

УДК 669.187.826

## ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПЛАЗМЕННО-ИНДУКЦИОННОГО ВЫРАЩИВАНИЯ КРУПНЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВОЛЬФРАМА

## В. А. Шаповалов, В. В. Якуша, А. Н. Гниздыло, Ю. А. Никитенко

Рассмотрено влияние технологических параметров на условия формирования монокристаллов. Предложено использование крупных профилированных монокристаллов вольфрама в качестве исходных заготовок для широкоформатного проката. Показано преимущество технологической цепочки получения листового проката из монокристаллов вольфрама перед традиционной.

The effect of technological parameters on conditions of formation of single crystals is considered. The use of large profiled tungsten single crystals as initial billets for wide-plate rolled metal is offered The advantage of technological operation of producing plate rolled metal of tungsten single crystals as compared with traditional operation is shown.

**Ключевые слова:** вольфрам; монокристалл; плазменно-индукционная зонная плавка; широкоформатный прокат

Монокристаллы тугоплавких металлов, особенно вольфрам и молибден, находят широкое применение в приборах электронной и других областей техники (электровакуумных, газоразрядных приборах, термометрах сопротивления и пр.) [1]. Иногда это детали из монокристаллов, непосредственно выращенных из расплава, но зачастую — продукты их пластической деформации.

Наибольший прогресс в области пластической деформации тугоплавких металлов и производстве фасонных изделий из них достигнут в ламповой промышленности при производстве вакуумных газоразрядных изделий. Весомую долю изделий из вольфрама при этом составляют всевозможные элементы из фольг и лент.

Фольги и ленты — продукты широкоформатного проката тугоплавких металлов. Традиционно в промышленности под деформацию используют либо заготовки вольфрама, полученного способом либо порошковым, либо плавления в вакууме. Для операций широкоформатного плоского проката производят сутунки размером  $20 \times (60...70) \times (100...120)$  мм [2].

Порошковый способ получения исходных заготовок (сутунок) — очень энергоемкий процесс, состоящий из стадий прессования порошка вольфрама, предварительного спекания, сварки и ковки. На

каждой стадии происходит изменение удельного веса заготовок вольфрама (рис. 1) [3]. Как правило, после операции ковки заготовки по удельному весу уже пригодны для последующей прокатки.

Многостадийностью процесса характеризуется и способ получения исходных сутунок из слитков электронно-лучевой плавки. Согласно этой схеме, сначала получают цилиндрические слитки воль-

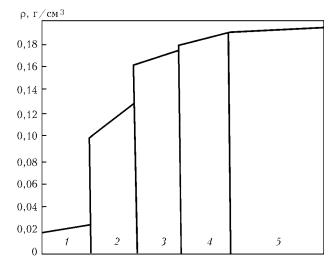


Рис. 1. Изменение плотности  $\rho$  вольфрама в процессе обработки [3]: t — порошок; 2 — предварительное спекание; 3 — сварка; 4 — ковка; 5 — волочение

© В. А. ШАПОВАЛОВ, В. В. ЯКУША, А. Н. ГНИЗДЫЛО, Ю. А. НИКИТЕНКО, 2012



фрама диаметром 70... 80 мм, которые в дальнейшем подвергают прессованию в прямоугольные заготовки шириной 50... 60 мм и толщиной 20... 25 мм [4]. В последующем прокатку поковок ведут на двухвалковых или более мощных станах. При этом на первой стадии выполняют горячую прокатку при температуре 1400... 1000 °C, затем холодную прокатку с промежуточными отжигами заготовок при значениях температуры 900... 950 °C.

Сократить стадийность процесса получения широкоформатного проката и тем самым повысить эффективность производственного цикла можно, используя исходную литую плавленую заготовку, максимально приближенную по геометрии к требуемой. В этой связи рациональным технологическим решением при получении полуфабрикатов из вольфрама с улучшенными физико-химическими свойствами может стать применение в качестве исходных заготовок под прокатку крупных профилированных монокристаллических слитков вольфрама, выращиваемых по способу плазменно-индукционной зонной плавки [5]. Они являются идеальной заготовкой под широкоформатный прокат, характеризуются плотностью металла, приближенной к теоретической, а также геометрической формой, не требующей механической обработки.

Высокая технологическая пластичность вольфрама в монокристаллическом состоянии, в сравнении с поликристаллическим, позволяет гарантированно получать качественные полуфабрикаты и конечные продукты.

Исследования, выполненные на образцах монокристаллов вольфрама и молибдена, показывают, что они выдерживают без разрушения большие степени деформации в широком температурном ди-

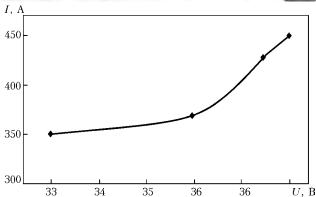


Рис. 2. Вольт-амперная характеристика плазменной дуги

апазоне, по сравнению с поликристаллическими образцами технической и даже высокой чистоты [6].

Монокристаллы при термоциклировании проявляют более высокую стабильность структуры и испытывают меньшее необратимое формоизменение, чем соответствующие поликристаллы [7]. Стойкость геометрических форм монокристаллических деталей связана с более совершенной структурой и высокой чистотой.

В соответствии с разработанной схемой процесса плазменно-индукционного выращивания тугоплавких монокристаллов [5] при помощи дуговой плазмы, генерируемой плазмотроном постоянного тока, производится расплавление мерных расходуемых прутков и наведение локальной металлической ванны. Индукционный источник нагрева способствует более равномерному распределению температур в верхней области монокристалла, уменьшению градиента температур на границе жидкой и твердой фаз, а также удержанию жидкого металла на торце монокристалла. Применение комбинированного

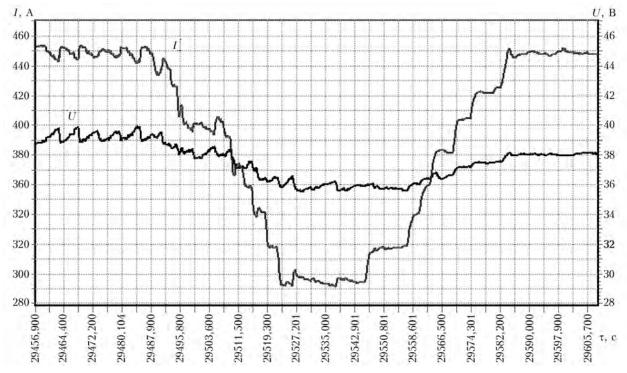


Рис. 3. Временное изменение тока и напряжения на дуге в краевой зоне монокристалла

27



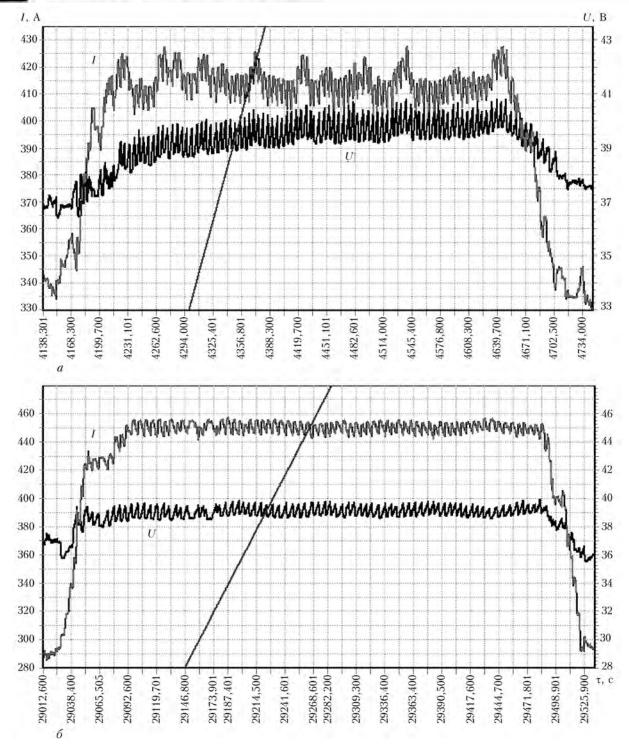


Рис. 4. Характер изменения тока и напряжения на дуге при разной высоте монокристалла, мм:  $a=25;\, \delta=90$ 

(плазменно-дугового и индукционного) источника нагрева существенно расширяет технологические возможности данного процесса, однако в то же время требует более глубоких знаний о взаимосвязи технологических параметров процесса и их влиянии на качество получаемых монокристаллов.

Цель данной работы заключается в определении влияния основных технологических параметров процесса на формирование и свойства монокристаллов как исходных заготовок для широкоформатного проката. Экспериментальные исследования прове-

дены на установке УП-122М Института электросварки им. Е. О. Патона при выращивании ориентированных плоских монокристаллов вольфрама размерами 20×175×150 мм. Анализ изменений параметров процесса выполнен на основе мониторинговой базы данных аналогово-цифровой системы записи параметров процесса выращивания монокристаллов в реальном масштабе времени [8].

На основании экспериментальных данных определена вольт-амперная характеристика плазменной дуги при переплаве прутков технически чистого

СЭМ

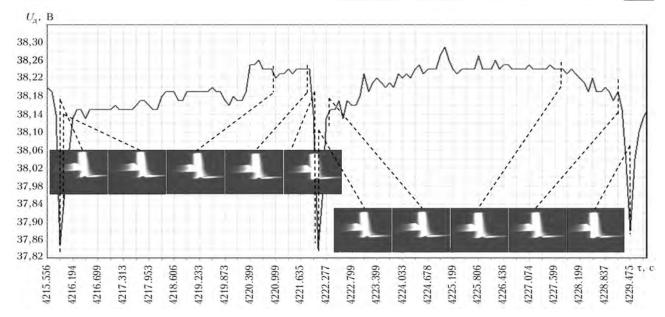


Рис. 5. Осциллограмма напряжения на дуге с последовательными этапами процесса плавления прутка

вольфрама с использованием плазмообразующей смеси газов, состоящей из 30 % аргона и 70 % гелия (рис. 2). Данные вольт-амперной характеристики плазменной дуги позволили более точно установить изменение вкладываемой плазмотроном тепловой мощности в краевых зонах монокристалла.

В работе [5] установлено, что для обеспечения постоянства геометрии выращиваемых монокристаллов в краевых зонах слитка из-за изменения тепловых условий формирования необходимо снижать мощность плазменной дуги при вхождении в них (рис. 3). На основании данных прямых измерений определено, что в краевой зоне снижение мощности плазмотрона составляет в среднем от 35 до 42 % мощности в средней части слитка. Выявлено, что для формирования краевых зон монокристалла без грубых наплывов и проливов металлической ванны следует снижать мощность дуги при достижении передним фронтом локальной ванны жидкого металла расстояния от края слитка, равного его радиусу.

В работе [9] на основании результатов математического моделирования теплового состояния монокристаллов определено, что при достижении кристаллом высоты, равной более чем трем его толщинам (так называемый характерный размер), наступает квазистационарное тепловое состояние в монокристаллическом слитке. Исследования, выполненные в данной работе, показывают, что при этом происходит и стабилизация капельного переноса (рис. 4). В частности, при высоте монокристалла 25 мм капельный перенос характеризуется амплитудой колебаний тока и напряжения соответственно 15 А и 1,5 В. При достижении монокристаллом высоты 90 мм капельный перенос является устойчивым и характеризуется амплитудой колебаний тока и напряжения дуги 10 А и 0,6... 1,0 В. При холостых проходах плазмотрона (без переплава прутков) колебания напряжения на дуге составляют 0,1 В.

Путем совмещения данных цифровой съемки процесса плавления и временных зависимостей изменения тока и напряжения плазменной дуги можно установить стадии плавления присадочного пруткового материала (рис. 5).

Качество боковой поверхности монокристаллов зависит от стабильности поддержания заданных технологических параметров процесса. Отклонение того или иного параметра (например, тока дуги) от заданного значения сказывается на качестве формирования как структуры, так и боковой поверхности монокристалла. Наиболее гибким параметром процесса плазменно-индукционного выращивания плоских монокристаллов вольфрама, показывающим отклонение от квазистационарности процесса, может быть частота капельного переноса. Любое изменение в рассматриваемой системе, т. е. изменение тока дуги, процентного соотношения газов в плазмообразующей смеси, пространственного положения переплавляемого прутка относительно плазменной дуги и наплавляемой поверхности вли-

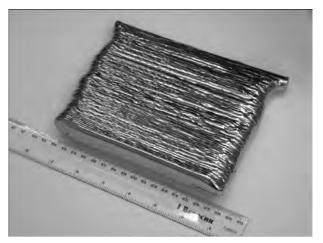


Рис. 6. Профилированный монокристалл вольфрама плазменно-индукционной зонной плавки

29

## ПЛАЗМЕННО-ДУГОВАЯ ТЕХНОЛОГИЯ



яет на частоту капельного переноса. При нарушении соосности положения прутка относительно оси плазменной дуги уменьшается частота капельного переноса. Визуально происходит отклонение в геометрии монокристалла. На его боковой поверхности формируются либо наплывы, либо утяжины.

В ходе исследований и отработки технологических режимов был выращен монокристалл вольфрама (рис. 6). Поверхность слитков формировалась под действием сил поверхностного натяжения, давления дуги на ванну и сил левитации, возникающих в результате взаимодействия токов, индуцированных в монокристалле и в индукторе.

На боковой поверхности слитков видны искажения в виде наплывов и бороздок, расположенных параллельно наплавляемым на затравочный кристалл слоям. Их количество соответствует количеству наплавленных слоев. Вид поверхности несет информацию о характерных геометрических размерах расходного материала (диаметре прутка), размере капель, подпитывающих ванну расплава, высоте наплавленного слоя и степени перегрева металлической ванны.

Глубина впадин по отношению к выступам составляет 0,8...1,0 мм. В случае возникновения отклонений параметров процесса от заданных значений на боковой поверхности могут образовываться либо более глубокие впадины между соседними слоями, либо наплывы верхних слоев на нижние. Причиной отклонения формы монокристалла от заданной служат нарушения в технологическом процессе, прежде всего связанные с нестабильностью работы плазмотрона.

В зависимости от глубины впадин и высоты образовавшихся наплывов кристалл может быть ис-

пользован без дополнительной механической обработки или (при необходимости) подвергаться дополнительной механической обработке перед основными операциями по изготовлению изделия или полуфабриката. При глубине впадин менее 1 мм монокристалл не подвергается механической обработке перед прокаткой. Таким образом, мы получаем заготовку (сутунку) вольфрама, наиболее подходящую для широкоформатного проката.

- 1. *Неорганическое* материаловедение: Энциклопедическое издание. В 2 т. / Под. ред. Г. Г. Гнесина, В. В. Скорохода. Киев, 2008. С. 712–726.
- 2. *Обработка* давлением тугоплавких металлов и сплавов / Н. И. Корнеев, С. Б. Певзнер, Е. И. Разуваев, В. Б. Емельянов. — М.: Металлургия, 1975. — 440 с.
- 3. Металлы и сплавы для электровакуумных приборов / А. С. Гладков, В. М. Амосов, Ч. В. Копецкий, А. М. Левин. М.: Энергия, 1969. 600 с.
- 4. *Зеликман А. Н.*, *Никитина Л. С.* Вольфрам. М.: Металлургия, 1978. 273 с.
- Исследование процесса выращивания плоских монокристаллов вольфрама и молибдена / В. А. Шаповалов, А. А. Коваленко, Ю. В. Латаш и др. // Пробл. спец. металлургии. Киев, 1993. № 1. С. 79–82.
- 6. *Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Кузмищев В. А.* О характере деформации и разрушения моно- и бикристаллов вольфрама // Металлические монокристаллы: получение, исследование, свойства / Под ред. Е. М. Савицкого. М.: Наука, 1967. С. 194–204.
- Савицкий Е. М., Бурханов Г. С. Монокристаллы тугоплавких и редких металлов. — М.: Наука, 1972. — 257 с.
- 8. *Микропроцессорный* пульт оператора-технолога АСУ ТП выращивания монокристаллов / Ф. Н. Киселевский, В. А. Шаповалов, В. В. Долиненко и др. // Современ. электрометаллургия. 2003. № 1. С. 25–27.
- Шаповалов В. А., Якуша В. В., Гниздыло А. Н. Тепловое поле монокристалла при комбинированном нагреве // Там же. — 2003. — № 1. — С. 22–24.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев Поступила 03.07.2012

## Ukrudprom.ua

ПАО «Евраз-Днепропетровский металлургический завод им. Петровского» в январе-июле 2012 г. нарастило производство готового проката, по оперативным данным, на 4,1~% по сравнению с аналогичным периодом 2011 года — до 458~тыс. т, передает «Интерфакс-Украина».

Как сообщил представитель предприятия, за этот период завод увеличил выплавку стали на 4,1% (до 530 тыс. т), но снизил чугуна — на 4,5% (до 504 тыс. т).

В июле метзавод произвел 74 тыс. т готового проката, 85 тыс. т стали и 82 тыс. т чугуна. Завод специализируется на выпуске стали, чугуна, проката и изделий из них.

Предприятие входит в группу **Evraz**.

30 \_\_\_\_\_\_СЭМ