

# СТРУКТУРА КРУПНЫХ ПРОФИЛИРОВАННЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА, ПОЛУЧЕННЫХ АДДИТИВНЫМ ПЛАЗМЕННО-ИНДУКЦИОННЫМ НАПЛАВЛЕНИЕМ

**Б. Е. Патон, Г. М. Григоренко, Л. И. Маркашова, В. А. Шаповалов,  
Е. Н. Бердникова, Е. В. Половецкий, В. В. Якуша, А. Н. Гниздыло**

Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины.  
03150, г. Киев, ул. Казимира Малевича, 11. E-mail: [office@paton.kiev.ua](mailto:office@paton.kiev.ua)

Изучена структура крупного профилированного монокристаллического вольфрамового слитка, полученного способом аддитивного плазменно-индукционного послойного выращивания на монокристаллическую затравку при различных скоростях процесса (17...70 мм/мин). Исследования (микротвердости, размеров субзеренной структуры, углов разориентировки субзерен, характера распределения дислокаций и др.) проводили на всех структурных уровнях с применением комплекса экспериментальных методов современного физического материаловедения, включая световую, растровую и просвечивающую микродифракционную электронную микроскопию. Показано, что слиток представляет собой монокристаллическое тело с кристаллографической ориентацией, заданной затравочным кристаллом. Увеличение скорости выращивания до 70 мм/мин приводит к незначительному уменьшению микротвердости, измельчению субструктуры при равномерном распределении плотности дислокаций, что позволяет получать монокристаллы вольфрама с совершенной монокристаллической структурой (с малоугловыми границами) при углах разориентировки не превышающих 3°. Библиогр. 12, табл. 3, ил. 7.

*Ключевые слова:* вольфрам; плазменно-индукционное выращивание; монокристаллический слиток; структура; разориентировка субзерен; плотность дислокаций

В современной промышленности (космической, ядерной энергетике, авиастроении, рентгентехнике и др.), используют изделия из монокристаллического вольфрама. Это зеркала промышленных лазеров, аноды для мощных рентгеновских трубок, специальные изделия, отличающиеся высокой устойчивостью в парах цезия и т. д. Актуальной задачей является повышение долговечности таких изделий, эксплуатационные характеристики которых определяются качеством и комплексом свойств выращиваемых монокристаллов вольфрама.

Одним из наиболее перспективных способов получения крупных профилированных монокристаллов вольфрама является аддитивное плазменно-индукционное наплавление [1–3]. Для реализации этого способа в Институте электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины разработаны технология и оборудование для наплавления монокристаллов тугоплавких металлов, которые позволяют получать крупные высококачественные профилированные монокристаллические слитки [4]. К особенностям данной технологии следует отнести наличие двух независимых источников тепловой энергии, что позволяет управлять температурным полем монокристалла в процессе его наплавления. Однако в дан-

ный момент нет информации о влиянии скорости плазменно-индукционного выращивания на структуру полученных таким способом монокристаллов и, соответственно, на эксплуатационные свойства получаемых слитков.

Целью данной работы является оценка влияния скорости плазменно-индукционного выращивания на структурное совершенство монокристаллических слитков вольфрама и роли структурных факторов на эксплуатационные свойства исследуемых монокристаллов.


**Материалы и методика исследований.** В качестве объекта исследований выбран плоский слиток вольфрама, полученный плазменно-индукционным способом. Выращивание осуществляли на монокристаллическом затравочном кристалле, ориентированном в плоскости (110) с использованием капельного режима плавления расходуемых прутков диаметром 8 мм. Мощность плазменной дуги составляла 19...20 кВт, дополнительного высокочастотного нагрева — 90...95 кВт. Образец получен в соответствии с режимами наплавления, приведенными в табл. 1 (рис. 1, а, б). При каждом режиме наращивали по пять слоев (рис. 1, в), кро-

ме режима *F* (максимальная скорость выращивания — 70 мм/мин), который содержал три слоя (рис. 1, *в*).

Исследования структуры (микротвердости, размеров субзеренной структуры, углов разориентировки субзерен, характера распределения дислокаций и др.) проводили на всех структурных уровнях с применением комплекса экспериментальных методов современного физического металловедения, включая: оптическую металлографию (Neophot-32 и Versamet-2, Япония; Leco-M400, США), аналитическую растровую электронную микроскопию (РЭМ) (Philips SEM-515, Нидерланды), а также просвечивающую микродифракционную электронную микроскопию (JEM-200СХ фирмы JEOL с ускоряющим напряжением 200 кВ, Япония).

Предварительная подготовка образцов (получение фольг) для исследований методом просвечивающей электронной микроскопии проводили в несколько этапов. Электроэрозионной резкой выполняли порезку образца на пластины толщиной 0,4...0,5 мм, из которых были получены шайбы диаметром 3 мм. После механического утонения шайб до толщины 100...120 мкм на шлифовальных бумагах проводили электролитическое утонение шайб (электрополировку) на приборе для получения тонких металлических фольг (ПТФ), затем — окончательное утонение ионизированны-

**Т а б л и ц а 1. Режимы наплавления монокристалла**

Направление выращивания	Режим	Скорость выращивания, мм/мин	Количество слоев, шт.
 Верх  Низ	F	70 (max)	3
	E	57	5
	D	46	5
	C	36	5
	B	26	5
	A	17(min)	5

ми потоками аргона в установке ВУП-5 (вакуумный универсальный пост).

Таким образом, тонкие фольги для просвечивающей микроскопии готовили двухступенчатым способом — предварительной электрополировкой с последующим многократным ионным утонением ионизированными потоками аргона [5]. Последнее позволило значительно расширить поле для исследований, т. е. увеличить статистику получаемых результатов.

В процессе проведенной работы получены экспериментальные данные о полном комплексе структурных параметров монокристаллических вольфрамовых слитков.

**Результаты исследований.** Металлографическими исследованиями структуры поперечного сече-

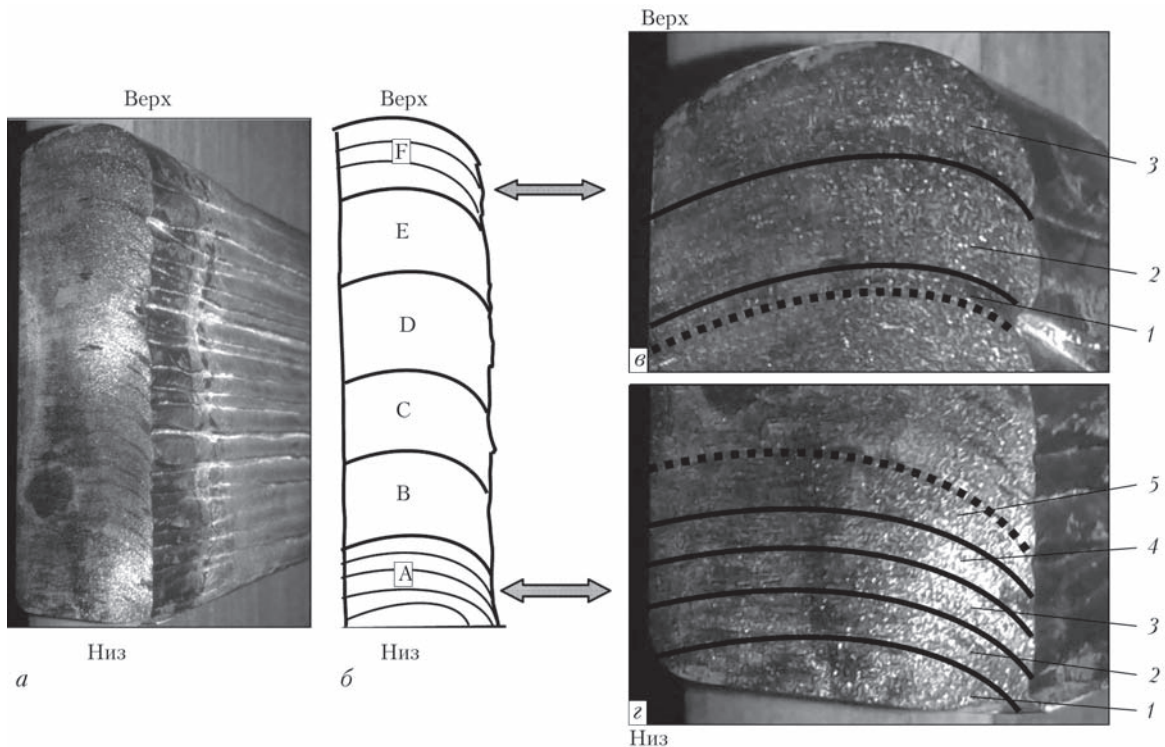


Рис. 1. Общий вид монокристаллического вольфрамового слитка (*а*), его схематическое изображение в поперечном сечении с указанием режимов (А–F) выращивания (*б*) и макроструктура слитка при различных скоростях, мм/мин: *в* — 17; *з* — 70; 1–5 — слой

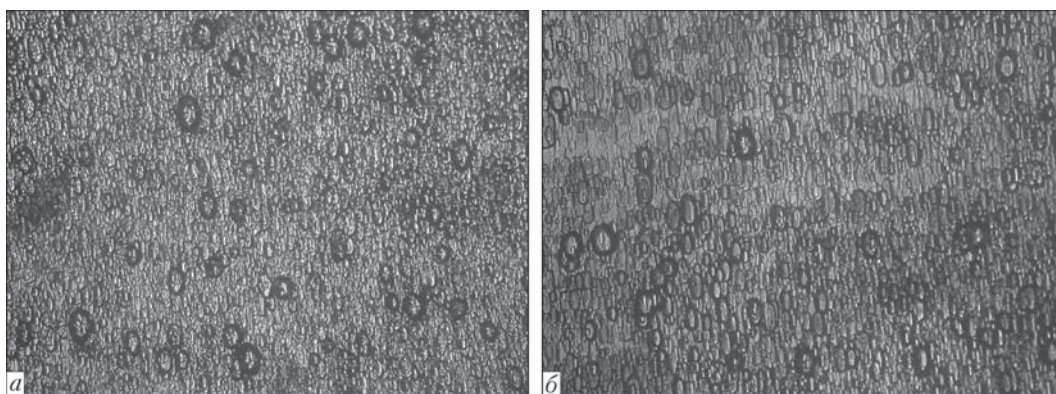


Рис. 2. Микроструктура ( $\times 100$ ) поперечного сечения монокристаллического слитка вольфрама, полученного при различных скоростях плазменно-индукционного выращивания, мм/мин: а — 17; б — 70

ния монокристалла вольфрама, ориентированного по плоскости (110) установлено, что толщина выращиваемых слоев (на грань 20 мм) составляет 2...3 мм. Структура слоев однородная, дефектов и пор не наблюдается. Ямки травления, образующиеся на поверхности, имеют одинаковую огранку по всей высоте монокристаллического слитка, что свидетельствует об идентичности кристаллографической ориентации (рис. 2). При переходе от минимальной скорости выращивания ( $V_{\min} = 17$  мм/мин) к средней ( $V_{\text{cp}} = 46$  мм/мин) и максимальной ( $V_{\max} = 70$  мм/мин) незначительно уменьшается (в среднем на 4...6 %) микротвердость ( $HV_{0,5}$ ) металла от 4290...4400 до 4110...4220 и 4010...4200 МПа соответственно.

В результате ионного травления монокристалла вольфрама (поперечное сечение) достаточно хорошо проявляется субструктура в исследуемых слоях (рис. 3). При переходе от минимальной скорости выращивания к максимальной субструктура незначительно измельчается (в среднем в 1,3 раза), размер субзерен составляет, мкм:  $d_c = 20...32$  ( $V_{\min}$ , рис. 3, а, б);  $d_c = 18...25$  ( $V_{\text{cp}}$ , рис. 3, в, г);  $d_c = 15...25$  ( $V_{\max}$ , рис. 3, д, е).

С целью более глубокого и детального анализа особенностей структуры (характера распределения дефектов кристаллической решетки, формирования дислокационных неоднородностей, углов разориентации формирующейся субструктуры) для оценки степени совершенства монокристаллического слитка, полученного при изменении скорости выращивания от 17 до 70 мм/мин, проведены исследования на просвет тонкой структуры поперечного сечения монокристалла вольфрама.

Измерение скалярной плотности дислокаций проводили при помощи способа секущих [6], который используется при достаточно равномерном распределении дислокаций. Секущие линии образовывали прямоугольную сетку. Плотность дисло-

каций на микрофотографиях определяли с использованием следующей зависимости [7]:

$$\rho = \frac{M}{t} \left( \frac{n_1}{L_1} + \frac{n_2}{L_2} \right), \quad (1)$$

где  $M$  — увеличение на микрофотографии;  $t$  — толщина фольги;  $n_1, n_2$  — число пересечений с горизонтальными и вертикальными линиями, соответственно;  $L_1, L_2$  — суммарная длина горизонтальных и вертикальных линий.

Измерения для расчета плотности дислокаций ( $\rho$ ) проводили с увеличением не ниже  $\times 25000$ . Такое увеличение достаточное, чтобы наблюдать отдельные дислокации.

Исследованиями тонкой структуры на просвет показано, что при  $V_{\min}$  распределение дислокаций в объеме монокристалла в основном равномерное (рис. 4, а). Плотность дислокаций ( $\rho$ ) составляет  $(4...6) \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$ . Однако зафиксированы зоны с минимальным распределением дислокационной плотности при  $(2...4) \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$  и максимальным до  $(2...3) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  (табл. 2). Характер дислокационной структуры также различен. На фоне полос скольжения (ПС) дислокаций и дислокационных петель, характерных для внутреннего объема металла прослеживаются нерегулярные дислокационные скопления (рис. 4, б). Субграницы имеют также неоднородности в виде дислокационных сплетений при увеличении плотности дислокаций от  $\rho = (2...4) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  до  $\rho = 10^9 \text{ см}^{-2}$  (табл. 2, рис. 4, в, г). При этом наблюдаются градиенты по плотности дислокаций ( $\Delta\rho$ ) между внутренними объемами субзерен ( $\rho = (2...4) \cdot 10^6 \text{ см}^{-2}$ ) и их границами ( $\rho = 10^9 \text{ см}^{-2}$ ).

При переходе к  $V_{\text{cp}}$  (рис. 5, а, б) и  $V_{\max}$  (рис. 6, а, б) скоростям выращивания плотность дислокаций при ее равномерном распределении по всему объему металла (без резких градиентов) составляет  $(1...2) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  и  $(2...3) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  соответственно. Характер дислокационной структуры одно-

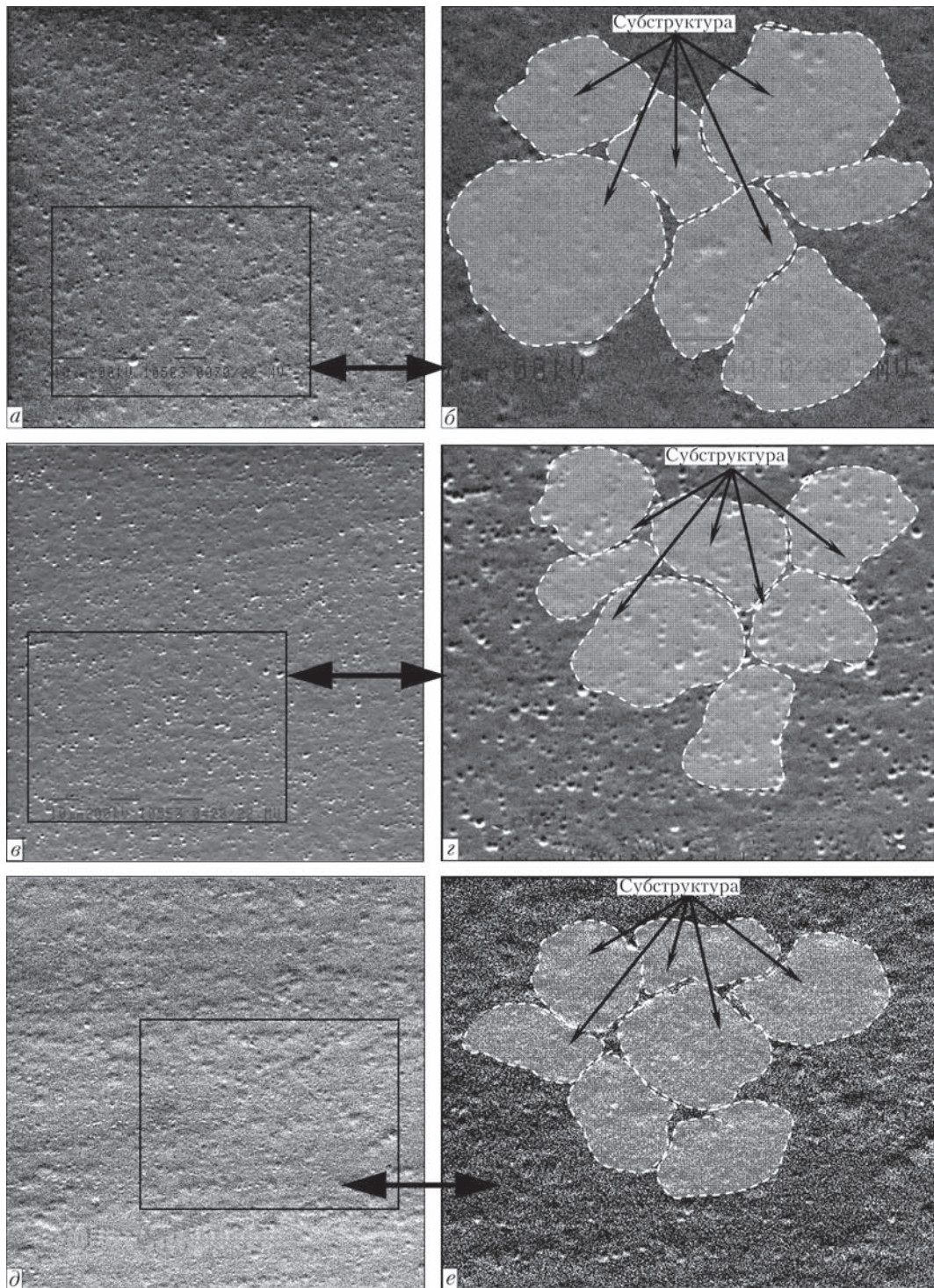


Рис. 3. Микроструктура (РЭМ) поперечного сечения монокристаллического слитка вольфрама, полученного при различных скоростях плазменно-индукционного выращивания, мм/мин: *а, б* — 17; *в, з* — 46; *д, е* — 70. Пунктирными линиями (*б, з, е*) схематически обозначены границы субзерен (*а, в, д* —  $\times 1050$ ; *б, з, е* —  $\times 2$  раза)

родный: дислокационные петли имеют четкий рельеф, хорошо просматриваются дислокации разного знака, движущиеся в противоположных направлениях, что свидетельствует об их аннигиляции. Субструктура имеет четкие субграницы с однородной дислокационной структурой, без градиентов по плотности дислокаций, а также их отсутствие между внутренним объемом зерен и межзеренными границами (табл. 2, рис. 5, в,

рис. 6, в, з). Линии скольжения дислокаций, движущихся в другой плоскости, пересекают субграницы, что, соответственно, не приводит к их скоплениям (рис. 5, в). Формирование структур подобного типа способствует увеличению возможностей пластической релаксации внутренних напряжений в металле исследуемого образца.

Для оценки структурного совершенства монокристаллического слитка, полученного на различ-

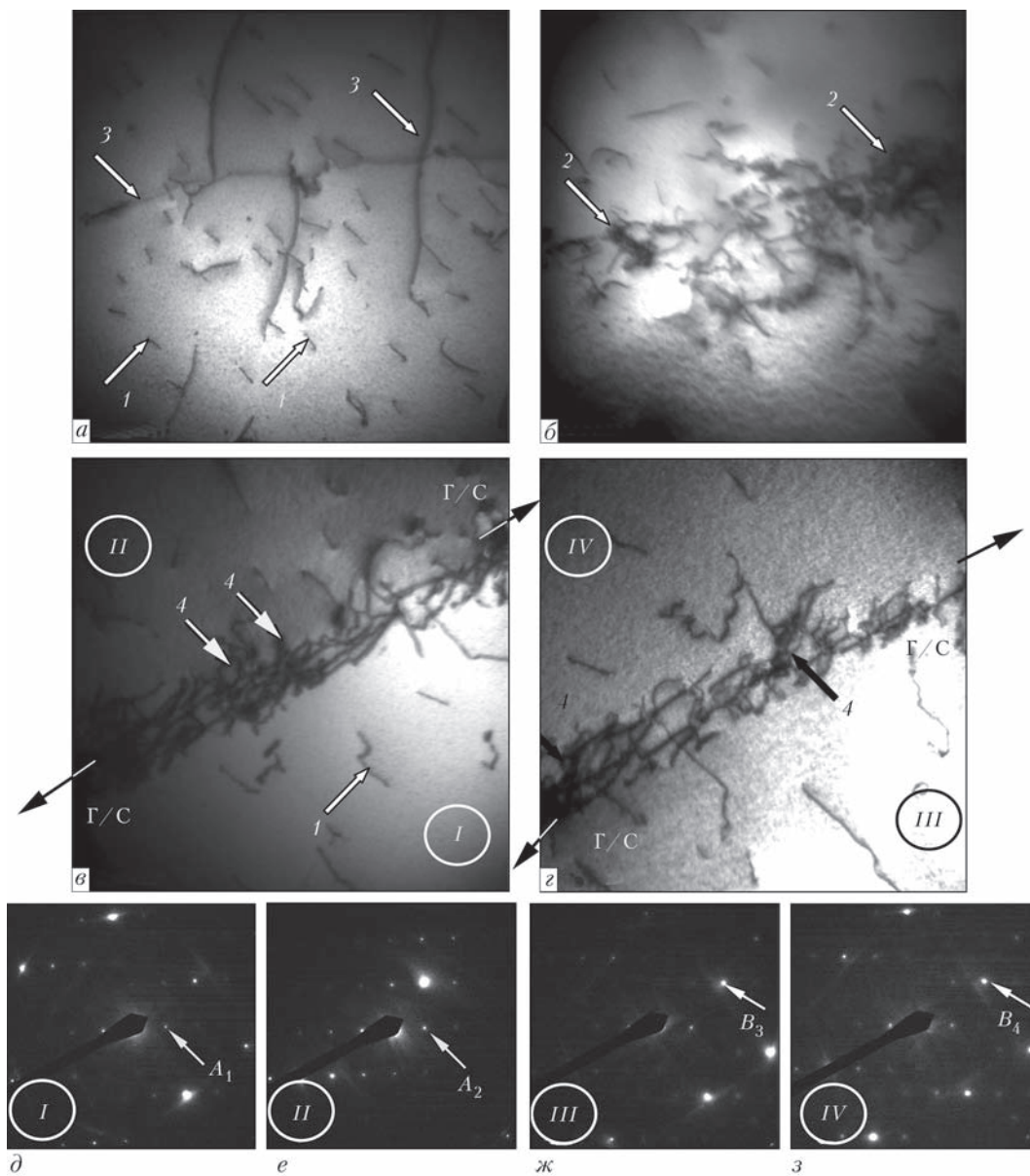


Рис. 4. Тонкая структура монокристаллического слитка вольфрама (ГЭМ), полученного при минимальной скорости плазменно-индукционного выращивания (17 мм/мин): *a, б* — дислокационная структура в объеме металла ( $\times 25000$ ); *в, з* — границы субзерен (Г/С,  $\times 25000$ ); *д-з* — микроэлектронogramмы с соседних субзерен *I, II, III, IV* соответственно. Стрелками обозначены детали тонкой структуры: *1* — дислокационные петли; *2* — нерегулярные скопления дислокаций; *3* — линии скольжения дислокаций; *4* — дислокационные сплетения; *A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> и B<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>* — рефлексы одной системы на соответствующих электронogramмах

ных режимах выращивания использован наиболее значимый критерий оценки, т. е. выполнен расчет углов разориентировки субзерен ( $\theta$ ) (табл. 2).

Наиболее точным методом определения углов разориентировки субзерен (особенно для малоугловых границ) является способ просвечивающей дифракционной микроскопии с последу-

Т а б л и ц а 2. Параметры тонкой структуры монокристалла вольфрама при различных режимах выращивания				
Скорость выращивания, мм/мин	Структурная зона	$\rho_{\min}, \text{см}^{-2}$	$\rho_{\max}, \text{см}^{-2}$	$\theta$ , град.
17	Объем металла	$(2...4) \cdot 10^6$	$(2...3) \cdot 10^8$	—
	Границы субзерен	$(2...4) \cdot 10^8$	$10^9$	0,294...0,920
46	Объем металла	$(1...2) \cdot 10^8$	$(1...2) \cdot 10^8$	—
	Границы субзерен	$(3...5) \cdot 10^8$	$(5...7) \cdot 10^8$	0,211...0,855
70	Объем металла	$(2...3) \cdot 10^8$	$(2...3) \cdot 10^8$	—
	Границы субзерен	$(4...6) \cdot 10^8$	$(6...8) \cdot 10^8$	0,495...1,923

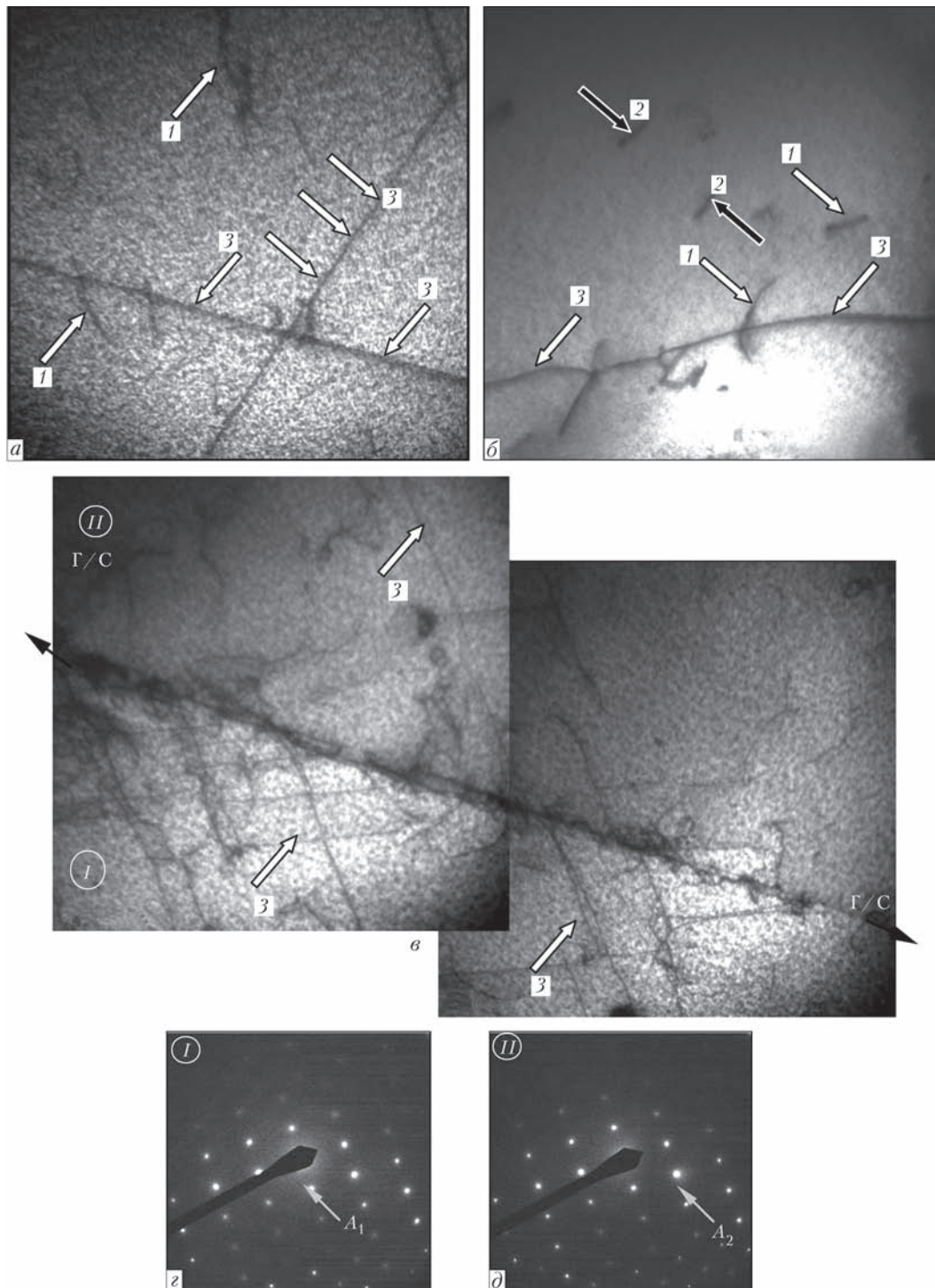


Рис. 5. Тонкая структура монокристаллического слитка вольфрама при средней скорости плазменно-индукционного выращивания: (46 мм/мин): *a, б* — дислокационная структура в объеме металла ( $\times 25000$ ); *в, д* — микроэлектронограммы с соседних субзерен *I* и *II* соответственно. Стрелками обозначены детали тонкой структуры: *1* — дислокационные петли; *2* — дислокации противоположных знаков; *3* — линии скольжения дислокаций;  $A_1, A_2$  — рефлексы одной системы на соответствующих электронограммах

ющим расчетом полученных дифракционных картин (микроэлектронограмм) от соседних субзерен (рис. 4, *в-з*; рис. 5, *в-д*; рис. 6, *в-з*). По методике [7] полная разориентировка субзерен включает азимутальную ( $\Delta\vec{\alpha}$ ) и горизонтальную ( $\vec{\omega}_r$ ) составляющие:

$$|\vec{\omega}| \approx \sqrt{|\Delta\vec{\alpha}|^2 + |\vec{\omega}_r|^2}. \quad (2)$$

Азимутальная составляющая разориентировки ( $\Delta\vec{\alpha}$ ) измеряется на микроэлектронограммах, если субзерна дают отдельные рефлексы, расстояние между которыми  $\Delta\alpha$ , т. е. смещение одного и того же рефлекса от субзерна *I* относительно рефлекса от субзерна *II* (рис. 4, *д, е*) и уравнение имеет следующий вид:

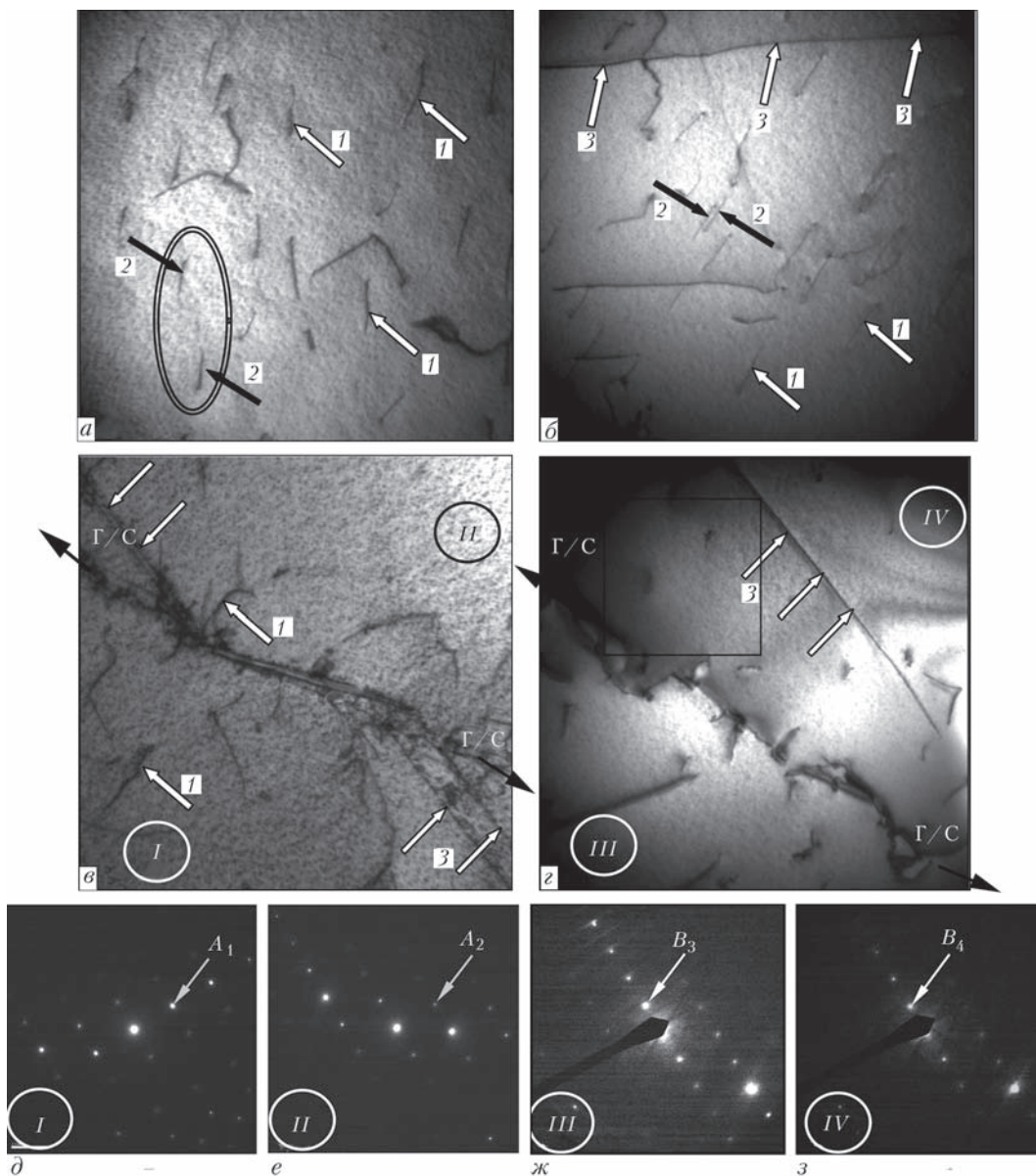


Рис. 6. Тонкая структура монокристаллического слитка вольфрама, полученного при максимальной скорости плазменно-индукционного выращивания (70 мм/мин): а, б — дислокационная структура в объеме металла ( $\times 25000$ ); в, г — границы субзерен (Г/С,  $\times 25000$ ); д-з — микроэлектронграммы с соседних субзерен I, II, III, IV соответственно. Стрелками обозначены детали тонкой структуры: 1 — дислокационные петли; 2 — дислокации противоположных знаков; 3 — линии скольжения дислокаций;  $A_1, A_2$  и  $B_3, B_4$  — рефлексы одной системы на соответствующих электронограммах

$$\Delta\alpha = \frac{\Delta a}{|r_{hkl}|} \text{ рад}, \quad (3)$$

где  $\overline{r_{hkl}}$  — радиус-вектор рефлекса, т. е. расстояние от центрального пучка до рефлекса.

Таким образом, с максимальной доступной точностью измеряют расстояния между двумя пятнами (следами первичного пучка) и между двумя положениями рефлексов  $h'k'l'$  (обозначен  $A_1$  на рис. 4, д) и  $h''k''l''$  ( $A_2$  на рис. 4, е). Разность этих расстояний  $\Delta a$  позволяет вычислить  $\Delta\alpha$ .

Горизонтальную ( $\overline{\omega}_\Gamma$ ) составляющую разориентировки находили по относительному смещению ( $\Delta\delta$ ) узора кикучи-линий, построенных на микроэлектронграммах от соседних субзерен по методике [8].

Скорость выращивания, мм/мин	Структурная зона	$\tau_{л/ви, \min}$ , МПа	$\tau_{л/ви, \max}$ , МПа	$\Delta\tau_{л/ви}$ , МПа
17	Объем металла	0,1...0,2	8...13	40...42
	Границы субзерен	8...17	42	
70	Объем металла	8...13	8...13	17...20
	Границы субзерен	17...25	25...33	

С целью повышения точности обрабатываемых графическим способом дифракционных картин процесс расчета углов разориентировки субзерен был автоматизирован. Специально в математическом пакете «Mathcad» создана программа, которая позволила обрабатывать дифракционные картины с максимально возможной точностью.

Расчет углов разориентировки ( $\theta$ ) по дифракционным картинам с элементов субструктуры показал, что как для  $V_{\min}$  (рис. 4, в-з), так и для  $V_{\text{ср}}$  (рис. 5, в-з)  $\theta < 1^\circ$  (табл. 3). В случае  $V_{\max}$  угол разориентировки субзерен увеличивается до  $1,923^\circ$ , однако эта величина не превышает допустимую, т. е.  $\theta < 3^\circ$  [9].

Таким образом, показано, что режимы со средними ( $V_{\text{ср}}$ ) и максимальными ( $V_{\max}$ ) скоростями выращивания приводят к незначительному уменьшению микротвердости, измельчению в 1,3 раза субструктуры при равномерном распределении плотности дислокаций  $(1..2) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  и  $(2..3) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  соответственно и получению мо-

нокристаллов вольфрама с совершенной монокристаллической структурой (с малоугловыми границами) при углах разориентировки не превышающих  $3^\circ$ . При этом переход от минимальных скоростей  $V_{\min}$  к средним  $V_{\text{ср}}$  и максимальным скоростям  $V_{\max}$  выращивания позволяет значительно сократить время получения слитка.

**Аналитическая оценка трещиностойкости монокристаллического слитка вольфрама.** Для оценки трещиностойкости монокристаллического слитка вольфрама проведены аналитические оценки уровня локальных внутренних напряжений ( $\tau_{\text{л/вн}}$ ) с учетом распределения плотности дислокаций ( $\rho$ ) (табл. 3).

Из анализа различных подходов к механизмам зарождения трещин и разрушения материалов была выбрана оценка на базе дислокационной теории кристаллических твердых тел с учетом характера дислокационной структуры и ее распределения (дислокационные скопления

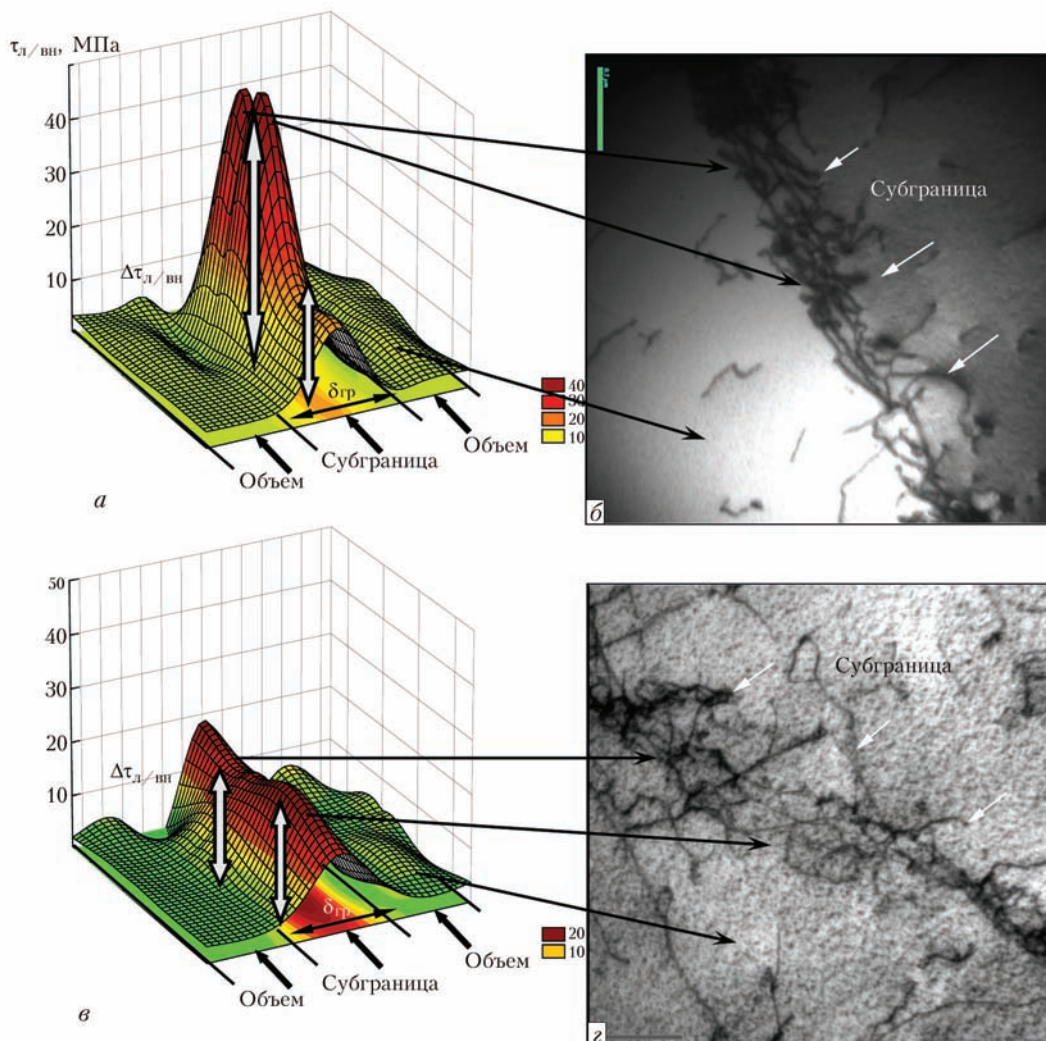


Рис. 7. Распределение (а, в) локальных внутренних напряжений ( $\tau_{\text{л/вн}}$ ) и их градиентов ( $\Delta\tau_{\text{л/вн}}$ ) в субструктуре (б, г,  $\times 25000$ ) монокристаллического слитка вольфрама, полученного при различных скоростях плазменно-индукционного выращивания, мм/мин: а, б — 17; в, г — 70



либо равномерное распределение дислокаций) [10–12]. При этом поле внутренних напряжений, создаваемое дислокационной структурой (плотностью дислокаций) определяется зависимостью [11]  $\tau_{л/вн} = Gbh\rho/[\pi(1-\nu)]$ , где  $G$  — модуль сдвига;  $b$  — вектор Бюргерса;  $h$  — толщина фольги;  $\nu$  — коэффициент Пуассона;  $\rho$  — плотность дислокаций.

В результате выполненных оценок установлено, что зоны с наибольшими значениями локальных внутренних напряжений  $\tau_{л/вн}$  (до 42 МПа) формируются в условиях минимальных ( $V_{\min}$ ) скоростей выращивания вдоль субзеренных границ в местах дислокационных скоплений ( $\rho = 10^9 \text{ см}^{-2}$ ) (рис. 7, а, б). Снижение значений  $\tau_{л/вн}$  вдоль субзеренных границ характерно для максимальной ( $V_{\max}$ ) скорости выращивания ( $\tau_{л/вн} = 17...33 \text{ МПа}$ , рис. 7, в), чему способствует равномерное распределение плотности дислокаций (рис. 7, з).

## Выводы

1. Изучена структура крупного профилированного вольфрамового слитка, полученного способом аддитивного плазменно-индукционного послойного выращивания на монокристаллическую затравку при различных скоростях процесса, и показано, что слиток представляет собой монокристаллическое тело с кристаллографической ориентацией, заданной затравочным кристаллом.

2. Установлено, что при переходе от минимальных скоростей ( $V_{\min} = 17 \text{ мм/мин}$ ) к средним ( $V_{\text{ср}} = 46 \text{ мм/мин}$ ) и максимальным скоростям ( $V_{\max} = 70 \text{ мм/мин}$ ) выращивания, структура по всей высоте слитка однородная с сохранением кристаллографической ориентации.

3. Показано, что увеличение скорости выращивания до 70 мм/мин приводит к незначительному уменьшению микротвердости, измельчению субструктуры при равномерном (безградиентном) распределении плотности дислокаций ( $\rho = (2...3) \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ ), что позволяет получать монокристаллы вольфрама с совершенной монокристаллической структурой (с малоугловыми границами) при углах разориентировки не превышающих  $3^\circ$ .

4. Установлено равномерное распределение дислокаций в различных сечениях профилированного вольфрамового слитка и отсутствие протяженных дислокационных скоплений — потенциальных концентраторов внутренних напряжений (зон зарождения и распространения трещин), что способствует увеличению трещиностойкости материала в эксплуатационных условиях.

## Список литературы

1. Шаповалов В. А., Коваленко А. А., Латаш Ю. В. и др. (1993) Исследование процесса выращивания плоских монокристаллов вольфрама и молибдена. *Проблемы специальной электротехнологии*, **1**, 79–82.
2. Шаповалов В. А., Якуша В. В., Гнзидыло А. Н., Никитенко Ю. А. (2016) Применение аддитивных технологий для выращивания крупных профилированных монокристаллов вольфрама и молибдена. *Автоматическая сварка*, **5–6**, 145–147.
3. Shapovalov V., Yakusha V., Manulyk A. (2015) Large refractory metals single crystals grown by plasma-induction zone melting. *XXIV International Materials Research Congress 2015, Cancun, Mexico August 16–20, 2015. Sociedad Mexicana de Materiales A. C. S6B-O007*. <http://mrs-mexico.Org.mx/imrc2015>.
4. Патон Б. Е., Шаповалов В. А., Григоренко Г. М. и др. (2016) *Плазменно-индукционное выращивание профилированных монокристаллов тугоплавких металлов*. Киев, Наукова думка.
5. Даровский Ю. Ф., Маркашова Л. И., Абрамов Н. П. и др. (1985) Метод препарирования для электронно-микроскопических исследований. *Автоматическая сварка*, **12**, 60.
6. Томас Г. (1963) *Электронная микроскопия металлов*. Москва, Изд. Иностран. лит.
7. Утевский Л. М. (1973) *Дифракционная электронная микроскопия в металловедении*. Москва, Металлургия.
8. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. (1968) *Электронная микроскопия тонких кристаллов*. Москва, Мир.
9. Лякишев Н. П., Бурханов Г. С. (2002) *Металлические монокристаллы*. Москва, ЭЛИЗ.
10. Stroh A. N. (1954) The formation of cracks as a recoil of plastic flow. *Proc. of the Roy. Soc. A*, **223**, **1154**, 404–415.
11. Панин В. Е., Лихачев В. А., Гриняева Ю. В. (1985) *Структурные уровни деформации твердых тел*. Сибирское отделение, Наука.
12. Conrad H. (1963) Effect of grain size on the lower yield and flow stress of iron and steel. *Acta Metallurgica*, **11**, 75–77.

## References

1. Shapovalov, V.A., Kovalenko, A.A., Latash, Yu.V. et al. (1993) Investigation of growing process of tungsten and molybdenum single crystals. *Problemy Spets. Elektrometallurgii*, **1**, 79–82 [in Russian].
2. Shapovalov, V.A., Yakusha, V.V., Gnizdylo, A.N., Nikitenko, Yu.A. (2016) Application of additive technologies for growing large profiled single crystals of tungsten and molybdenum. *The Paton Welding J.*, **5–6**, 134–136.
3. Shapovalov, V., Yakusha, V., Manulyk, A. (2015) Large refractory metals single crystals grown by plasma-induction zone melting. In: *Proc. of 24th Int. Materials Research Congress 2015 (Cancun, Mexico, August 16–20, 2015)*. Sociedad Mexicana de Materiales A.C. S6B-O007. <http://mrs-mexico.Org.mx/imrc2015>
4. Paton, B.E., Shapovalov, V.A., Grigorenko, G.M. et al. (2016) *Plasma-induction growing of profiled single crystals of refractory metals*. Kiev, Naukova Dumka [in Russian].
5. Darovsky, Yu.F., Markashova, L.I., Abramov, N.P. et al. (1985) Preparation method for electron microscopic examinations. *Avtomaticheskaya Svarka*, **12**, 60 [in Russian].
6. Tomas, G. (1963) *Electron microscopy of metals*. Moscow, Inostrannaya Literatura [in Russian].
7. Utevsky, L.M. (1973) *Diffraction electron microscopy in physical metallurgy*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].

8. Hirsh, P., Khovi, A., Nikolson, R. et al. (1968) *Electron microscopy of thin crystals*. Moscow, Mir [in Russian].
9. Lyakishev, N.P., Burkhanov, G.S. (2002) *Metallic single crystals*. Moscow, ELIZ [in Russian].
10. Stroh, A.N. (1954) The formation of cracks as a recoil plastic flow. *Proc. of the Roy. Soc. A*, 223(1154), 404–415.
11. Panin, V.E., Likhachev, V.A., Grinyaeva, Yu.V. (1985) *Structural levels of deformation of solid bodies*. Sibirskoe Otdelenie, Nauka [in Russian].
12. Conrad, H. (1963) Effect of grain size on the lower yield and flow stress of iron and steel. *Acta Metallurgica*, 11, 75–77.

**СТРУКТУРА КРУПНИХ ПРОФІЛЬОВАНИХ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ,  
ОТРИМАНИХ АДТИВНИМ ПЛАЗМОВО-ІНДУКЦІЙНИМ НАПЛАВЛЕННЯМ  
Б. Є. Патон, Г. М. Григоренко, Л. І. Маркашова, В. О. Шаповалов, О. М. Берднікова,  
Є. В. Половецький, В. В. Якуша, А. Н. Гніздо**

Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України.

03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Вивчено структуру крупного профільованого монокристалічного вольфрамового зливку, отриманого способом адитивного плазмово-індукційного пошарового вирощування на монокристалічну затравку при різних швидкостях процесу (17...70 мм/хв). Дослідження (мікротвердості, розмірів субзеренної структури, кутів розорієнтування субзерен, характеру розподілу дислокацій та ін.) проводили на всіх структурних рівнях зі застосуванням комплексу експериментальних методів сучасного фізичного матеріалознавства, включаючи світлову, растрову та просвічуючу мікродіфракційну електронну мікроскопію. Показано, що зливок є монокристалічним тілом з кристаліграфічною орієнтацією, яка була задана затравочним кристалом. Збільшення швидкості вирощування до 70 мм/хв призводить до незначного зменшення мікротвердості, подрібнення субструктури при рівномірному розподілі щільності дислокацій, що дозволяє отримувати монокристали вольфраму з досконалою монокристалічною структурою (з малокутовими границями) при кутах розорієнтації що не перевищують 3°. Бібліогр. 12, табл. 3, іл. 7.

**Ключові слова:** вольфрам; плазмово-індукційне вирощування; монокристалічний зливок; структура; розорієнтація субзерен; щільність дислокацій

**STRUCTURE OF LARGE PROFILED SINGLE CRYSTALS OF TUNGSTEN,  
PRODUCED BY ADDITIVE PLASMA-INDUCTION SURFACING  
B. E. Paton, G. M. Grigorenko, L. I. Markashova, V. A. Shapovalov,  
E. N. Berdnikova, E. V. Polovetsky, V. V., Yakusha, A.N. Gnizdylo**

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazimir Malevich Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

Studied was the structure of large tungsten billet, produced by the method of additive plasma-induction layer-by-layer growing on monocrystalline primer at different speeds of the process (17...70 mm/min) The investigations ( of microhardness, sizes of subgrained structure, angles of subgrains disorientation, nature of distribution of dislocations, etc.) were carried out at all the structural levels by using a complex of experimental methods of modern physical materials science, including light, scanning and transmission microdiffraction electron microscopy. It is shown that the ingot represents a monocrystalline body with a crystallographic orientation, preset by the priming crystal, The increase in rate of growing up to 70 mm/min leads to a negligible decrease in microhardness, refining of structure at the uniform distribution of density of dislocations that allows producing tungsten single crystals with a perfect monocrystalline structure (with low-angle boundaries) at angles of disorientation, not exceeding 3°. Ref. 12, Tabl. 3, Fig. 7.

**Key words:** tungsten; plasma-induction growing; single-crystal ingot; structure; disorientation of subgrains; density of dislocations

Поступила 30.08.2018