



УДК 669.178.58.001.5

ВЛИЯНИЕ ПЕРЕМЕЩЕНИЯ ПЛАЗМЕННОГО ИСТОЧНИКА НАГРЕВА НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПЛОСКИХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА

В. А. Шаповалов, В. В. Якуша, А. Н. Гниздыло,
А. Р. Смалюх, Д. В. Ботвинко

Рассмотрены способы послойного формирования плоских монокристаллов вольфрама при плазменно-индукционном способе их получения. Определено влияние характера перемещения плазменного источника нагрева на формирование субструктуры монокристаллов. Показано, что при способе возвратно-поступательного перемещения ванны жидкого металла нивелируется возможность отклонения кристаллографической оси выращивания от заданного направления.

Methods of layer-by-layer formation of plane single crystals of tungsten in plasma-induction method of their producing are considered. The effect of nature of movement of plasma heat source on the formation of substructure of single crystals was defined. It is shown that using the method of reciprocal movement of molten metal pool the adjustment of deviation of crystallographic axis of growing from the preset direction is possible.

Ключевые слова: монокристаллы тугоплавких металлов; вольфрам; способы выращивания кристаллов; структура

Интерес к монокристаллам вольфрама как конструкционному материалу, способному работать в особых условиях, не ослабевает на протяжении многих десятков лет. Практическое применение монокристаллов вольфрама зависит, с одной стороны, от глубокого изучения свойств самих кристаллов и усовершенствования способов их получения, а с другой, — от разработки нового высокотехнологического оборудования.

Полученные в ИЭС им. Е. О. Патона крупные профилированные монокристаллы тугоплавких металлов в определенной мере «опередили время». Потенциал их полностью еще не раскрыт. В частности, на конференции, посвященной физике плазмы и управляемому термоядерному синтезу, отмечено, что при реализации проекта международного экспериментального термоядерного реактора весьма активно исследуют возможность применения в установках вольфрама с перспективой полной замены им всех обращенных к плазме материалов [1–4]. В последнее время интенсивно развиваются процессы получения крупных монокристаллов нитрида алюминия (AlN) для производства ультрафиолетовых свето-

диодов (UV LEDs). Одним из возможных материалов тигля для выращивания данных кристаллов рассматривается вольфрам [5, 6]. Применение для этих целей монокристаллического вольфрама позволит устранить недостатки поликристаллического вольфрама, связанные с его пористостью, хрупкостью и коррозионной стойкостью.

Эффективное использование крупных профилированных монокристаллов вольфрама зависит от совершенствования способа получения и повышения их качества. Цель данного исследования — определить влияние характера движения локальной ванны жидкого металла на свойства субструктуры формируемого монокристалла.

Профилированные монокристаллы тугоплавких металлов в виде пластин, трубных заготовок либо других требуемых форм получают путем послойного наращивания. Наиболее простой способ создания движущейся зоны связан с использованием подвижного источника нагрева. С помощью подпитки металлической ванны, движущейся по определенной траектории, осуществляют наращивание монокристаллической заготовки. В зависимости от профиля будущего кристалла траектория перемещения металлической ванны может быть организована по од-



ному из следующих трех вариантов: по спирали; возвратно-поступательное; последовательное.

В процессе плазменно-индукционного выращивания плоских монокристаллов тугоплавких металлов [7] плазменный источник нагрева сканирует по поверхности выращиваемого кристалла, перемещая ванну жидкого металла из одного конечного положения в другое. При этом происходит подпитка металлической ванны прутковым материалом вследствие капельного переноса. Таким образом, направление движения фронта кристаллизации predetermined направлением движения плазмотрона.

Из теории кристаллизации следует, что достройка атомов кристаллической решетки (формирование монокристалла) происходит в направлении нормали к поверхности фронта кристаллизации [8–10]. Следовательно, свойства субструктуры монокристаллов зависят от характера движения плазменного источника, т. е. от алгоритма перемещения ванны жидкого металла.

При плазменно-индукционном выращивании плоских монокристаллических слитков применимы как второй, так и третий варианты (рис. 1). Предельная толщина наращиваемого слоя на грани заданной ширины определяется максимальным объемом жидкой ванны, способной устойчиво (без проливов) перемещаться в конкретном тепловом и скоростном режимах.

В качестве затравочного кристалла подготовили монокристалл вольфрама плазменно-индукционной зонной плавки размером 5×20×50 мм. Процесс выращивания осуществляли в установке УП-122.

Расходуемым материалом служили прутки технически чистого вольфрама марки ВЧ диаметром 8 мм. В качестве плазмообразующего газа выбрана смесь, состоящая из 70 % гелия и 30 % аргона. В процессе выращивания скорость плазменного источника составляла 14 мм/мин. Ток плазмотрона изменялся в диапазоне 380... 400 А, напряжение на дуге — 38... 40 В. Мощность дополнительного индукционного нагрева поддерживали на 0,4 номинального значения.

Технологический процесс выращивания состоял в выполнении следующих операций. После предварительного нагрева затравки в индукторе до 1700 °С и наведения с помощью плазмотрона ванны жидкого металла в одном из крайних положений в зону плазменной дуги подавали расходуемый пруток и сообщали движение плазмотрону.

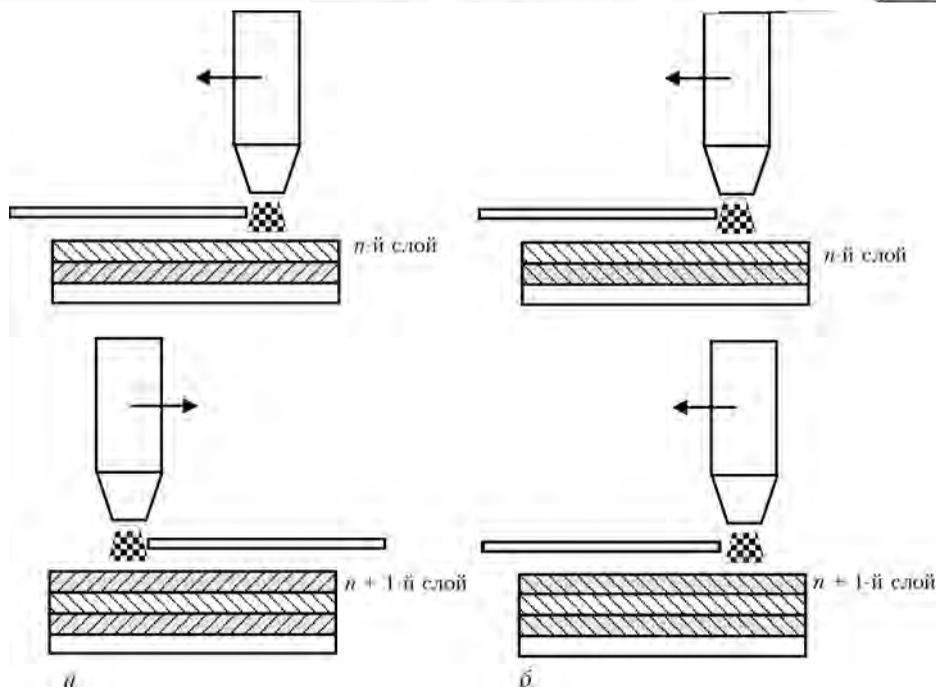


Рис. 1. Алгоритм движения ванны жидкого металла: а — возвратно-поступательное; б — в одну сторону

По достижению ванной жидкого металла противоположного края монокристалла плазменный источник нагрева отключали и осуществляли его перемещение в исходное положение.

Затем снова генерировали дугу, наводили ванну и подавали пруток в зону плавления. Далее процесс повторяли. Таким образом, вырастили монокристалл вольфрама размером 95×20×50 мм, из которого подготовили шлифы для металлографического и рентгеноструктурного анализов.

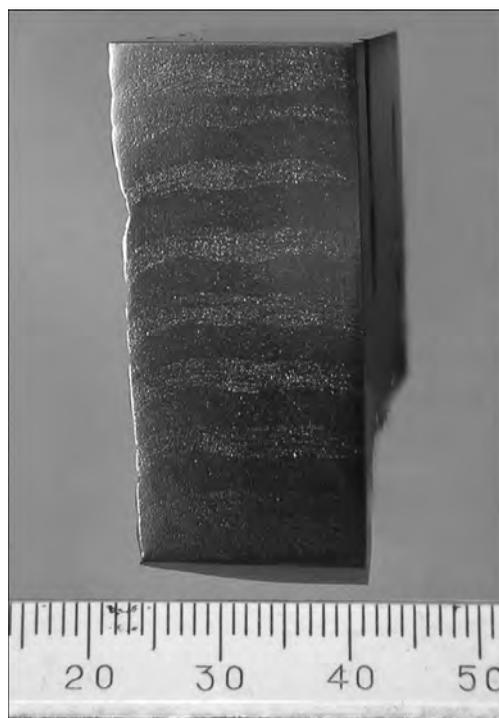


Рис. 2. Макроструктура поперечного сечения монокристалла вольфрама (110)

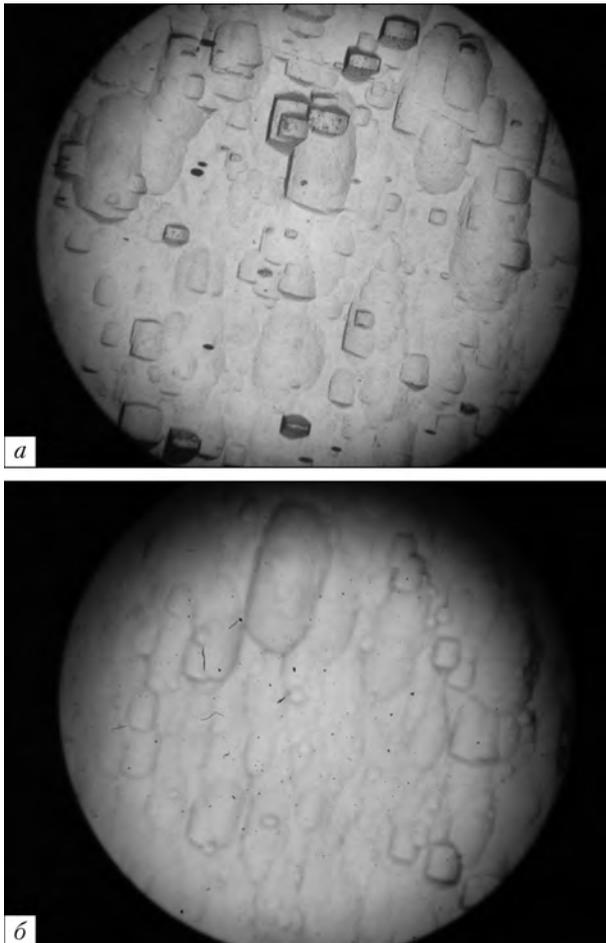


Рис. 3. Структура ($\times 250$) роста плоского монокристалла вольфрама: *a* – матовый; *b* – блестящий слой

В практике плазменно-индукционного выращивания плоских монокристаллов толщина наращиваемого слоя определяется диаметром расходимых прутков, что вытекает из организации технологической операции послойного наращивания, при которой расходимый пруток при перемещении плазмотрона из одного конечного положения в другое остается неподвижным.

Масса наращиваемого металла за один проход плазмотрона приблизительно равна массе сплавленного прутка длиной, равной длине монокристалла.

При использовании прутков диаметром 8 мм толщина наращиваемого слоя на грань шириной 20... 22 мм составляет 2... 3 мм. Отчетливо границы между слоями видны при выращивании монокристаллов по схеме поочередного сплавления прутков с одной и другой стороны.

При этом вытравленная структура роста поперечного разреза проявляется в виде чередующихся матовых и блестящих слоев. В грубом приближении граница между слоями показывает контур фронта кристаллизации, попавшего в данное сечение (рис. 2).

В работе [11] отмечено, что чередующиеся слои имеют незначительную (менее 1 мин) разориентировку друг с другом, проявляющуюся в различной травимости слоев, наращиваемых в разные стороны. Структура роста матовых слоев более рельефна,

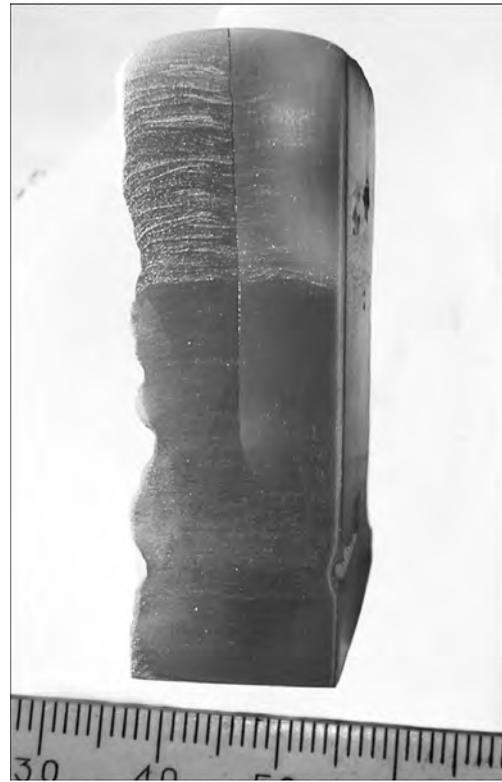


Рис. 4. Макроструктура поперечного сечения монокристалла вольфрама (110)

состоит из многогранных выступов, а блестящих — из продолговатых выступов овальной формы (рис. 3).

В структуре роста монокристаллов, полученных наращиванием в одну сторону, не выявляются чередующиеся матовые и блестящие полосы (рис. 4.). Форма контура фронта кристаллизации также просматривается и имеет аналогичный первому варианту вид.

Макроструктура рассматриваемого монокристалла в поперечном сечении состоит из двух крупных блоков, имеющих четкую границу раздела. Грубая граница появляется на горизонте 17 мм, подтверждая предположение о существовании некоторого инкубационного периода в развитии полосчатой структуры. Граница делит тело кристалла на две равные части и простирается вдоль оси выращивания.

Эволюция структуры роста по сечению кристалла дает объективную информацию о большем угле разориентации смежных субзерен (рис. 5). Абсолютно различная картина структуры роста в верхней части слитка свидетельствует о формировании бикристалла.

Определяющим фактором получения совершенных кристаллов являются тепловые условия их кристаллизации, которые оказывают значительное влияние не только на плотность дислокаций в кристаллах, но и на концентрацию других дефектов кристаллической структуры, являющихся следствием пластической деформации кристаллов в поле термических напряжений.

Дислокационная структура кристалла (рис. 6.) состоит из рядов дислокаций, образующих границы

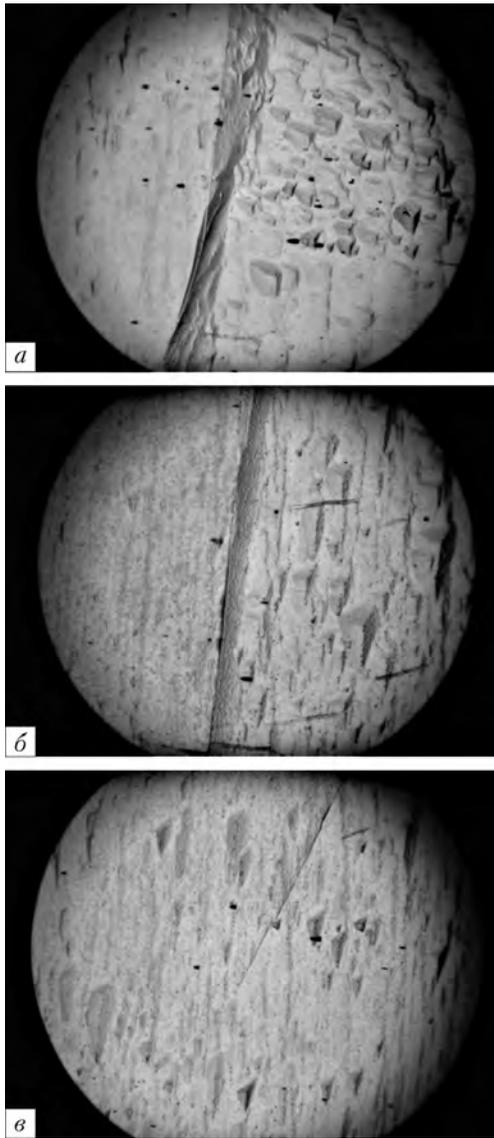


Рис. 5. Эволюция структуры ($\times 250$) роста на горизонте 50 (а), 30 (б) и 17 (в) мм

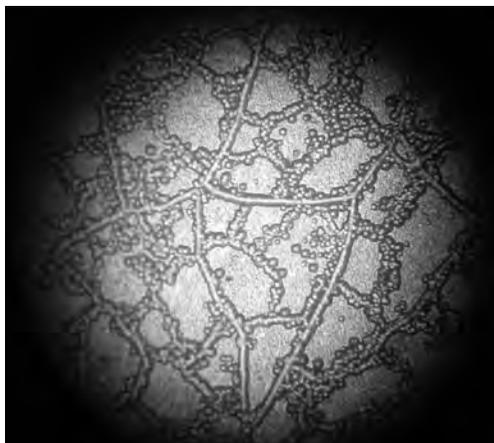


Рис. 6. Дислокационная структура ($\times 250$) плоского монокристалла вольфрама (100)

субзерен второго порядка, внутри которых имеются как отдельные дислокации, так и их группы, образующие субструктуру более низкого порядка.



Рис. 7. Рентгеновская топограмма продольного сечения плоского монокристалла вольфрама (110)

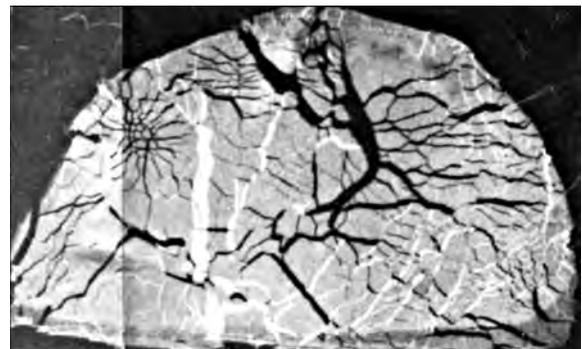


Рис. 8. Рентгеновская топограмма поперечного сечения плоского монокристалла вольфрама

В результате включения и выключения плазменной дуги на обоих концах слитка кристалл испытывает циклические тепловые удары, повторяющиеся от слоя к слою. В процессе роста и охлаждения кристалла разность температур на поверхности наращиваемой грани и поверхности зародышевого кристалла играет существенную роль в возникновении термических напряжений в нем. При этом происходит их накопление, а релаксация термических напряжений приводит к формированию грубой структуры.

В ходе экспериментов установлено, что термоциклирование, происходящее при выращивании по



схеме возвратно-поступательного перемещения плазматрона, не вносит ощутимых возмущений в формирование структуры (рис. 7).

Рентгеновская топограмма продольного сечения представляет собой характерную линейчатую структуру с незначительными наклонными прерывистыми границами. Полосы вытянуты вдоль оси выращивания. Структуру затравки наследует монокристалл, наклонные границы которого в процессе выращивания спрямляются.

Дифракционная картина элемента структуры в сечении, перпендикулярном направлению выращивания (рис. 8), показывает присутствие фрагментированного участка в центре с границей, делящей рассматриваемую плоскость на две приблизительно равные части. Вероятнее всего, это связано с данной симметрией нагрева в поле индуктора. Обнаруживается более фрагментированная структура в поверхностном боковом слое. Разориентация в пределах образца не превышает 5°.

Таким образом, использование выбранной схемы возвратно-поступательного наращивания позволяет получать монокристаллы с более совершенной структурой, по сравнению с наращиванием в одном направлении. Тепловые условия выращивания являются одними из определяющих для получения совершенных монокристаллов.

Неудовлетворительный тепловой режим при поступательной схеме наращивания не позволяет сформировать более качественные монокристаллы, по сравнению с возвратно-поступательной схемой.

Периодическое изменение направления достройки нивелирует возможные отклонения заданной кристаллографической оси роста кристалла и способствует выращиванию качественных монокристаллов.

1. <http://www.fpl.gpi.ru/Zvenigorod/XXXVIII/R/ru/QM-Kurnaev.doc>.
2. <http://www.fpl.gpi.ru/Zvenigorod/XXXVIII/E/ru/P.F.Khimchenko.doc>.
3. <http://www.fpl.gpi.ru/Zvenigorod/XXXVIII/Mu/ru/BF-Khripunov.doc>.
4. <http://www.fpl.gpi.ru/Zvenigorod/XXXVIII/R/ru/QL-Khimchenko.doc>.
5. <http://www.crystal-is.com/products.cfm>
6. *Comparison of different crucible materials for the growth of AlN crystals* / Li Juan, Hu Xiao-Bo, Wang Ying-Min et al. // Chinese J. Struct. Chem. — 2007. — 26, № 10. — P. 1203–1207.
7. *Исследование технологических параметров плазменно-индукционной выплавки монокристаллов тугоплавких металлов* / М. Л. Жадкевич, В. А. Шаповалов, И. В. Шейко, и др. // Пробл. спец. металлургии. — 2001. — № 4. — С. 27–31.
8. *Бреннер С. С. Металлы* // Теория и практика выращивания монокристаллов. — М.: Металлургия, 1968. — С. 471–485.
9. *Процессы роста и выращивания монокристаллов* / Под ред. Н. Н. Шефталя. — М.: Иностран. лит-ра. — 1963. — 530 с.
10. *Рост кристаллов. Теория роста и методы выращивания кристаллов* / Под ред. К. Гудмана. — М.: Мир, 1977. — 368 с.
11. *Исследование структуры монокристаллов вольфрама и молибдена плоской формы* / А. А. Коваленко, В. Ю. Латаш, В. А. Шаповалов и др. // Пробл. спец. электротехнологии. — 1994. — № 1. — С. 65–70.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев
Поступила 28.04.2011

НОВАЯ КНИГА

ТИТАН: технологии, оборудование, производство: Сб. ст. —

Киев: ИЭС им. Е.О.Патона НАНУ, 2011. — 324 с.



В сборнике представлены статьи, опубликованные в журналах «Современная электротехнология» и «Автоматическая сварка» за период 2005–2010 гг. по электротехнологии, а также сварке титана и его сплавов. Авторами статей являются известные в Украине и за рубежом ученые и специалисты в области титана. Сборник предназначен для широкого круга читателей, занимающихся проблемами производства, обработки и использования титана.

Заказы на приобретение сборника просьба направлять в редакцию журнала: тел./факс: (38044) 200-82-77, 200-54-84,
e-mail: journal@paton.kiev.ua

Сборник реализуется в печатном виде (доставка заказной бандеролью) и в электронном виде в *.pdf формате (отправка по электронной почте с закрытием оплаты по акту выполненных работ).