



УДК 669.187.58.001.5

ЗАТРАВОЧНЫЕ КРИСТАЛЛЫ ДЛЯ ПЛАЗМЕННО-ИНДУКЦИОННОГО ВЫРАЩИВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА

В. А. Шаповалов

Описана роль затравочного кристалла в процессе выращивания монокристаллов. Показано, что традиционный способ расположения затравочного кристалла при плавке позволяет вырастить монокристалл только одной ориентации. Количество ориентаций монокристаллов, выращиваемых на одном затравочном кристалле, может быть увеличено, если цилиндрический затравочный кристалл расположить горизонтально. При этом рост монокристалла будет осуществляться не с торцевой, а с боковой поверхности затравочного кристалла. Более значительные перспективы открывает применение составного затравочного кристалла, образованного путем механического соединения в единое целое отдельных, идеально ориентированных небольших затравочных кристалликов. Использование составных затравочных кристаллов позволяет вырастить крупные монокристаллы с более совершенной структурой, моногранные замкнутые поверхности, бикристаллы и др.

The role of a priming crystal in the process of single-crystal growing is described. It is shown that the traditional method of arrangement of a priming crystal during melting makes it possible to grow a single-crystal only of one orientation. The number of orientations of single-crystals grown on one priming crystal can be increased if to locate a cylindrical priming crystal horizontally. Here, the growth of the single-crystal will be realized not from the edge surface, but from the lateral surface of the priming crystal. The use of a combined priming crystal formed by a mechanical joining of perfectly oriented small priming crystals into a single whole is challenging. The use of the combined priming crystals will allow growing of large single-crystals with more perfect structure, single-face closed surfaces, bicrystals.

Ключевые слова: плазменно-индукционное выращивание монокристаллов; вольфрам; молибден; затравочный кристалл

В настоящее время в технологии получения металлических монокристаллов наметились и активно разрабатываются два основных направления [1–6]: жидкофазное и твердофазное, в основу которого положен метод вторичной рекристаллизации. Для получения кристаллов по твердофазной технологии затравочный кристалл не применяется. Суть метода заключается в том, что в металлическом поликристалле предварительно создают необходимое

напряжение и в таком состоянии помещают в специальную печь, где под воздействием заданного температурного поля происходит его перекристаллизация. В результате поглощения одними зернами других образуется крупное зерно или монокристалл.

Для выращивания монокристаллов вольфрама и молибдена применяют высококонцентрированные источники нагрева: электронный луч, плазму, а иногда и комбинацию нескольких независимых источников нагрева, например, плазму и электромагнитное поле. Во всех способах, основанных на применении указанных источников нагрева, необходим затравочный кристалл. Иногда при электронно-лучевом способе выращивания затравочный кристалл может не использоваться. В случае многократной зонной очистки металла в результате направленной перекристаллизации может образовываться монокристалл. Монокристаллы, получаемые таким образом, имеют ограниченный набор ориентировок кристаллической структуры.

В случае однократной зонной очистки для получения монокристалла необходим затравочный кристалл. Особенно это характерно для способов выращивания, основанных на использо-

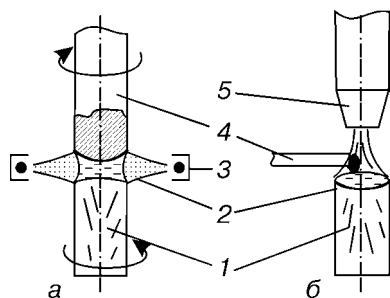


Рис. 1. Схемы электронно-лучевой (а) и плазменно-дуговой (б) зонных плавок: 1 – монокристалл; 2 – металлическая ванна; 3 – кольцевая электронно-лучевая пушка; 4 – поликристалл (расходуемый стержень); 5 – плазменно-дуговой нагреватель

© В. А. ШАПОВАЛОВ, 2001

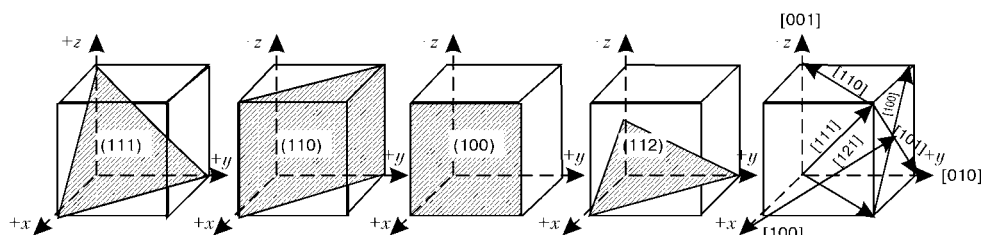


Рис. 2. Кристаллографические плоскости и направления в кубической решетке

вании плазменных источников нагрева. Теоретически возможно разработать с применением плазменного нагрева способ выращивания металлических монокристаллов, который позволит осуществить многоразовую перекристаллизацию и получить монокристалл, но на практике до сих пор такая технология не применялась.

Обычно затравочный кристалл представляет собой небольшой цилиндр из того металла или сплава, из которого предполагается вырастить монокристалл. Ось цилиндра, как правило, совпадает с осью роста кристалла [1, 2, 5]. Схемы процесса получения монокристалла с использованием электронно-лучевого и плазменного источников нагрева приведены на рис. 1, а, б. Затравочный кристалл, вырезанный с определенной ориентацией, в таких процессах может обеспечить рост нового кристалла только с такой заданной ориентацией. Возможности, которые предоставляют указанные способы, можно расширить, если изменить подход к формированию и пространственному расположению затравочного кристалла. Если цилиндрический затравочный кристалл расположить горизонтально, то открывается возможность вырастить ориентированный монокристалл с осью роста, входящей в набор кристаллографических ориентаций, которые может обеспечить боковая поверхность затравочного кристалла. Для объяснения предлагаемого подхода обратимся к рис. 2, на котором показаны кристаллографические плоскости и направления в кубической решетке. Куб является элементарной ячейкой в материалах с ОЦК- и ГЦК-решеткой. Если в затравочном кристалле, имеющем форму цилиндра, ось которого каким-либо образом ориентирована в кубе, провести плоскость, перпендикулярную оси, то в этой плоскости будет содержаться большое количество возможных направлений роста монокристалла.

Более полное представление о направлениях роста монокристаллов с боковой поверхности затравочного кристалла дает упрощенное изображение полусферической фигуры (рис. 3). На каждой из полусферических фигур ось цилиндра и полюс совпадают. Возможных направлений роста может быть чрезвычайно много. На рисунке приведены наиболее характерные или наиболее просто воспринимаемые направления.

Внешний вид монокристаллов (стержни и пластины), выращенных на затравочном кристалле цилиндрической формы, ось которого была

расположена перпендикулярно оси роста, представлена на рис. 4.

Монокристалл является дорогим продуктом, который имеет специфические области применения, поэтому его характеристики должны отвечать определенным требованиям и, в первую очередь, касающимся степени совершенства структуры. Как указывалось выше, все жидкофазные способы выращивания монокристаллов, использующие затравочный кристалл, основываются на том, что структура последнего будет наследоваться монокристаллом в процессе его роста. Но затравочный кристалл неоднороден в любом из сечений. Центральные области более однородны, чем периферийные.

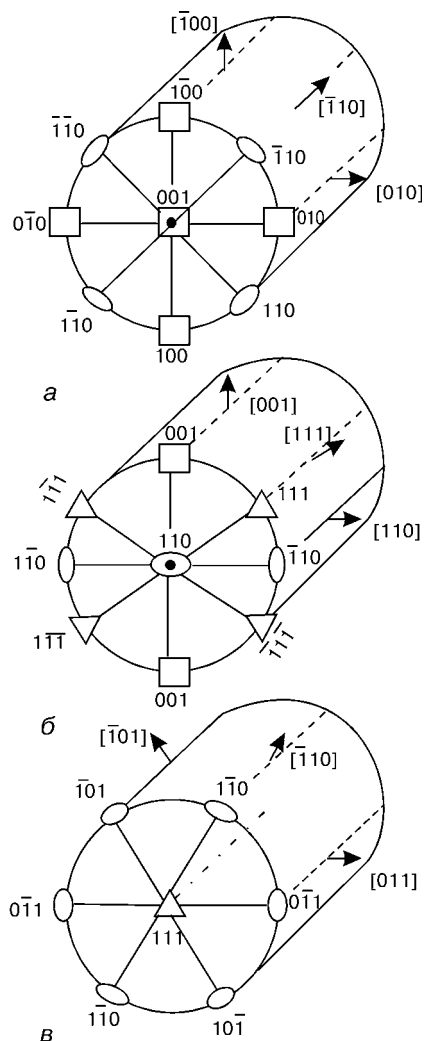


Рис. 3. Кристаллографические направления на цилиндрической затравке для различных кристаллических структур: а – полюс [001]; б – полюс [110]; в – полюс [111]

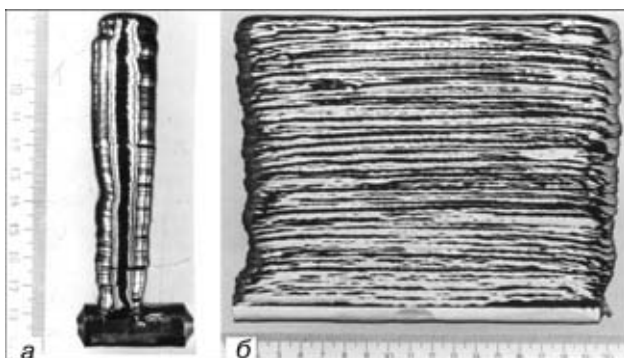


Рис. 4. Монокристаллический стержень (а) и пластина (б), выращенные на боковой поверхности цилиндрической затравки

Структура периферийных областей имеет большее количество дефектов, которые наследуются растущим монокристаллом. Структура переходной зоны монокристалла описана в работе [7]. Она может быть более совершенна, если часть затравочного кристалла удалить, подготовив плоскость для наращивания монокристалла.

Удалением дефектного слоя затравочного кристалла частично решается вопрос структурного совершенства монокристалла. Более плодотворной может быть идея составного затравочного кристалла, которая была высказана проф. А. К. Какабадзе. Она основывается на том, что металлические монокристаллы имеют субблочную структуру. Кристаллографические ориентации структуры субблоков не всегда идеально совпадают с осью роста кристалла. Поэтому, как принято в теории, металлическое тело можно считать монокристаллическим, если разориентация субблоков не превышает 5 град. (некоторые исследователи допускают 11 град.). Развивая эту идею, можно получить более совершенный монокристалл, если затравочный кристалл сделать составным. Для этого из кристалла, который предполагается использовать в качестве затравочного, вырезают отдельные кристаллики-субблоки. Далее их ориентируют, используя рентгеновские методы, и тщательно обрабатывают поверхности, сохраняя их ориентацию по отношению к выбранной оси кристалла одинаковой. Подготовка кристалликов включает различные виды обработки: электроискровую резку, шлифовку и электрохимическое травление. Грани кристалликов обычно параллельны оси ориентации. В случае выращивания монокристалла в виде стержня из них составляют затравочный кристалл, на котором наводят одну металлическую ванну, частично подплавляя кристаллики. Таким образом можно составить как угодно большой затравочный кристалл, который позволит вырастить монокристалл с совершенной структурой.

Выращиваемые кристаллы могут быть не только в виде стержней или пластин. Они могут иметь форму трубы. В этом случае из кристалликов составляют геометрическую фигуру, напоминающую в плане кольцо. Более интересной представляется

возможность выращивания трубы с моногранной боковой поверхностью. В ряде случаев это необходимо для решения каких-либо специфических задач. Для этого кристаллики изготавливают не в виде тел плоской формы с гранями, параллельными выбранной оси, а в виде клиньев, у которых верхняя и нижняя плоскости параллельны, а боковые грани сориентированы под некоторым углом. Угол между этими гранями не должен быть более 5 град. Чем меньше этот угол, тем большее количество кристалликов необходимо для составного затравочного кристалла. Протяженность кристаллика вдоль средней линии выращиваемой трубы зависит от ее диаметра. С уменьшением диаметра этот параметр также уменьшается.

Составной затравочный кристалл оказывается незаменимым при выращивании кристаллов, имеющих особые свойства, например, бикристаллов.

Таким образом, показано, что количество металлографических направлений роста монокристалла можно расширить, изменяя пространственное положение затравочного кристалла, имеющего форму цилиндра. Предложено проводить специальную подготовку затравочного кристалла, заключающуюся в частичном его удалении со стороны предполагаемого наращивания, для существенного повышения структурного совершенства переходной зоны.

Предложено использовать составной затравочный кристалл, что позволяет повысить качество выращиваемых монокристаллов обычной формы, а также вырастить монокристаллы с особыми характеристиками, например в виде трубы с моногранной боковой поверхностью.

1. *Плазменное* выращивание тугоплавких монокристаллов / Г. С. Бурханов, В. М. Шишин, В. А. Кузьмищев и др. — М.: Металлургия, 1981. — 200 с.
2. *Применение* плазменного процесса для выращивания монокристаллов тугоплавких металлов / Е. М. Савицкий, Г. С. Бурханов, Н. Н. Раскатов, В. А. Кузьмищев // Металлические монокристаллы. — М.: Наука, 1976. — С. 5–10.
3. *Получение* крупных профилированных монокристаллов тугоплавких металлов. / В. А. Шаповалов, Ю. В. Латаш, А. А. Коваленко и др. // Высококачественные вещества. — 1995. — № 17. — С. 47–51.
4. *Исследование* процесса выращивания плоских монокристаллов вольфрама и молибдена / В. А. Шаповалов, А. А. Коваленко, Ю. В. Латаш и др. // Пробл. спец. электрометаллургии. — 1993. — № 1. — С. 79–82.
5. *Монокристаллы* молибдена и вольфрама / И. С. Бродский, В. А. Крахмалев, Е. Е. Петушков и др. // Ташкент: Фан УзССР, 1973. — 148 с.
6. *Ориентированные* монокристаллы вольфрама: получение, исследование и применение / В. А. Шаповалов, Ю. В. Латаш, С. Т. Боримская, В. В. Жолудь // Металлы. — 2001. — № 1. — С. 60–64.
7. *Исследование* структуры монокристаллов вольфрама и молибдена плоской формы / А. А. Коваленко, Ю. В. Латаш, В. А. Шаповалов и др. // Пробл. спец. электрометаллургии. — 1994. — № 1. — С. 65–70.

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

Поступила 31.05.2001