

# ПРИМЕНЕНИЕ ЗОННОЙ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОЧИСТЫХ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ



*Д.А. Солопихин*

*Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина,  
г. Харьков, Украина*

Рассмотрен наиболее эффективный метод получения высокочистых металлов – метод зонной перекристаллизации. Также рассмотрены основные закономерности этого метода. На примере вольфрама и молибдена показано, что с применением электронно–лучевой и плазменно–дуговой плавки высокая очистка достигается уже в результате двух проходов зоны.

## ВВЕДЕНИЕ

У физиков, химиков, металлургов, занимающихся исследованиями в области металлов и сплавов, всегда было стремление получить отдельные совершенные монокристаллы для изучения их строения и свойств.

Проблема выращивания монокристаллов тугоплавких и редких металлов в течение ряда лет казалась неразрешимой из-за их высокой  $T_{\text{плавл}}$  и химической активности. Получить такие монокристаллы удалось лишь в 50- и 60-е годы прошлого столетия благодаря развитию химической и физической технологии получения чистых веществ и вакуумной металлургии, разработке новых источников нагрева высокой интенсивности. В ХФТИ, ИМЕТ и ряде других лабораторий тугоплавких и редких металлов и сплавов проведены работы по выращиванию монокристаллов ряда тугоплавких металлов (вольфрам, молибден, рений, тантал, ниобий, ванадий, рутений и др.) путем вакуумной электронно-лучевой зонной плавки [1-3].

Дальнейшее развитие метода электронно-лучевой зонной плавки позволило выращивать монокристаллы тугоплавких металлов с заданной кристаллографической ориентацией, необходимые для исследовательских и опытных работ. Все шире развиваются металлургические, металлофизические, теплофизические и электронно-физические исследования кристаллов, заложены основы металлургии монокристаллов тугоплавких металлов и РЗМ. Благодаря получению высокочистых и совершенных металлических кристаллов оказалось возможным построение поверхностей Ферми и экспериментальная проверка многих теоретических положений физики твёрдого тела.

В последние десятилетия были выявлены уникальные свойства, присущие только монокристаллам тугоплавких металлов: высокая пластичность, отсутствие газовой выделенности, стойкость против рекристаллизации, ползучести, действия плазмы и расплавов щелочных металлов, облучения и термоциклического воздействия; резкая анизотропия работы выхода электронов и механических свойств и др. [4].

Уникальный комплекс свойств позволяет использовать монокристаллы для изготовления особо ответственных деталей электровакуумных и газоразрядных приборов, аппаратов для превращения тепловой энергии в электрическую, газовых турбин, гироскопов и некоторых других аппаратов.

## 1. ОСНОВНЫЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ЗОННОЙ ПЕРЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Метод зонной плавки основан на различной растворимости примесей в жидкой и твёрдой фазах [5]. Несовпадение линий ликвидус и солидус на фазовой диаграмме состояния металл–примесь (за исключением конгруэнтного состава) свидетельствует о разном составе находящихся в равновесии твёрдой и жидкой фаз. Поэтому даже однородная по составу жидкость в процессе затвердевания даёт неоднородную фазу. Вследствие низких коэффициентов диффузии в этой фазе неоднородность сохраняется, поэтому по окончании процесса направленного затвердевания примесь в ней распределяется неравномерно. Такое распределение характеризуется коэффициентом распределения. Существует понятие эффективного коэффициента распределения ( $k_{\text{эф}}$ ) и равновесного ( $k$ ). Эффективный коэффициент распределения можно выразить через равновесный, с помощью уравнения Бэртона-Прима-Слихтера:

$$k_{\text{эф}} = \frac{k}{k + [1 - k \exp(-V\delta/D)]}, \quad (1)$$

где  $D$  – коэффициент диффузии примеси в жидкой фазе;  $\delta$  – толщина диффузионного слоя в жидкости у границы раздела;  $V$  – скорость роста кристалла (перемещения зоны).

Равновесный коэффициент для естественной (леггирующей) примеси определяется из фазовой диаграммы, как отношение концентраций в твёрдой и жидкой фазах, находящихся в равновесии:  $k = C_{\text{тв}}/C_{\text{ж}}$ . Если примеси повышают температуру плавления, то  $k > 1$ , если понижают,  $k < 1$ . Значения  $k$  обычно изменяются в пределах  $10^{-3} \dots 10$ . К сожалению, мало опубликовано диаграмм состояния, в которых линии ликвидуса и солидуса были бы опреде-

лены достаточно точно в области очень малых концентраций. Для определения значения  $k$  в области малых концентраций Пфанн предлагает экстраполировать кривую зависимости  $k$  от концентрации примеси к нулевой концентрации; известен также экспериментальный метод определения  $k$  [5]. Для грубой оценки этой величины пользуются термодинамическими расчетами. Примеси с  $k < 1$  ("прямые" примеси) концентрируются в расплаве и при зонной плавке перемещаются зоной в ту часть образца, которая кристаллизуется последней. При движении жидкая зона на фронте плавления непрерывно пополняется веществом исходного материала. Поэтому состав ее меняется не так резко, как должно быть при нормальной кристаллизации. При достижении зоной конца слитка она кристаллизуется по закону нормальной кристаллизации, что приводит к резкому возрастанию содержания примеси в конце слитка.

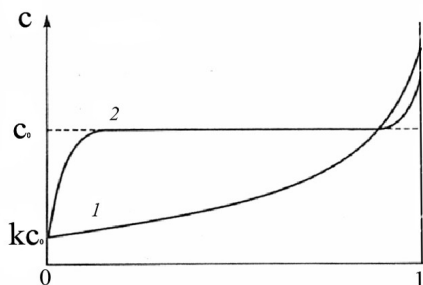


Рис.1. Распределение примеси  $C$  с коэффициентом захвата  $k < 1$  по длине монокристалла, выращенного направленной кристаллизацией (1) и зонной плавкой (2). Концентрация примеси в шихте  $C_0$ . Длина образца принята за единицу. Кристалл растет слева направо

На рис.1 показано распределение примеси в монокристаллах при коэффициенте распределения  $k < 1$  для двух режимов: направленной кристаллизации и зонной плавки. Во втором случае распределение примесей имеет три участка; на первом происходит накопление примеси на фронте роста, на втором - стационарное ее распределение благодаря  $k = \text{const}$  и на третьем из-за предельных граничных условий примесь, содержащаяся в расплаве, захватывается монокристаллом полностью. Сравнение кривых распределения примеси по длине слитка показывает, что первая характеризуется вогнутостью, обращенной вверх, а вторая - вогнутостью, обращенной вниз. Это означает, что из отрезка слитка определенной длины при направленной кристаллизации может быть удалено большее количество примесей, чем при зонной плавке. Однако такое сопоставление справедливо для однократного прохода зоны. Преимущество зонной плавки перед нормальной кристаллизацией состоит в том, что этот процесс многократен. Очевидно, что если после каждого полного цикла удалять конечную часть монокристалла, то можно добиться эффекта глубокой очистки вещества без потери основного металла, не считая потери на испарение. При многократной перекристаллизации примесь перемещается в данном направлении

до тех пор, пока не установятся такие концентрационные градиенты, при которых затвердевающий металл в расплавленной зоне будет иметь состав, одинаковый с расплавляемой в зоне твердой фазой. Примеси с  $k > 1$  ("обратные" примеси) перемещаются в направлении, противоположном движению зоны, обогащая твердую фазу. Очистка от обратных примесей протекает с меньшей эффективностью. Распределение примесей по длине слитка в зависимости от величины коэффициента распределения схематично выражено графиком на рис.2,А.

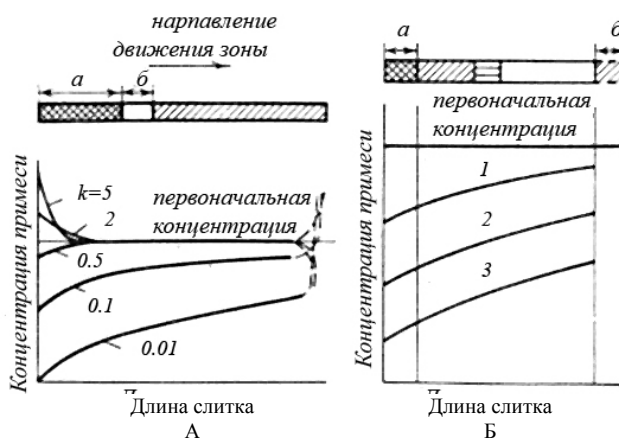


Рис.2. Распределение примесей вдоль слитка, подвергнутого зонной плавке [2]:

А - в зависимости от величины коэффициента распределения: а - перекристаллизованная часть слитка; б - расплавленная зона. Б - в зависимости от числа проходов при зонной перекристаллизации: а - начальный участок, равный длине зоны; б - конечный участок, подлежащий удалению; 1 - первый проход, 2 - второй проход, 3 - третий проход

Дополнительным проходам соответствует более глубокий начальный участок кривой; они повышают конечный и сокращают длину горизонтального участка (рис.2,Б). Кривые распределения могут быть определены экспериментально или вычислены теоретически по методу, предложенному Пфанном. При наличии интенсивного перемешивания распределение примесей вдоль образца после первого прохода может быть выражено уравнением

$$\frac{C}{C_0} = 1 - (1 - k_{эф}) e^{-\frac{k_{эф} x}{l}}, \quad (2)$$

где  $C$  - концентрация примеси в твердой фазе в точке  $x$ ;  $C_0$  - исходная концентрация примеси;  $x$  - расстояние от начала образца;  $l$  - длина зоны. Эффективность процесса зонной очистки также зависит от скорости перемещения зоны. При очень малой скорости благодаря диффузии в твердожидком состоянии в идеальном случае может быть достигнуто равновесие. Чтобы осуществлялась очистка от примесей, скорость кристаллизации должна быть значительно больше скорости диффузии в твердом состоянии. Вместе с тем скорость движения расплавленной зоны должна быть достаточно малой, чтобы атомы примеси, выделяющиеся на фронте кристаллизации, успевали отводиться в расплав путем диффу-

зии, конвекции и механического перемешивания. Зависимость толщины обогащенного примесью слоя  $\delta$  от скорости кристаллизации показана на рис.3.

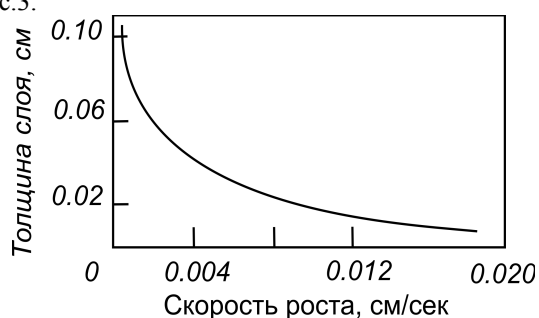


Рис.3. Толщина обогащенного слоя в зависимости от скорости роста [2]

С образованием такого слоя связано концентрационное переохлаждение. На эффективность очистки влияет ширина зоны. Узкая нарастающая зона с резко выраженной границей между жидкой и твердой фазами обеспечивает лучший результат очистки. Ширина зоны определяется как фокусировкой тепловой энергии, так и рядом физических свойств очищаемого металла: тугоплавкостью, теплопроводностью, скрытой теплотой плавления, выделяющейся на фронте кристаллизации и поглощаемой на фронте плавления. Кроме того, на нее в известной мере влияет концентрация примесей, изменяющих температуру плавления металла, а также концентрация тепла в области расплавленной зоны, что связано с поперечным сечением заготовки. Узкую расплавленную зону легче создать в металле с высокой температурой плавления и низкой теплопроводностью. В этом отношении метод зонной плавки удобен для очистки и получения монокристаллов тугоплавких металлов. При очистке тугоплавких металлов ширина плавающей зоны обычно не превышает диаметра прутка.

## 2. МЕТОД ЗОННОЙ ПЛАВКИ

Метод зонной плавки, предложенный Пфанном в 1952 г., заключался в следующем: с помощью нагрева создается узкая зона расплава, а затем путем перемещения слитка или нагревателя производится его перекристаллизация (рис.4) [5]. Требуемого результата добиваются многократным повторением процесса.

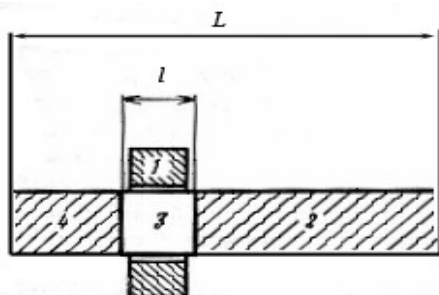


Рис.4. Схема зонной перекристаллизации:  
1 - нагреватель; 2 - нерасплавленная часть слитка;  
3 - расплавленная зона; 4 - закристаллизовавшаяся часть слитка

При определенных условиях с помощью зонной плавки можно также создать равномерное распределение примеси вдоль слитка. Зачастую зонную плавку используют при выращивании монокристаллов термически неустойчивых веществ. Сводя к минимуму ширину зоны расплава, удается значительно уменьшить время пребывания исходного вещества в расплавленном состоянии, что исключает испарение металла.

В зависимости от конструкции устройства различают зонную плавку в вертикальном и горизонтальном направлениях. Перемещение зоны в вертикальном направлении удобно в том случае, когда контейнер для поддержания расплава не используется, чтобы избежать взаимодействия высокореактивных веществ (в том числе тугоплавких металлов) с материалом тигля, – вариант бестигельной зонной плавки (рис.5).

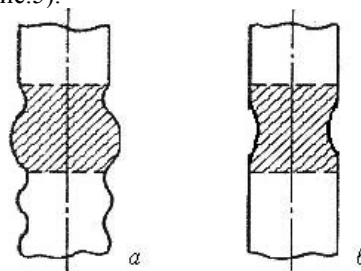


Рис.5. Вертикальная зонная плавка (направление движения зоны снизу вверх):

а - неустойчивая зона (имеется опасность обрыва вблизи фронта кристаллизации); б - устойчивая зона (характеризуется вертикальными линиями у фронта кристаллизации)

Нагрев для создания расплавленных зон может проводиться различными способами: нагревателями электросопротивления, токами высокой частоты, пламенем жидкого или газообразного топлива, электрическим разрядом (дуга, бомбардировка электронами), излучением (фокусировка излучения ламп накаливания или солнечной энергии). При зонной плавке тугоплавких металлов и сплавов на их основе наибольшее применение получил электронно-лучевой нагрев (рис.6), обеспечивающий высокие температуры и позволяющий легко управлять процессом [6].

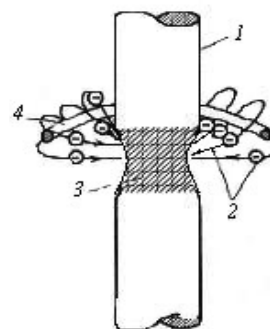


Рис.6. Схема электронно-лучевой зонной плавки:  
1 - цилиндрический образец; 2 - электроны, движение которых ускоряется вследствие электростатического поля между катодом и образцом;  
3 - расплавленная зона; 4 - катод

Плавление узкой зоны металла осуществляется электронной бомбардировкой образца, служащего анодом. На водоохлаждаемой плите установлена стойка, на которой образец закрепляется в молибденовых зажимах с танталовыми пружинами, дающими возможность образцу свободно удлиняться при нагреве. Кольцевой катод из вольфрамовой проволоки закреплен в стальных держателях, к которым с помощью гибких шин подводится ток для нагрева катода. Кронштейн с держателями вертикально перемещается по ходовому винту. Фокусировка электронов, эмитирующихся с катода, осуществляется специальными молибденовыми пластинами.

В целях повышения стабильности работы катодного узла и защиты образца от загрязнения разработаны различные конструкции катодных узлов, обеспечивающих фокусировку электронного пучка таким образом, чтобы исключить взаимное загрязнение спирали – источника электронов – и образца, подвергаемого зонной рафинировке. Скорость перемещения катода регулируется изменением числа оборотов электродвигателя.

Максимальную ширину зоны  $h_{\max}$  можно оценить по формуле Хейванга:

$$h_{\max} \approx 2,8 \sqrt{\frac{\sigma_p}{\rho_p} r}, \quad (3)$$

где  $\sigma_p$  – поверхностное натяжение расплава,  $\rho_p$  – плотность расплава,  $r$  – радиус стержня [7].

Расплавленная зона при этом удерживается силами поверхностного натяжения и может перемещаться как вверх, так и вниз по слитку. Иногда применяется так называемое магнитное подвешивание зоны. Вдоль горизонтально закрепленного образца пропускается постоянный ток; в месте плавления зоны перпендикулярно к образцу накладывается магнитное поле такой напряженности, чтобы возникающая подъемная сила в точности уравновешивала силу тяжести расплавленной зоны. Низкочастотное электромагнитное поле в сочетании с высокочастотным определенной конфигурации позволяет постоянно действовать на расплав силой  $F_n$ , не дающей ему растекаться:

$$F_n \sim H_{\parallel} I, \quad (4)$$

где  $H_{\parallel}$  – напряженность магнитного поля, индуцированного в расплаве соответственно высокочастотным полем;  $I$  – величина тока в расплаве.

В ряде случаев необходимо получать монокристаллы с одинаковой заданной ориентировкой. Это достигается применением затравки [8]. Если есть затравка с необходимой ориентацией, выращивание монокристаллов с этой же ориентировкой – довольно простая операция. Затравка строго вертикально закрепляется в нижнем зажиме установки, заготовка также строго вертикально и на одной оси с затравкой закрепляется в верхнем зажиме (рис.7). Между затравкой и заготовкой оставляется небольшой зазор (до 1мм).

Затем в месте стыка производится одновременное расплавление равных частей затравки и заготовки, и после сплавления начинается продвижение зоны в сторону заготовки. По принципу ориентации

онного соответствия растущий монокристалл приобретает кристаллографическую ориентировку затравки. После получения монокристалла затравка отрезается и может быть использована для выращивания следующих монокристаллов. Отклонение ориентировки выращенного кристалла от ориентировки затравки обычно не превышает  $2^\circ$ .

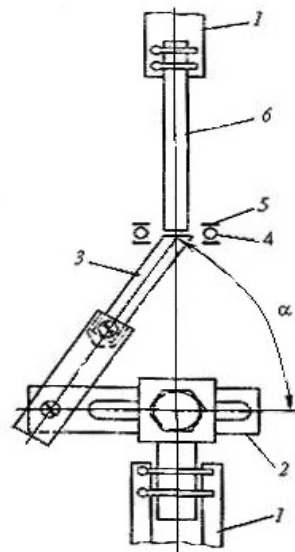


Рис.7. Держатель затравки и исходной заготовки в электронно-лучевой установке:

1 – верхний и нижний зажимы; 2 – держатель затравки; 3 – затравка; 4 – катод; 5 – фокусирующие пластины; 6 – заготовка

### 3. ПОЛУЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ

В лаборатории тугоплавких и редких металлов и сплавов ИМЕТ АН СССР, а также и в ХФТИ методом зонной электронно-лучевой плавки были получены кристаллы почти всех тугоплавких металлов – ванадия, ниобия, тантала, молибдена, вольфрама, титана, циркония, рутения, рения [1-3].

В литературе имеются сообщения о попытках применения индукционного нагрева для зонной плавки некоторых тугоплавких металлов, в частности молибдена [9]. Однако этот способ имеет ряд недостатков. Это более низкие температуры нагрева по сравнению с электронной пушкой, а также замыкание витков индуктора при испарении металла и примесей. Поэтому был предложен другой метод зонной плавки, в котором три пушки (или более), симметрично расположенные в горизонтальной плоскости вокруг переплавляемого стержня, создают узкую расплавленную зону [10,11]. Пушки закреплены стационарно, а стержень совершает одновременно поступательное движение по вертикали и вращательное вокруг своей оси. Такая система обеспечивает полную защиту очищаемого металла от загрязнения материалом катода, а также более тонкую фокусировку электронного пучка. Вакуумная система установки обычно состоит из форвакуумного и диффузионного насосов и ловушки с жидким азотом или цеолитом. Важное значение имеет контрольный прогрев стенок рабочей камеры для их дегазации. Такая система откачки обеспечивает ва-

куум до  $10^{-6}$  мм рт.ст.

Существенным недостатком применения паромасляных насосов является загрязнение очищаемого металла углеродом вследствие частичного попадания в рабочую камеру паров масел и продуктов их крекинга, что снижает эффект очистки. Применение азотной ловушки в значительной степени защищает очищаемый металл от науглероживания. Однако для наиболее радикального решения вопроса необходимо применение безмасляных систем откачки (сорбционные, электроразрядные, гетероионные насосы и т. д.). При этом установка должна быть полностью выполнена на металлических прокладках и жидкометаллических (индий) затворах. Установка электронно-лучевой зонной плавки, представленная на рис.8, имеет систему откачки, включающую цеолитовые сорбционные насосы с азотным охлаждением и гетероионный насос.

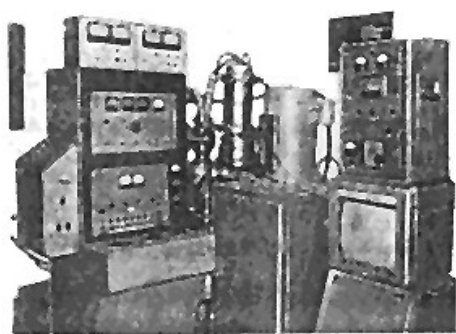


Рис.8. Общий вид установки для выращивания монокристаллов тугоплавких металлов

Как показали исследования, эффект очистки и совершенство получаемых монокристаллов существенно зависят не только от условий плавки, но и от чистоты исходной заготовки. Поэтому для получения монокристаллов тугоплавких металлов использовали металл, подвергнутый предварительной очистке (вакуумный переплав, вакуумная дистилляция и т.д.).

При вертикальной бестигельной зонной плавке отношение поверхностного натяжения к плотности расплава должно быть не менее 100:1, поскольку "плавающая" зона удерживается от растекания силами поверхностного натяжения. Максимальный диаметр получаемых этим методом монокристаллических стержней составляет, например, для молибдена 20...25 мм, а для вольфрама 15...20 мм при длине 200...300 мм (рис.9).



Рис.9. Монокристаллы вольфрама диаметром 10 мм (а) и молибдена диаметром 16 мм (б), полученные бестигельной зонной плавкой электронным пучком

Для дальнейшего увеличения диаметра получае-

мых этим методом монокристаллов необходимо разработать ряд дополнительных приемов. По-видимому, перспективным может быть удерживание расплавленной зоны с помощью магнитного поля (создание "магнитного подпора"). Заслуживает внимания метод зонной плавки "в клетке", осуществленный пока только на титане с индукционным источником нагрева. Образец, подвергаемый очистке, изготавливают с выступающими ребрами. Ребра, сильнее рассеивающие тепло, становятся твердыми, в то время как сердцевина образца расплавлена. Получается своеобразная оболочка, внутри которой удерживается расплавленная зона. В последнее время используется также способ последовательного наплавления слоев на монокристаллический стержень [12].

При получении монокристаллов тугоплавких металлов методом зонной плавки электронной бомбардировкой наряду с эффектом зонной очистки исключительно большое влияние на степень очистки оказывают так называемые вторичные процессы. К ним относятся преимущественно газоотделение и испарение примесей с высокой упругостью пара.

Примеси внедрения, особенно сильно влияющие на свойства тугоплавких металлов, удаляются путем дегазации. Многие металлические примеси, сопутствующие вольфраму, молибдену и другим тугоплавким металлам, характеризуются высокой упругостью пара, и очистка от них в значительной степени осуществляется также путем испарения. Очистка от углерода происходит в основном вследствие дегазации (выделение  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$  и  $\text{CH}_4$ ). При вертикальной бестигельной зонной плавке очистка от примесей может идти в известной степени за счет флотационного или гравитационного эффектов.

Эффективность очистки при зонной плавке может быть повышена при приложении к образцу электрического поля. В экспериментах был использован постоянный ток плотностью 500 и 1000 А/см<sup>2</sup> прямой и обратной полярности при напряженности электрического поля 0,125 и 0,250 В/см [2,3]. Эффективное влияние на степень очистки оказывает поперечное поле. По-видимому, это связано с электролизом примесей в расплаве. Увеличение интенсивности очистки в процессе зонной плавки при наложении электрического поля (которое способствует лучшему перемешиванию жидкой зоны и приближает коэффициент распределения к равновесному) наблюдалось на монокристаллах вольфрама, редкоземельных металлах и др. [2,13].

Итак, качество получаемых монокристаллов тугоплавких металлов (степень чистоты, совершенство структуры) во многом определяется чистотой исходных заготовок, особенно по примесям внедрения. Поэтому для получения монокристаллов вольфрама используются металлокерамические прутки вакуумной сварки или прутки, полученные из вакуумплавленного вольфрама, а для молибдена – прутки молибдена дуговой вакуумной плавки [2]. Начальный вакуум не хуже  $5 \cdot 10^{-5} \dots 6 \cdot 10^{-6}$  мм рт.ст. Общее количество проходов зоной плавления должно быть не менее двух.

Таблица 1

**Содержание углерода, кислорода и кремния в монокристаллах вольфрама ( $\times 10^{-4}$ )  
после зонной электронно-лучевой и плазменно-дуговой плавки**

Вольфрам	C		O		Si	
	ат. %	мас. %	ат. %	мас. %	ат. %	мас. %
Исходный вольфрам марки ВЧ	1530	100	574,5	50	90,6	15
Монокристалл после электронно-лучевой зонной плавки, два прохода, $v=4$ мм/мин	46,5	5	11,49	1	45,5	7
Монокристалл после плазменно-дуговой плавки, двойной переплав	3,06	0,2	11,49	1	22,5	3,5

В табл.1 показано содержание углерода, кислорода и кремния в монокристаллах вольфрама до и после зонной электронно-лучевой и плазменно-дуговой плавки [14].

С применением плазменной дуги в качестве источника нагрева при выращивании монокристаллов

связаны некоторые особенности очистки и формирования структуры кристаллизующегося металла. При использовании в качестве плазмообразующего газа аргона или аргона с добавлением гелия происходит эффективное удаление примесей (табл.2,3) [14].

Таблица 2

**Изменение содержания примесей в вольфраме после двойной перекристаллизации**

Примесный элемент	Содержание примесей, $10^{-4}$ ат. %		Примесный элемент	Содержание примесей, $10^{-4}$ ат. %	
	в исходном вольфраме	после двойной перекристаллизации		в исходном вольфраме	после двойной перекристаллизации
C	321	0,15	Si	25,6	19,3
O	11,4	0,115	P	155	56,6
Mo	945	817	Sn	6,18	1,55
Cr	3,18	0,318	Ni	5,0	2,5
Mg	22,3	14,9	S	54,7	54,7
Fe	107	77,8	Cu	5,76	2,89
Ti	7,64	5,74	Al	33,1	26,6
Pb	2,66	0,887	-	-	-

Таблица 3

**Изменение содержания примесей в молибдене после плазменно-дуговой плавки**

Примесный элемент	Исходный молибден технической чистоты марки МЧ		Монокристалл молибдена после плазменно-дуговой плавки	
	ат. %	мас. %	ат. %	мас. %
C	109,2	14	7,46	1
O	64,9	11	29,5	5
Si	71,8	27	68	20
W	215	430	200	400
Fe	680	400	340	200
Cu	375	250	22,5	15
Al	45,9	15	30,6	10

После окончания выращивания монокристалла вольфрама или молибдена проводится его охлаждение в вакууме. При этом в монокристаллах возникают внутренние напряжения, для уменьшения которых необходимо переплавлять ("срезать") верхний

конец прутка при последнем проходе или применять подогрев током для уменьшения скорости охлаждения.

В заключение автор хотел бы отметить особую благодарность Г.П. Ковтуну за научное сопровождение.

ние работы.

### ВЫВОДЫ

Рассмотрены несколько способов получения монокристаллов тугоплавких металлов методом зонной плавки.

Установлено, что метод зонной перекристаллизации с применением электронно-лучевого и плазменно-дугового нагрева, позволяет получить монокристаллы тугоплавких металлов высокой чистоты.

На примере монокристаллов W и Mo показано, что эффективность очистки наблюдается уже в результате двух проходов зоны.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Г.Г. Девярых, Ю.С. Бурханов, Г.С. Бурханов // *Высокочистые вещества*. 1992, №3, с.10-17.
2. Е.М. Савицкий, Г.С. Бурханов. *Металловедение тугоплавких металлов и сплавов*. М.: «Наука», 1967, с.46-53.
3. Г.Ф. Тихинский, Г.П. Ковтун, В.М. Ажажа. *Получение сверхчистых редких металлов*. М.: «Металлургия», 1986, с. 160.
4. Е.М. Савицкий, В.П. Полякова, Н.Б. Горина. *Структура и свойства монокристаллов тугоплавких металлов*. М.: «Наука», 1973, с. 222-229.
5. В. Пфанн. *Зонная плавка*. М.: «Мир», 1970, с. 368.
6. В.М. Ажажа, Н.А. Азаренков, В.Е. Семенов // *Международная конференция. Современное материаловедение: достижения и проблемы*. Киев, MMS, 2005, с. 15-17.
7. Р. Хейванг. *Теория и практика выращивания кристаллов*. М.: «Мир», 1968, с. 453.
8. Е.М. Савицкий, Г.С. Бурханов, Г.Л. Царев, Н.Н. Бокарева. *Приборы и техника эксперимента*. М.: «Мир», 1965, с. 4, 248.
9. D.P. Schdaler. *The art and science of growing crystals*. N.Y – London, 1963, p. 343.
10. Дж.Ф. Барбер, Р. Бэкин. *Введение в технологию электронно-лучевых процессов*. М.: «Металлургия», 1965, с. 111.
11. Г.П. Ковтун, А.А. Круглых, В.С. Павлов. *Прибор для зонной очистки тугоплавких металлов // ПТЭ*. 1966, №1, с. 211-212.
12. Г.Н. Гришков, Г.А. Клейн, С.М. Михайлов, В.П. Соколова. *Монокристаллы тугоплавких и редких металлов*. М.: «Наука», 1971, с. 63.
13. O.N. Carlson, F.A. Schmidt, D.T. Peterson // *J. Less-Common Metals*. 1965, v. 10, №1, p. 9.
14. Г.Г. Девярых, Г.С. Бурханов. *Высокочистые тугоплавкие и редкие металлы*. М.: «Наука», 1993, с. 140-147.

## ЗАСТОСУВАННЯ ЗОННОЇ ПЕРЕКРИСТАЛІЗАЦІЇ ДЛЯ ОТРИМАННЯ ВИСОКОЧИСТИХ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛІВ

*Д.О. Солоніхін*

Розглянуто найбільш ефективний метод отримання високочистих металів – метод зонної перекристалізації. Також розглянуто основні закономірності цього метода. На прикладі вольфрам та молібдену показано, що з застосуванням електронно-променевої та плазмово-дугової плавки вже в результаті двох проходів зони здобується значна чистота металу.

## APPLICATION OF ZONE RECRYSTALLIZATION IN ORDER TO RECEIVE OF THE HIGH PURITY REFRACTORY METALS

*D.O. Solopikhin*

The most effective method in order to receive of the high purity refractory metals (a method zone recrystallization) is considered. Also regularities of this method are considered. By the example of tungsten and molybdenum it is shown, that with application of electron beam and plasma-arc fusions high purity of refractory metal is achieved already as a result of two passes of a zone.