронно-лучевого нагрева [5].

Дальнейшее развитие технологии выращивания монокристаллов вольфрама и молибдена получило в связи с разработкой в Институте электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины нового способа выращивания крупных монокристаллов плазменно-индукционной зонной плавки. Основные отличия способа — подогрев растущего монокристалла энергией высокочастотного поля, удержание от проливов металлической ванны с помощью электромагнитных сил, возникающих при взаимодействии токов индуктора и тока, наводимого в кристалле, и самое главное, послойное (аддитивное) наращивание монокристалла вследствие перемещения локальной металлической ванны, подпитываемой путем переплава расходоуемого поликристаллического прутка (рис. 4).

Именно использование локальной металлической ванны, формируемой плазменной дугой небольшой мощности, с параметрами, характерными для сварочных процессов, позволило развить указанный способ для выращивания супербольших профилированных монокристаллов вольфрама и молибдена 210×180×20 мм (рис. 5) [6].

Суть способа заключается в том, что плазматрон, совершая возвратно-поступательное движение, перемещает металлическую ванну, которая, получая подпитку от переплавляемых прутков, формирует кристалл слой за слоем, напоминая по своей сути дуговую наплавку. После каждого прохода плазматрона монокристалл опускается вниз



Рис. 3. Внешний вид монокристалла вольфрама, выращенного с применением плазменно-дугового нагрева

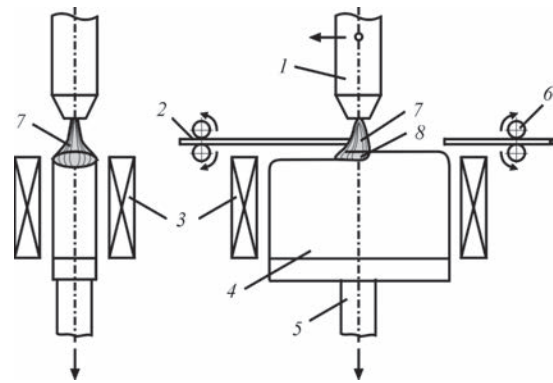


Рис. 4. Схема установки для аддитивного выращивания монокристаллов тугоплавких металлов с применением плазменно-индукционного способа: 1 — плазматрон; 2 — расходоуемый прутки; 3 — индуктор; 4 — монокристалл; 5 — поддон; 6 — механизм подачи прутков; 7 — плазменная дуга

на высоту наплавленного слоя, обеспечивая, таким образом, стабильные условия, в которых происходит процесс наращивания. Кристалл формируется в условиях нагрева высокочастотным полем индуктора до температур, характерных для диапазона горячей деформации. Как известно, при этих температурах перемещение дислокаций происходит под действием одновременно внешних напряжений и температурного воздействия. Дислокации оказываются не привязаны жестко к «своей» плоскости скольжения и могут переходить из одной плоскости в другую, выбирая себе самый легкий путь. Это рассматривается как дополнительная степень свободы у дислокаций. При таком неупорядоченном движении дислокаций увеличивается вероятность их встреч и поэтому растет, с одной стороны, количество случаев их аннигиляции (уменьшается плотность дислокаций), а с другой — склонность к образованию регулярных дислокационных структур, для которых характерно объединение дислокаций в малоугловые границы (рис. 6). Условия, в которых происходит формирование монокристалла, обеспечивают качество монокристаллической структуры более высокое, чем способы, в которых не используется дополнительный подогрев (электронно-лучевой и плазменно-дуговой) [7].

Кристаллы, выращенные с применением указанного способа, имеют менее гладкую боковую



Рис. 5. Монокристаллы вольфрама, полученные плазменно-индукционным способом

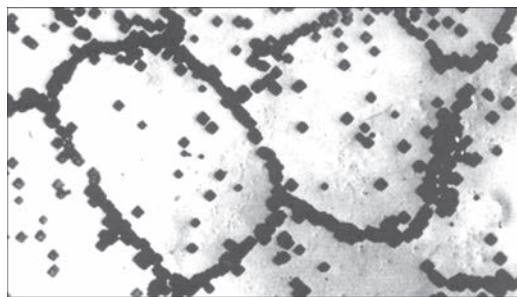


Рис. 6. Микроструктура ($\times 400$) вольфрама (плоскость (001)) поверхность, но это не препятствует их использованию без дополнительной обработки как заготовок для широкоформатного проката.

Интересными являются результаты исследования структуры кристаллов с помощью оптических и рентгеновских методов. На рис. 7 показаны результаты рентгеновского исследования монокристаллов.

Как показали сравнительные исследования, структура таких кристаллов более совершенна, чем плазменно-дуговых, практически отсутствует грубая макромозаичность. Дальнейшее накопление экспериментальных фактов позволит оптимизировать управление формированием структуры при выращивании кристаллов.

Развитие аддитивных сварочных технологий применительно к выращиванию супербольших монокристаллов тугоплавких металлов позволяет производить новый материал и расширить его применение в следующих областях [8, 9]:

- рентгенотехника (экраны, антикагоды);
- электроника (мишени для распыления, тигли для выращивания монокристаллов оксидов и нитридов);
- электротехническая промышленность (контакты и провод);
- лазерная техника (зеркала для оптических и рентгеновских лазеров);
- ядерная энергетика (термоэмиссионные преобразователи космических электростанций, диверторы ИТЕР, элементы активной части);
- аэрокосмическая техника (сопла).

Выводы

1. Анализ реально существующих способов получения монокристаллов позволяет заключить, что плазменно-индукционный метод лишен недостатков, присущих ранее разработанным методам, и предоставляет наиболее широкие возможности для процесса выращивания супербольших профилированных монокристаллов вольфрама.

2. Условия формирования монокристаллов при плазменно-индукционной зонной плавке обеспечивают качество монокристаллической структуры более высокое, чем способы, в которых не исполь-

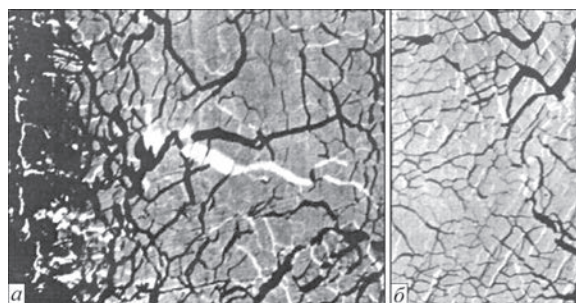


Рис. 7. Рентгеновские топограммы углового сканирования рефлекса; продольное (а) и поперечное сечение (б) кристалла зуются дополнительный подогрев. Для плазменно-индукционного процесса характерно образование регулярных дислокационных структур, для которых свойственно преимущественное объединение дислокаций в малоугловые границы.

3. Наиболее перспективные направления в применении крупных ориентированных монокристаллов следующие: тепловые и рентгеновские экраны, диверторы ИТЕР, оболочки эмиттеров термоэмиссионных преобразователей ядерных энергетических установок, зеркала мощных лазеров и др.

1. Манохин А. И. Современное состояние проблемы металлических монокристаллов / А. И. Манохин, Г. С. Бурханов // Высококачественные и монокристаллические металлические материалы. – М.: Наука, 1987. – С. 5–13.
2. Кервалишвили И. Д. Тепловые условия – фактор, определяющий получение совершенных кристаллов / И. Д. Кервалишвили, Ю. Ф. Щелкин // Физика и химия обработки материалов. – 1982. – № 5. – С. 70–78.
3. Предтеченский Б. С. Дислокации в монокристаллах молибдена, полученных зонным плавлением / Б. С. Предтеченский, Л. С. Старостина // Рост и дефекты металлических кристаллов; под ред. Д. Е. Овсиенко. – К: Наукова думка, 1972. – С. 213–217.
4. Глебовский В. Г. Влияние условий кристаллизации на структурное совершенство монокристаллов вольфрама / В. Г. Глебовский, В. Н. Семенов, В. В. Ломейко // Высококачественные и монокристаллические металлические материалы. – М.: Наука, 1987. – С. 38–42.
5. Савицкий Е. М. Применение плазменного нагрева для выращивания монокристаллов тугоплавких металлов / Е. М. Савицкий, Г. С. Бурханов, Н. Н. Раскатов // Металлические монокристаллы. – М.: Наука, 1978. – С. 5–10.
6. Shapovalov V. Large refractory metals single crystals grown by plasma-induction zone melting / V. Shapovalov, V. Yakusha, A. Manulyk // XXIV International Materials Research Congress 2015. 16–20 August, 2015., Advanced Structural Materials, Cancun, Mexico. (S6B-O007).
7. Шаповалов В. А. Изучение температурного поля профилированных монокристаллов вольфрама, получаемых плазменно-индукционным способом / В. А. Шаповалов, В. В. Якуша, Ю. А. Никитенко // Современная электрометаллургия. – 2014. – № 3. – С. 31–35.
8. Смирнов В. П. Термоядерная энергетика – крупнейший международный инновационный проект / В. П. Смирнов // Российский химический журнал. – 2008. – № 6. – С. 79–94.
9. Филатов О. Г. Экспериментальный комплекс НИИЭФА для имитации эксплуатационных факторов «первой стенки» реактора ИТЭР / О. Г. Филатов, И. В. Мазуль // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. – 2003. – № 3. – С. 3–31.

Поступила в редакцию 21.04.2016