

РАЗДЕЛ ПЕРВЫЙ

ЧИСТЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ВАКУУМНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

УДК 669.018.45

РАЗВИТИЕ ВАКУУМНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ В УФТИ - ННЦ ХФТИ (К столетию со дня рождения В.Е. Иванова)

В.М. Ажжажа, С.Д. Лавриненко, Н.Н. Пилипенко

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
г. Харьков, Украина*

Изложены некоторые факты развития вакуумной металлургии в УФТИ, сначала в лаборатории, а затем в отделе В.Е.Иванова.

Начало пятидесятых годов прошлого века совпало с бурным развитием ракетно-космической и атомной техники. Для осуществления этого потребовались качественно новые материалы, которые должны работать при экстремальных условиях: под воздействием сверхвысоких и сверхнизких температур, в условиях интенсивного радиационного и коррозионного воздействия. Создание таких материалов требовало принципиально новых нетрадиционных подходов – научных, методических, технологических. Именно тогда, по инициативе К.Д. Синельникова в Харьковском физико-техническом институте была создана научная лаборатория под руководством Виктора Евгеньевича Иванова (столетие которого мы будем отмечать в 2008 г.), одним из основных направлений которой были технологические и материаловедческие исследования в области вакуумной металлургии [1]. Это позволило институту уже в 50-е годы сделать заметный вклад в реализацию атомного проекта страны. В эти годы в кратчайшие сроки был разработан метод вакуумной дистилляционной очистки бериллия и налажено (в объеме нужд отрасли) первоначально в институте, а затем на предприятиях отрасли производство чистого бериллия (руководитель – К.Д. Синельников, исполнители – В.Е. Иванов и В.М. Амоненко и др.) [2]. Были развернуты работы по урану как топливу ядерных реакторов (руководитель – К.Д. Синельников, исполнители – В.Е. Иванов, В.Ф. Зеленский). Вскоре, в ходе выполнения этих работ было обнаружено явление радиационного роста урана под облучением. (К.Д. Синельников, В.Е. Иванов, В.Ф. Зеленский совместно с учеными ИАЭ им. И.В. Курчатова, ВНИИНМ, ИТЭФ, [1-3]). В эти же годы в соответствии с нуждами ядерного проекта в институте разворачиваются работы по созданию конструкционных материалов и покрытий специального назначения (руководитель К.Д. Синельников, исполнители В.Е. Иванов, Е.П. Нечипоренко и др.).

Поэтому К.Д. Синельникова и В.Е. Иванова можно считать родоначальниками вакуумной металлургии и вакуумных технологий.

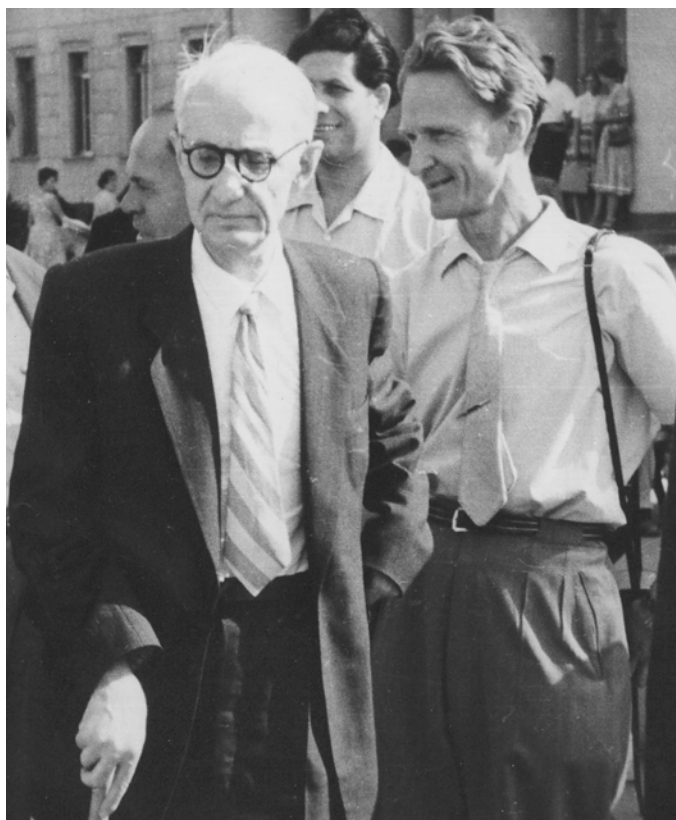
Вакуумная прокатка металлов, способ обработки металлов и металлических сплавов давлением, состоящий в обжатии их между вращающимися валками прокатных станов в вакууме или в нейтральной атмосфере. Вакуум применяется для предохранения поверхности прокатываемого изделия от оксидирования. При прокатке металл, как правило, подвергается значительной пластической деформации сжатием, в связи с чем разрушается его первичная литая структура, и вместо неё образуется структура, более плотная и мелкозернистая, что обуславливает повышение качества металла. Таким образом, вакуумная прокатка служит не только для изменения формы обрабатываемого металла, но и для улучшения его структуры и свойств. В 1952-1953 гг. под руководством К.Д. Синельникова и В.Е. Иванова впервые в мировой практике обработки металлов давлением были построены вакуумные прокатные станы и проведены исследования по прокатке бериллия, циркония, урана, ниобия и других металлов, которые продемонстрировали высокую эффективность метода прокатки в вакууме для улучшения свойств материалов [1]. В УФТИ работы по вакуумной прокатке проводили С.Ф. Ковтун, И.С. Болгов, А.С. Тронь, В.В. Мухин и др. Были разработаны конструкции вакуумных прокатных станов, которые позволяли проводить горячую вакуумную прокатку активных тугоплавких металлов, получать многослойные материалы.

Из воспоминаний сотрудника лаборатории В.Е. Иванова Л.Н. Рябчикова:

«Лаборатория В.Е. Иванова была преемницей лаборатории, которая создавала высоковакуумные насосы на основе мирового опыта. На подоконниках еще довольно долго стояли как памятники манометры Мак-Леода, отслужившие свою роль в определении характеристик насосов. Следует отдать должное дальновидности, прозорливости, мудрости К.Д.* в том, что он развернул исследование вакуумных технологий. В то время ХФТИ был единственным в стране институтом, который мог разработать и изготовить оборудование для таких технологий. Только в 60-е годы в Союзе появились

* Кирилл Дмитриевич Синельников

научно-производственные предприятия, которые стали создавать и производить различное вакуумное технологическое оборудование».



Родоначальники вакуумной металлургии К.Д. Синельников и В.Е. Иванов на Первомайской демонстрации

Применение вакуума в металлургии приводит к ускорению протекания химических реакций, сопровождающихся выделением газообразных веществ, которые не могут завершиться при атмосферном давлении. При этом снижается рабочая температура многих процессов, связанных с выделением газов и паров. Вакуум в рабочей камере при проведении металлургических процессов может изменяться от 10^{-2} до 10^{-7} Па, что способствует значительному уменьшению взаимодействия активных металлов с остаточными газами вакуумной камеры.

Большинство вакуумных процессов рафинирования связано с состоянием основного вещества и примесей при испарении, дегазации, диссоциации соединений и в других случаях. Особенностью этих процессов является низкое значение давлений и непрерывное удаление продуктов реакции за счет откачки, конденсации паров и др. В общем виде при изменении давления свободная энергия газовой фазы меняется следующим образом: $\Delta F = nRT \ln(P_2 / P_1)$, где n – количество молей газа; R – газовая постоянная; T – температура; P_1 и P_2 – давление газа в начальном и конечном состояниях системы. Тем самым в вакууме создаются термодинамически выгодные условия для более глубокого протекания процессов или в случаях, когда их осуществление невозможно при нормальном атмосферном давлении. Получение

металлов высокой степени чистоты тесно связано с вакуумными условиями, в которых происходит стадия заключительной очистки [4-6]. В большинстве случаев, при рафинировании активных тугоплавких металлов основными примесями, которые сдерживают процесс очистки, являются газообразующие примеси внедрения – азот, водород, кислород и углерод. Очистка от них происходит за счет выделения их в виде газа при нагреве рафинируемого металла в вакууме. В связи с этим большое значение приобретают вопросы улучшения вакуумной среды, в которой проходят рафинировочные процессы. Необходимо учитывать не просто давление остаточного газа, а парциальное давление компонентов с учетом активности металла.

Предложенный метод дистилляции бериллия на колонку с градиентом температуры (В.Е. Иванов, В.М. Амоненко) позволил получить высокочистый металл, что впоследствии привело к созданию промышленной установки по дистилляции бериллия.

Работы выполненные В.Е. Ивановым совместно с Г.Ф. Тихинским, И.И. Папириным и др. при исследовании бериллия, позволили впервые определить виды и динамические характеристики скольжения и двойникования монокристаллов бериллия. В дальнейшем было проведено изучение механизмов рафинирования бериллия методами вакуумной дистилляции, зонной плавки,

электропереносом. Сочетанием этих методов получен бериллий ~99,999 % (В.Е. Иванов, Г.Ф.

Тихинский, И.И. Папиров, Н.С.Пугачев).



Сотрудники лаборатории В.М.Амоненко отдела В.Е.Иванова, которые получили значительные результаты в области вакуумной металлургии. На переднем плане слева направо: И.С. Болгов, Г.Ф. Тихинский, А.В Шилейко, В.М. Амоненко, Б.М .Васютинский, В.В. Лебедев

Порошковая металлургия – область техники, охватывающая совокупность методов изготовления порошков металлов и металлоподобных соединений или их смесей с неметаллическими порошками, а также полуфабрикатов и изделий из них. Технология включает операции получения исходных металлических порошков и приготовление из них шихты с заданным химическим составом и технологическими характеристиками; формование их различными методами прессования в заготовки с заданными формой и размерами. С целью уменьшения пористости или полного её устранения, повышения механических свойств и доводки до точных размеров применяют дополнительную обработку заготовок давлением, а также дополнительную их термическую, термохимическую или термомеханическую обработку. В некоторых вариантах технологии отпадает операция формования, так как спекают порошки в соответствующих формах. В ряде случаев прессование и спекание объединяют в одну операцию – горячую штамповку. В отделе В.Е.Иванова проводились работы по горячему вакуумному прессованию вольфрама, бериллия карбида бора и других материалов (Д.П. Солопихин, Н.Д. Тарасов и др.). Большое распространение получили методы холодного и горячего изостатического прессования порошков.

Применение чистых металлов при создании реакторных и жаропрочных сплавов методом

вакуумной индукционной плавки проводили сотрудники группы, а затем и лаборатории, возглавляемой В.М. Ажажей. Во многих случаях успех в выполнении поставленных задач зависел от сотрудников младшего технического персонала – техников и лаборантов.



Сотрудники отдела Иванова В.Е. доктора наук Тихинский Г.Ф. и Папиров И.И.

Широкое использование вакуума и вакуумной техники, в том числе и криогенных средств откачки, в технологических процессах (испарение и конденсация, электронно-лучевая и дуговая плавки, выращивание монокристаллов, вакуумная прокатка, проведение различного вида термообработок в вакууме и т. п.) позволило коллективу лаборатории,

а затем и отдела, возглавляемого В.Е. Ивановым, внести существенный вклад в физические основы вакуумного материаловедения.

Принципиальным моментом в развитии вакуумной металлургии являлся переход к безмасляным средствам откачки, криогенным и конденсационным насосам. В Национальном научном центре «Харьковский физико-технический институт» на основе систематических исследований в области физики и техники высокого вакуума созданы высокопроизводительные диффузионные, испарительные, конденсационные, крио-адсорбционные насосы, позволяющие проводить экспериментальные исследования в широком диапазоне давлений $10^{-5} \dots 10^{-10}$ Па.

Очистка металлов, как правило, проводится в установках с комбинированными системами откачки, включающими диффузионные, геттерные испарительные, сорбционные, криогенные и ионно-сорбционные насосы. Например, проведение зонной плавки химически активного металла - циркония в криогенном вакууме позволило значительно уменьшить в нем концентрацию примесей внедрения.

Большой вклад в развитие работ по вакуумной металлургии чистых металлов внесли сотрудники лаборатории сверхпроводимости и чистых металлов В.М. Ажажи. Последние два десятилетия работы в ХФТИ по глубокому рафинированию металлов развивались в направлении комплексного использования различных физических методов очистки. Как правило, большинство металлов, подвергающихся рафинированию методами вакуумной электронно-лучевой плавки и дистилляции, имеют легколетучие и труднолетучие группы примесей. Эффективность очистки металла намного возрастет, если последовательно проводить удаление различных групп примесей с разной летучестью. Примером такого подхода может служить глубокая очистка хрома и галлия сочетанием прогрева и дистилляции в вакууме. При зонной перекристаллизации разделение примеси происходит вследствие различной ее растворимости в жидкой и твердой фазах, при электропереносе - за счет миграции примесного иона под действием постоянного электрического поля. Сочетание этих механизмов позволяет значительно увеличить степень разделения примесных элементов в рафинируемом металле. В особенности это эффективно для снижения содержания таких трудноудаляемых примесей, как кислорода и углерода. Разработанный на этом принципе способ глубокого рафинирования тугоплавких металлов

позволил получить ряд металлов (Re, Ru, Os, W, Mo и др.) рекордно высокой чистоты. Наиболее полное разделение примесных элементов при рафинировании металлов можно достичь путем комплексного использования различных методов очистки в определенной последовательности. Проведенные исследования по влиянию вакуумных условий на процессы рафинирования показали, что изменение величины вакуума, его чистоты и натекания в вакуумную систему при рафинировании химически активных и тугоплавких металлов физическими методами (электронно-лучевой плавкой, зонной плавкой, высокотемпературным отжигом и дистилляцией) существенно влияет на чистоту получаемых металлов. С улучшением вакуумных условий степень очистки металлов от примесей внедрения повышается.

Только таким методом можно получить наибольший уровень чистоты у большинства металлов.

Успехи в получении особо чистых металлов были бы невозможны без тех работ, которые были начаты в УФТИ более пятидесяти лет назад под руководством В.Е. Иванова, которого с полной уверенностью можно считать родоначальником вакуумной металлургии и вакуумных технологий в ННЦ ХФТИ.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Материалы к библиографии ученых СССР. Серия химических наук, в.85. Виктор Евгеньевич Иванов / Составитель Н.Б.Полякова. М.: «Наука», 1991, с.47.*
2. *Атомная наука и техника СССР. М.: «Атомиздат», 1977.*
3. *50 лет Харьковскому физико-техническому институту АН УССР. Киев: «Наукова думка», 1978, 320 с.*
4. В.Е.Иванов, И.И.Папилов, Г.Ф.Тихинский, В.М. Амоненко. *Чистые и сверхчистые металлы. М.: «Металлургия», 1965, 263 с.*
5. Г.Ф.Тихинский, Г.П.Ковтун, В.М.Ажажа. *Получение сверхчистых редких металлов. М.: «Металлургия», 1986, 161 с.*
6. Е.Фромм, Е.Геххардт. *Газы и углерод в металлах. М.: «Металлургия», 1980, 711 с..*
7. В.М.Ажажа, П.Н.Вьюгов, С.Д.Лавриненко. *Влияние вакуумных условий на рафинирование активных тугоплавких металлов // Высокочистые вещества. 1994, №3, с.76-83.*



Сотрудники группы В.М. Ажажи, которые внесли значительный вклад в развитие вакуумной металлургии: верхний ряд слева направо П.Н. Вьюгов, В.И. Швачко, М.П. Зейдлиц, В.А. Андросов, нижний ряд И.Н. Иванцов, В.С. Гуменюк, В.М. Ажажа, В.И. Путивцев



В.М. Ажажа с лаборантами высокой квалификации. Слева направо: Г.В. Шевченко, В.И. Путивцев, Л.П. Дегтяренко, В.М. Ажажа



Лаборатория сверхпроводимости и чистых металлов. Верхний ряд, слева – направо И.Б. Доля, Ю.П. Бобров, А.Л. Шурыга, В.М. Ажажа, А.П. Редкокаша, В.Р. Рябокоть, П.Н. Вьюгов, С.В. Твердохлеб, Н.П. Бондаренко, средний ряд В.А. Финкель, В.В. Дервянко, С.Д. Лавриненко, В.А. Еленский, А.И. Кравченко, Л.П. Дегтяренко, Н.А. Болотов, А.П. Свиначенко, нижний ряд Г.П. Ковтун, В.В. Мухин, В.С. Беловол



В.Е.Иванов на открытии памятника сотрудникам УФТИ, погибшим во время ВОВ



На первомайской демонстрации. В.Е. Иванов и В.Ф. Зеленский



Обсуждение работ по вакуумной прокатке. Стоят: слева направо: А.В Ш.шлейко, Б.М. Васютинский, В.В. Мухин, В.М. Ажажа, Г.Ф. Тихинский, А.С. Тронь. Сидят крайний справа В.Е. Иванов



В.Е.Иванов и М.С.Гусаров на конференции по Техническому использованию сверхпроводимости. Алушта, 1975 г.

РОЗВИТОК ВАКУУМНОЇ МЕТАЛУРГІЇ В УФТІ-ННЦ ХФТІ (До століття з дня народження В.Є.Іванова)

В.М. Ажажа, С.Д. Лавриненко, М.М. Пилипенко

Викладені деякі факти розвитку вакуумної металургії в УФТІ, спочатку в лабораторії, а потім у відділі В.Є. Іванова.

DEVELOPMENT OF VACUUM METALLURGY IN UFTI-NSC KIPT (To the century from the day of birth V.E. Ivanov)

V.M. Azhazha, S.D. Lavrynenko, M.M. Pylypenko

Some facts of development of vacuum metallurgy in UFTI are expressed, at first in a laboratory, and then in a department V.E.Ivanov.