

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона

ГНІЗДИЛО
Олександр Миколайович

УДК 669.24/.29+548.55

ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ПРОЦЕСУ ПЛАЗМОВО-ІНДУКЦІЙНОГО
ВИРОЩУВАННЯ КРУПНИХ ПРОФІЛЬОВАНИХ МОНОКРИСТАЛІВ
ВОЛЬФРАМУ

Спеціальність 05.16.02 – «Металургія чорних
і кольорових металів та спеціальних сплавів»

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Київ - 2021

Дисертація є рукопис.

Робота виконана в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України

Науковий керівник: чл.-кор. НАН України, доктор технічних наук, професор
Шаповалов Віктор Олександрович
Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України,
м. Київ, завідувач відділу плазмово-шлакової металургії

Офіційні опоненти: чл.-кор. НАН України, доктор технічних наук, професор
Коваль Юрій Миколайович
Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України,
завідувач відділу фазових перетворень

кандидат технічних наук, старший науковий співробітник,
Горюк Максим Степанович
Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН
України, заст. завідувача відділу магнітної гідродинаміки

Захист відбудеться «28» квітня 2021 р. о 13⁰⁰ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.182.02 при Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України за адресою: 03680, Київ-150, вул. Казимира Малевича, 11.

З дисертацією можна ознайомитися в бібліотеці Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України за адресою: 03680, Київ-150, вул. Казимира Малевича, 11.

Автореферат розіслано «24» березня 2021 р.

Учений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 26.182.02
кандидат технічних наук,
старший науковий співробітник

С.Г. Григоренко

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Монокристали тугоплавких металів знайшли застосування в багатьох високотехнологічних галузях, таких як військова, космічна, хімічна, електронна та інші. Останнім часом відзначається підвищений інтерес до монокристалів тугоплавких металів, як до перспективних матеріалів для використання в новітніх технологіях у якості конструкційного і функціонального призначення. Така ситуація стимулює розвиток технологій їх вирощування.

До найбільш перспективного метода отримання великогабаритних монокристалів тугоплавких металів відносять плазмово-індукційну зонну плавку (ПЗП), яка була розроблена в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України. Основні положення теорії та практики щодо даного методу були висвітлені в роботах Латаша Ю.В., Григоренка Г.М., Помаріна Ю.М., Шейка І.В., Шаповалова В.О. Завдяки цим напрацюванням удалося досягти значних успіхів у розробці даного методу і отримати найбільші монокристали вольфраму і молібдену в світі у вигляді великогабаритних пластин-заготовок для широкоформатного монокристалічного прокату.

До недавнього часу великі монокристали вироблялися в основному для науково-дослідних робіт і незначна частина для практичного застосування. Головна перешкода до більш широкого використання монокристалів - висока собівартість. Цю проблему можливо вирішити за рахунок інтенсифікації технології вирощування монокристалів вольфраму, що має першорядне значення.

Одним із основних елементів інтенсифікації є підвищення швидкості нарощування монокристала. При цьому найважливішою проблемою залишається досконалість структури кристалів, яка забезпечується відповідними тепловими умовами процесу і, особливо, визначеним градієнтом температур у монокристалі на межі рідкої та твердої фаз. Іншим елементом, що впливає на собівартість монокристалів, є зменшення собівартості плазмовоутворюючих газів. Це питання може бути вирішене шляхом заміни гелію іншими газами, наприклад воднем. Розв'язання вищезазначених проблем дозволить розширити діапазон застосування великих профільованих монокристалів вольфраму і забезпечити прогрес у відповідних областях.

Тому робота, що спрямована на інтенсифікацію технології вирощування крупних профільованих монокристалів тугоплавких металів із застосуванням плазмово-індукційної зонної плавки, є актуальною і має важливе науково-практичне значення.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота виконувалася в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України відповідно до планів науково-дослідних робіт у рамках таких тем: 20/11-П «Новий механізм видалення вуглецю з рідкого металу при вирощуванні надвеликих монокристалів тугоплавких металів» (№ держреєстрації 0105U001559, 2005 рр.); 1.6.3.20.1 (20/1) «Дослідити фізико-хімічні особливості рафінування металургійного кремнію, отриманого з вітчизняної мінеральної сировини, та розробити технологічні засади його очищення до вимог регламенту на матеріали

сонячної енергетики». Розділ II «Дослідити вплив технологічних параметрів плазмово-дугового джерела енергії на геометрію металеві ванни при вирощуванні надвеликих монокристалів з тугоплавких металів» (№ держреєстрації 0110U002744, 2010-2012 рр.); 1.6.3.20.33 «Розробити технологічні основи формоутворення великих монокристалів вольфраму у вигляді тіл обертання в умовах плазмово-індукційного нагріву» (№ держреєстрації 0112U000630, 2012-2016 рр.); 1.6.1.1.20.31(20/31) «Розробка наукових та технологічних засад структуроутворення супервеликих монокристалів вольфраму у вигляді тіл обертання з пошаровим формоутворенням в умовах плазмово-індукційного нагріву» (№ держреєстрації 0117U001185, 2017-2021 рр.); 1.6.1.1.20.7 (20/7) «Дослідження процесів плавлення та кристалізації металу при плазмово-дуговій та електрошлаковій виплавці злитків із відходів тугоплавких, високореакційних і жароміцних металів та сплавів і плазмово-індукційному вирощуванні крупних профільованих монокристалів вольфраму та молібдену» (№ держреєстрації 0118U100514, 2019-2021 рр.).

Мета і задачі дослідження. Метою даної роботи є встановлення впливу основних технологічних параметрів плазмово-індукційної зонної плавки на характеристики теплового поля, а також на структуро- і формоутворення монокристалів вольфраму при інтенсифікації процесу та розроблення дослідно-промислової технології з високими показниками продуктивності та економічної ефективності.

Відповідно до зазначеної мети необхідно було вирішити наступні задачі:

- дослідити вплив технологічних режимів на динамічні характеристики теплового поля, що забезпечують інтенсифікацію процесу плазмово-індукційного вирощування монокристалів вольфраму;

- провести дослідження характеристик теплового поля монокристалів вольфраму за допомогою математичних методів із урахуванням даних натурних експериментів;

- дослідити вплив потужності індукційного джерела нагріву на характеристики теплового поля монокристала при інтенсифікації процесу;

- отримати дослідні зразки монокристалів вольфраму та дослідити вплив ступеня інтенсифікації процесу вирощування на характеристики будови монокристалічної структури;

- визначити реальні й прогнозовані технологічні параметри які забезпечують високі показники продуктивності та економічної ефективності виробництва монокристалів.

Об'єкт дослідження. Технологічний процес вирощування крупних плоских монокристалів вольфраму методом плазмово-індукційної плавки.

Предмет дослідження. Технологічні режими, теплофізичні закономірності при плазмово-індукційному вирощуванні крупних плоских монокристалів вольфраму, а також структурні особливості та якість монокристалів.

Методи дослідження. Для вирішення поставлених задач і отримання основних результатів дисертаційної роботи були використані експериментальні та чисельні методи дослідження.

Теплофізичні процеси при плазмово-індукційному вирощуванні монокристалів вивчали за допомогою проведення натурних експериментів при контактних та безконтактних способах вимірювання температури. Теоретичні дослідження характеристик теплового поля виконувалися за допомогою чисельних методів з залученням теорії індукційного нагріву та теорії теплопровідності на базі яких була розроблена математична модель ПЗП та проведена її верифікація за результатами реальних експериментів. Математична модель була реалізована в середовищі програмного комплексу Comsol, для обробки вихідних даних використовувався програмний пакет Matlab.

Орієнтування зародкових кристалів та дослідження орієнтації отриманих монокристалів проводилось методом зворотньої рентгенівської зйомки за Лауе. Оцінка основних показників якості монокристалів вольфраму при аналізі впливу технологічних режимів на особливості формування структури було вивчено за допомогою матеріалознавчих методів дослідження: оптичної металографії, аналітичної растрової електронної мікроскопії, просвічуючої мікродифракційної електронної мікроскопії, хімічного аналізу. Для аналізу якості монокристалічної структури також проводили вимір густини металу методом гідростатичного зважування та проводились дослідження мікротвердості.

Наукова новизна одержаних результатів:

– уперше розв’язано проблему інтенсифікації технології плазмово-індукційної зонної плавки (ПЗП) при вирощуванні плоских профільованих монокристалів з високими показниками продуктивності та економічної ефективності зі збереженням монокристалічної структури, що стало можливим у результаті визначення закономірностей впливу плазмового та індукційного джерел нагріву на формо- і структуроутворення монокристалів у залежності від швидкості нарощування;

– уперше отримано дані теплового стану монокристала вольфраму, які наближені до реальних, завдяки удосконаленню математичної моделі ПЗП шляхом доповнення теплової задачі електромагнітною, що дозволило урахувати особливості конструкції індукційного вузла на передачу електричної енергії до злитка, а проведення верифікації й корекції параметрів математичної моделі за результатами натурних досліджень дозволило підвищити достовірність отриманих даних;

– уперше теоретично встановлено, що при інтенсифікації процесу ПЗП шляхом збільшення швидкості переміщення плазмового джерела нагріву з 20 до 320 мм/хв спостерігається збільшення градієнта температур в області межі фазового переходу з 170 до 350 К/мм;

– уперше теоретично обґрунтовано, що при вирощуванні монокристалів тугоплавких металів збільшення температури підігріву площини нарощування на рівні 2273 К, 2773 К, 3273 К за рахунок збільшення потужності індукційного нагріву дозволяє збільшити швидкості руху плазмового джерела енергії відповідно до 60, 160, 360 мм/хв і тим самим підняти продуктивність процесу в 3, 8, 18 разів при збереженні теплових умов кристалізації, що не призводять до зниження якості

структури монокристалів і забезпечують високі показники економічної ефективності;

– уперше встановлено, що використання трьохкомпонентної плазмоутворюючої газової суміші ($\text{Ar}+30 \text{ об.}\% \text{ He}+10 \text{ об.}\% \text{ H}_2$) замість суміші ($\text{Ar}+70 \text{ об.}\% \text{ He}$), що використовувалася раніше, дозволяє зменшити витрати дорогого газу гелію в 2,5 рази зі збереженням параметрів профілю рідкої металеві ванни;

– уперше в реальних умовах за інтенсифікованою технологією при збільшенні швидкості руху плазмового джерела енергії від 17 до 70 мм/хв отримані крупні профільовані монокристали вольфраму, в яких розорієнтація субблоків становить на рівні 2 кутових градусів, що відповідає вимогам до монокристалічної структури.

Практичне значення отриманих результатів. Розроблені технологічні засади та відпрацьовані технологічні режими дозволили підняти на новий технологічний рівень спосіб отримання великих монокристалів тугоплавких металів ПЗП у напрямку підвищення інтенсифікації процесу та підвищення економічної ефективності, а їх впровадження на дослідно-промисловій установці УП-122М дозволило отримати крупні профільовані монокристали вольфраму розміром $22 \times 180 \times 210$ мм у вигляді пластин за інтенсифікованою технологією, що дозволяє забезпечити реальне підвищення продуктивності в 4 рази, підвищити економічну ефективність у 3,5 рази та прогнозувати подальше збільшення продуктивності й економічної ефективності процесу з можливістю передбачення визначених структурних характеристик монокристала.

Розроблено математичну модель процесу вирощування монокристалів методом ПЗП, яка ураховує технологічні параметри плазмового та індукційного джерел нагріву, вплив конструкції індукційного вузла на передачу електромагнітної енергії в ланцюзі індуктор – холодна стінка – злиток, температурозалежні характеристики матеріалу, що робить розроблену модель гнучкою для уточнення розрахунків на етапі проектування обладнання для забезпечення необхідних характеристик теплового поля монокристала при широкому діапазоні зміни технологічних параметрів.

Отримано дані дослідження структури великих монокристалів вольфраму, які забезпечують уявлення про характеристики монокристалічної будови в залежності від рівня інтенсифікації процесу та температурного градієнта на межі міжфазового переходу.

Особистий внесок здобувача. Усі наукові та практичні результати, положення та висновки були отримані здобувачем особисто або за його безпосередньої участі. У дисертаційній роботі постановка мети і завдань дослідження, вибір наукових підходів до їх вирішення виконано особисто здобувачем. Проведення експериментів щодо моделювання теплових полів, обробка та аналіз отриманих результатів, підготовка публікацій, розробка теоретичних положень і рекомендацій за результатами дисертаційної роботи також належить автору.

Внесок здобувача в публікаціях полягає в наступному:

- аналіз існуючої технології та розробка шляхів її удосконалення в напрямку підвищення продуктивності та економічної ефективності - [4];
- розробка та реалізація математичної моделі, проведення її корегування на базі натурних експериментів та отримання даних моделювання теплового поля - [5];
- проведення досліджень характеристик теплового поля при плазмово-індукційному вирощуванні монокристалів вольфраму - [2,3];
- проведення досліджень щодо визначення впливу основних технологічних параметрів на особливості масопереносу металу при плазмово-індукційному вирощуванні монокристалів вольфраму - [20];
- підготовка та проведення вимірювання температури в тілі плоского монокристала вольфраму в процесі його росту - [9,23];
- дослідження впливу основних технологічних параметрів процесу вирощування на формування субструктури монокристалів вольфраму - [7,10,13];
- проведення дослідних плавок щодо вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму, визначення раціональних технологічних параметрів та режимів їхнього вирощування - [1,6,8,11,12,14,15,16,17,18,19,21,22].

Апробація роботи. Основні положення та результати роботи повідомлені і обговорені на: IX Міжнародній науково-технічній конференції “Проблеми зварювання, металургії і споріднених технологій” (м. Тбілісі, Грузія, 2004 рр.); II, III, IV та VIII Всеукраїнській науково-технічній конференції молодих учених та спеціалістів “Зварювання та суміжні технології” (м. Київ, 2003, 2005, 2007, 2015 рр.); II Східноукраїнській науково-технічній конференції “Зварювання, литво і споріднені процеси” (м. Луганськ, 2003 р.); XVIII Науковій нараді “Високочисті матеріали функціонального призначення” (м. Суздаль, Росія, 2004 р.); Міжнародній конференції “Сучасне матеріалознавство: досягнення і проблеми” (м. Київ, 2005 р.); Міжнародній конференції “Зварювання і споріднені технології – сьогодні і майбутнє” (м. Київ, 2013 р.); Міжнародній конференції “Сучасні технології зварювання” (м. Київ, 2016 р.); IX Міжнародній конференції “Математичне моделювання та інформаційні технології в зварюванні та споріднених процесах” (м. Одеса, 2018 р.) та VI Міжнародній Самсонівській конференції “Матеріалознавство тугоплавких сполук” (м. Київ, 2018 р.).

Публікації. За результатами виконаних досліджень опубліковано 23 друковані роботи, 14 статей у спеціалізованих фахових виданнях, у тому числі три з яких внесені до реєстру міжнародних наукометричних баз даних [1-3] і 3 в закордонних наукових виданнях [13,14,18], з яких 1 стаття в матеріалах конференцій. Окрім цього, опубліковано 6 тез доповідей і отримано два патенти України.

Обсяг і структура дисертації. Дисертація містить 196 сторінок, включаючи 98 ілюстрацій, 9 таблиць і складається зі вступу, чотирьох розділів, загальних висновків, додатку та списку використаної літератури з 206 джерел. Основна частина дисертації викладена на 152 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обґрунтовано вибір теми та її актуальність, сформульовано мету і основні задачі роботи, які потребують вирішення для її досягнення та подальшого розвитку технології отримання тугоплавких монокристалів, визначено наукову новизну, охарактеризована теоретична та практична значущість отриманих результатів, наводяться основні положення, що виносяться на захист.

Перший розділ присвячено детальному аналізу стану проблеми отримання великих монокристалів тугоплавких металів. Показано, що монокристали тугоплавких металів знайшли застосування в багатьох високотехнологічних галузях, таких як військова, космічна, хімічна, електронна та інші. Відзначено, що в останній час спостерігається підвищений інтерес до монокристалів тугоплавких металів, як до перспективних матеріалів для використання в новітніх технологіях у якості конструкційного і функціонального призначення, що стимулює розвиток технологій їх вирощування. З'ясовано, що основною перешкодою їх широкого застосування є висока собівартість монокристалів, тому для забезпечення потреб промислових галузей в монокристалах тугоплавких металів необхідно забезпечити високу продуктивність та економічну ефективність процесу їх отримання.

Установлено, що найбільш перспективним методом для цих цілей є спосіб плазмово-індукційного зонної плавки, розроблений в ІЕЗ ім. Є.О. Патона. Виконано аналіз досягнутих результатів та відзначені недоліки існуючої технології. Показано, що висока собівартість монокристалів пов'язана з великими витратами електроенергії та інертних газів (гелій і аргон). Аналіз літературних джерел показав, що за останні десятиліття були досягнуті істотні успіхи щодо отримання великих монокристалів тугоплавких металів вольфраму і молібдену у вигляді крупногабаритних пластин, зокрема в напрямку відпрацювання технології та удосконалення вузлів установки. Однак в напрямку інтенсифікації процесу технологія не зазнала змін, тому для подальшого розвитку існуючої технології необхідно забезпечити підвищення її продуктивності та економічної ефективності. Показано, що підвищення економічної ефективності можна забезпечити за рахунок інтенсифікації процесу, де одним з основних елементів інтенсифікації є підвищення швидкості нарощування монокристала.

Показано, що теплове поле є ключовим аспектом в технології вирощування монокристалів тугоплавких металів, так як від його характеристик залежить умови формування монокристалічної структури. Тому питання підвищення продуктивності та економічної ефективності повинно вирішуватися в розрізі з питанням створення таких теплових умов які забезпечують збереження структури монокристалічних злитків.

Для дослідження інтенсифікації процесу плазмово-індукційного вирощування при сумісній роботі джерел нагріву були розглянуті шляхи можливого вирішення цієї задачі, що дозволяє дослідити їх вплив на характеристики теплового стану злитка.

Також у рамках поставленого завдання були розглянуті теплові умови формування структури монокристалів вольфраму і виконано аналіз впливу

характеристик теплового поля на їх структуру. Розглянуто основні властивості, формування структури та сфери застосування монокристалів вольфраму.

На підставі виконаного аналізу були сформульована мета і задачі дослідження.

У другому розділі наводиться опис обладнання, розробленого в ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України, та його технічні характеристики, а також приводяться характеристики матеріалів, які використовуються для проведення досліджень. Наведено оригінальні методики, які були застосовані для вирішення поставлених завдань.

Усі експериментальні дослідження і отримання зразків крупних профільованих монокристалів вольфраму були виконані на плазмово-індукційній печі УП-122М. Особливість обладнання полягає в можливості проведення технологічного процесу в режимі пошарового нарощування при зворотно-поступальному переміщенні плазмового джерела (ПД-145) на попередньо отриманий зародковий кристал способом зонної плавки, що забезпечує формування крупних профільованих монокристалів при циклічному витягуванні їх вниз. Попередній нагрів зародкового кристала і подальше підтримання температури монокристала, який вирощується, забезпечується за рахунок системи індукційного нагріву, яка підключена до генератора високочастотної енергії ВЧГЗ-160/0,66.

Для вивчення можливості інтенсифікації процесу вирощування монокристалів тугоплавких металів було проведено дослідження характеристик теплового поля монокристала. В якості методу дослідження було обрано математичне моделювання, що обумовлено технічними складнощами безпосереднього вимірювання температурного поля монокристала і підвищеними матеріальними витратами. Такі проблеми пов'язані з технологічними особливостями обладнання ПЗП: висока температура плавлення, оптична ізоляція кристала конструкцією холодної стінки й індуктором, а також близьке їх розташування до злитка, при цьому вивчення теплового поля в високотемпературній зоні додатково ускладнюється зростанням похибки вимірювання оптичними методами в високоградієнтному високотемпературному полі та неможливістю проведення вимірювання контактними методами дослідження, що обумовлено обмеженням робочого діапазону відповідних датчиків.

При розробці математичної моделі за основу була взята математична модель, яка запропонована Шаповаловим В.О. і реалізована на основі рівняння теплопровідності, де індукційний і плазмовий нагрів були задані у вигляді відповідних межових умов. Дана модель дозволяє досліджувати характер розподілу температур, їх залежність від розподілу корисної потужності по секціям індуктора і потужності плазмового джерела нагріву, однак така модель не враховує електромагнітні особливості індукційної системи (взаємний вплив паралельних витків індуктора, вплив холодної стінки на передачу енергії електромагнітного поля до злитка, виділення потужності індукційного нагріву в злитку від характеристик теплового поля злитка). Тому для можливості отримання більш достовірних даних існуюча модель набула розвиток у результаті її об'єднання з системою рівнянь електромагнітного поля:

$$\text{rot}(\mu^{-1} \text{rot} \dot{\mathbf{A}}) + (i\omega\sigma - \omega^2 \varepsilon) \dot{\mathbf{A}} + (\sigma - i\omega\varepsilon) \text{grad}V = 0 \quad (1)$$

$$\text{rot}(\mu^{-1} \text{rot} \dot{\mathbf{A}}) = \dot{\mathbf{J}}_s \quad (2)$$

$$c_p(T)\gamma(T) \frac{\partial T}{\partial t} - \text{div}(\lambda(T) \text{grad}T) = \text{div}[\dot{\mathbf{E}}\dot{\mathbf{H}}] \quad (3)$$

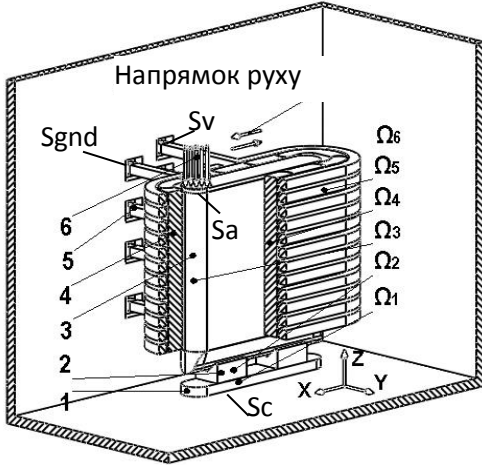


Рис.1. Графічне зображення математичної моделі процесу плазмово-індукційного вирощування монокристалів у формі пластин:

1 - піддон; 2 - підставка; 3 - монокристал; 4 - секційна стінка; 5 - індуктор; 6 - тепловий потік від плазмотрона; Sa - площа плями дуги; Sc - площа водоохолоджуваної поверхні піддону; Sv, Sgnd - контакти прикладення напруги до всіх секцій індуктора.

На рис.1 наведено графічне зображення математичної моделі. Рівняння 1-2 розглянуто в області $\Omega_{mag} = \Omega_1 \cup \Omega_2 \cup \Omega_3 \cup \Omega_4 \cup \Omega_5 \cup \Omega_6$ - геометрична область, яку займає піддон Ω_1 , підставка Ω_2 , монокристал Ω_3 , секційна стінка Ω_4 , індуктор Ω_5 , газ

Ω_6 , де $\Omega_3 = \sum_{i=1}^m \Omega_3^{i,j}$ $i = (1 \dots 4)$ - порядковий номер секції від верхнього торця, $j = (2, 3, 3, 4)$ - кількість витків в одношаровій секції, $m = 4$ - кількість секцій, а рівняння 3 в області $\Omega_{therm} = \Omega_1 \cup \Omega_2 \cup \Omega_3$.

Вихідні дані моделі:

У якості вихідних даних задавалися властивості матеріалів $\sigma_i(\Omega_i, T)$, $\mu_i(\Omega_i)$, $\varepsilon_i(\Omega_i)$, $c_{pi}(\Omega_i, T)$, $\gamma_i(\Omega_i, T)$, $\lambda_i(\Omega_i, T)$, де i - індекс відповідності матеріалу в моделі $i = 1, 4, 5$ для міді ($\Omega_1, \Omega_4, \Omega_5$), $i = 2, 3$ для вольфраму (Ω_2, Ω_3), $i = 6$ для газу (Ω_6).

Параметри живлячої електромережі задавалися у вигляді амплітудної напруги з частотою 66 кГц при паралельному підключенні секцій індуктора. Теплофізичні властивості модельних матеріалів відповідали вольфраму плавленої якості чистотою 99,99%.

Межові і початкові умови моделі:

На зовнішній межі розрахункової області електромагнітної задачі прийнято межові умови $n \times \dot{\mathbf{A}}|_{S_{ext}} = 0$ при умові протікання струму $n \cdot \dot{\mathbf{J}}|_{S_{ext} \setminus \{S_v, S_{gnd}\}} = 0$ і $n \cdot \dot{\mathbf{J}}|_{S_{i6}} = 0$ $i = 1 \dots 5$, при цьому електрична напруга на відводах індуктора відповідає функції $u(t)$ на межі області Ω_6 $u_n|_{S_v} = u(t)$ $u_n|_{S_{gnd}} = 0$, де, $S_{i,j}$ межі між областями Ω_i и Ω_j , при цьому S_{ext} - межа розрахункової області, а S_v і S_{gnd} - поверхні відводів індуктора, розташованих на поверхні S_{ext} , на які підведена зовнішня напруга.

Вихідними даними для теплової моделі було прийнято $T(x, y, z)|_{t=0} = T_0$ при температурі навколишнього середовища 20°C .

На нижній поверхні мідного піддону S_C задавалися межові умови I роду, $T|_{S_C} = T_{water} = const$ де $T_{water} = 20^\circ\text{C}$ - температура поверхні піддону, яка охолоджується водою.

Вплив плазмової дуги на теплове поле задавалося у вигляді рівняння теплового потоку на верхній площині злитка:

$$\lambda_i \frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{sarc} = Q(x, y, v, P(\delta^{-1})) = \frac{P(\delta^{-1})}{2\pi \cdot \sin^2 \varphi \cdot e^{\left(\frac{(x - x(v_x, t))^2 - (y - y(v_y, t))^2}{2 \sin^2 \varphi} \right)}};$$

де x, y - координати верхньої площини злитка, φ - параметр форми дуги, v - швидкість руху плазмового нагріву, $P(\delta^{-1})$ - функція залежності потужності дуги від висоти меніска, $x(v_x, t)$, $y(v_y, t)$ - рівняння руху плазмової дуги по x і y координатах, v_x, v_y - вектор швидкості.

Особливістю даного рівняння є залежність інтегральної потужності плазмового джерела від величини меніска на бічній поверхні злитка. Така умова забезпечує підтримання постійного об'єму металеві ванни та автоматичне коректування потужності плазмово-дугового нагріву від координати і швидкості руху плазмового джерела.

Теплообмін між кристалом і навколишнім середовищем на поверхнях $\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}$, ($i=1 \dots 3$) в результаті конвекції урахувався межовими умовами III роду:

$$-\lambda_{\Omega_i} \frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}} = k_n (T_{\Omega_i} - T_{\Omega_6}) \Big|_{\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}}, \text{ де } i=1 \dots 3$$

Також на цих поверхнях урахувалися втрати на випромінювання:

$$-\lambda_{\Omega_i} \frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}} = \sigma \eta_{\Omega_i} (T) (T^4 \Big|_{\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}} - T_{\Omega_6}^4) \text{ де } i=1 \dots 3$$

Також були ураховані теплові процеси при фазових перетвореннях:

$$\left. \begin{aligned} \lambda_3^l \frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{S_i} - \lambda_3^s \frac{\partial T}{\partial n} \Big|_{S_s} &= -\rho v_n L \\ T \Big|_{S_i} &= T \Big|_{S_s} = T_{transf} \end{aligned} \right\}$$

Для отримання експериментальних даних про тепловий стан злитка була розроблена методика [9] і проведені дослідження на фізичній моделі з використанням у якості робочого тіла попередньо вирощеного монокристала вольфраму з установленими всередину вольфрам-ренієвими термопарами по висоті і довжині злитка, які були розміщені відповідно до схеми, наведеної на рис.2, що дозволило отримати залежності зміни температур при русі плазмового джерела нагріву. Відстань по вертикалі між рядами склала 10, 35, 35 мм (від лівого краю злитка) і по горизонталі 2, 3, 5, 20, 30, 25 мм (від верхнього краю злитка).

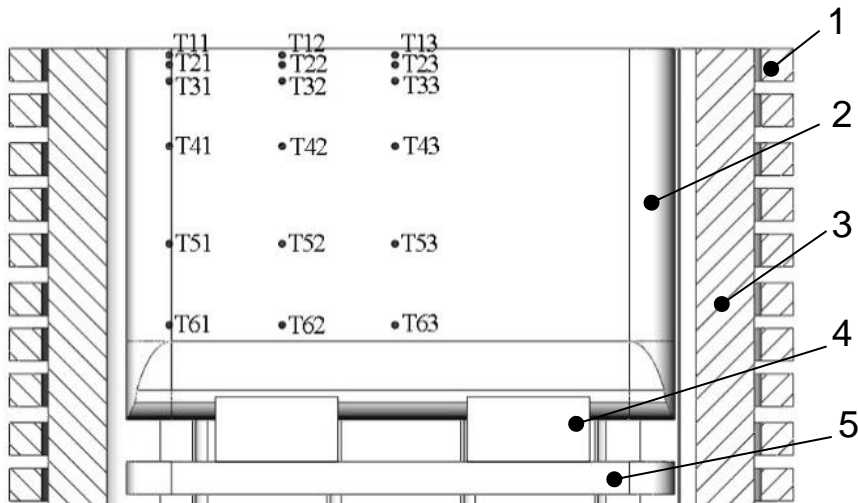


Рис.2. Схема розташування термопар при натурному експерименті:

- 1 – індуктор;
- 2 – монокристал;
- 3 - секційна стінка;
- 4 - підставка;
- 5 – піддон.

Для дослідження впливу характеристик теплового поля на характеристики структурної досконалості монокристалічних злитків при різних рівнях інтенсифікації процесу була розроблена методика та отримані зразки монокристалів із різною кристалографічною орієнтацією. За кристалографічні напрямки були взяті основні кристалографічні напрямки монокристала $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$. З метою отримання необхідного кристалографічного напрямку використовувалися орієнтовані циліндричні зародкові монокристали з відповідною орієнтацією торцевої поверхні (рис.3), які були вирощені способом електронно-променевої зонної плавки, діаметр яких становив 17-20 мм. Критерієм, за яким визначалася допустима швидкість нарощування монокристала, була прийнята характеристика максимальної розорієнтації субграниці, при якій забезпечується збереження монокристалічної структури.

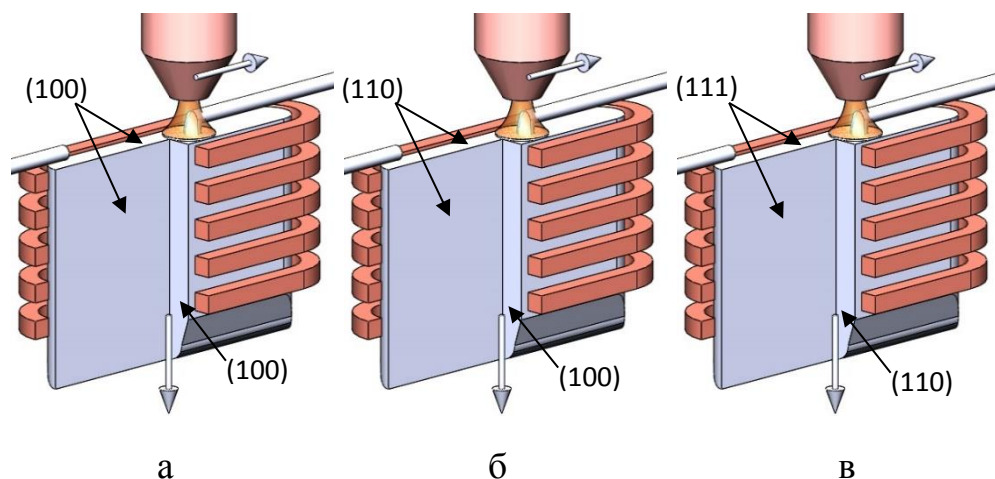


Рис.3. Схема вирощування монокристалів із різною кристалографічною орієнтацією.

Із монокристалів були вирізані зразки для дослідження структури. Було встановлено, що всі злитки є монокристалічними тілами. Але більш детальні дослідження структури і впливу на неї процесу інтенсифікації були проведені на

монокристали з орієнтацією $\langle 110 \rangle$. Монокристали з такою орієнтацією переважно використовуються для широкоформатного прокату і виготовлення спецвиробів.

При дослідженні інтенсифікації процесу особливу увагу було приділено вивченню геометрії рідкої металевої ванни, параметри якої є визначальним фактором при вирощуванні монокристалів, так як безпосередньо характеризують форму фронту кристалізації. Для дослідження характеристик ванни рідкого металу була розроблена методика з застосуванням штапиків із вольфраму, які виконі засобом порошкової металургії та проведенні експерименти в умовах, наближених до реального процесу. Після чого були отримані зразки, які дозволяють забезпечити вивчення формування фронту рідкої металевої ванни від технологічних параметрів, що забезпечують інтенсифікацію процесу.

Орієнтування зародкових кристалів та дослідження орієнтації отриманих монокристалів проводилось методом зворотної рентгенівської зйомки за Лауе в Інституті металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України.

Дослідження структури (мікротвердості, розмірів субзеренної структури, кутів розорієнтування субзерен, характеру розподілу дислокацій та ін.) проводили в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона на всіх структурних рівнях із застосуванням комплексу експериментальних методів фізичного металознавства, включаючи: оптичну металографію (оптичний мікроскоп Neophot-32 з цифровим адаптером SIGETA для зняття зображень і Versamet-2, Японія; Leco-M400, США), аналітичну растрову електронну мікроскопію (PEM) (Philips SEM-515, Нідерланди), а також просвічуючу мікродифракційну електронну мікроскопію (JEM-200CX фірми JEOL з прискорюючою напругою 200 кВ, Японія). Вміст газів (O_2, N_2) у кристалі визначали методом плавлення навіски на приладах RO-316, TN-14 фірми LECO. Для дослідження вмісту вуглецю використовувався метод спалювання зразка за допомогою газоаналізатора АН-160. Для визначення хімічного складу вольфрамових зразків застосовували рентгенофлуоресцентний спектрометр X 'Unique II. Вимірювання мікротвердості виконували на мікротвердомірі ПМТ-3 з алмазною пірамідкою Віккерса.

Третій розділ присвячено вивченню особливостей процесу при підвищенні інтенсифікації. У ній проводилися дослідження впливу швидкісних режимів плазмового джерела та потужності індукційного джерела енергії на характеристики теплового поля, а також приділено увагу вивченню впливу складу плазмоутворюючих газів на характеристики профілю металевої ванни при збільшенні продуктивності процесу.

З метою підвищення економічної ефективності процесу уперше були проведені дослідження можливості заміни дорогого плазмоутворюючого газу гелію на більш дешевий водень. Дослідження проводилися на вольфрамових штапиках, отриманих методом порошкової металургії. Такий метод дає можливість проведення експрес-оцінки завдяки різниці світлового відображення від поверхонь з плавленою та спресованою структурами. У результаті проведених досліджень встановлено характеристики геометричних параметрів рідкої металевої ванни від складу плазмоутворюючого газу з використанням дво- і трьох-компонентних сумішей (Ar , $Ar + He$, $Ar + H_2$, $Ar + He + H_2$), швидкості руху фронту кристалізації, потужності плазмового та індукційного нагріву. Експериментально підтверджена можливість заміни плазмоутворюючої суміші ($Ar + 70$ об.% He) на більш дешеву трьохкомпонентну суміш ($Ar + 30$ об.% $He + 10$ об.% H_2), що дозволяє зменшити

витрати гелію у 2,5 рази зі збереженням параметрів профілю рідкої металеві ванни на рівні, який забезпечується використанням базової суміші (Ar + 70 об.% He);

У результаті проведених досліджень отримано дані, які дають уявлення про вплив технологічних параметрів процесу на динаміку зміни геометрії рідкої металеві ванни. Отримані результати будуть використані для оптимізації технологічних режимів при вирощуванні великих монокристалів тугоплавких металів.

З метою отримання реальних експериментальних даних про тепловий стан зливка були проведені дослідження впливу потужності індукційного джерела нагріву на зміну температур у контрольних точках (рис.2) в широкому діапазоні зміни потужності при індивідуальному індукційному нагріві, а також при спільному плазмовому і індукційному нагріві. При дослідженні температур у контрольних точках на протязі термічного циклу швидкість плазмового джерела складала 10 мм/хв. Також за результатами натурного експерименту було проведено верифікацію математичної моделі, для чого використовувалися дані термопар 4-6 ряду, які не зазнали зміни своїх робочих характеристик при спільному плазмово-індукційному нагріві на відміну від термопар 1-3 ряду, які розташовані у верхній частині зливка, що лежать в області дії високих температур.

Після проведення натурного експерименту були отримані розрахункові дані при повному забезпеченні як конструктивних, так і технологічних параметрів математичної моделі у відповідності до натурного експерименту.

При порівняльному аналізі даних температурного поля, отриманих за допомогою математичної моделі, з даними натурного експерименту в контрольних точках спостерігалось відхилення між кривими. Причому відхилення температури зростало знизу (6 ряд) доверху (4 ряд) зливка, а в верхніх точках (6 ряду) максимальне розходження температур математичної моделі перевищували понад 250°C, що свідчить про внесення похибки в розрахунок теплового поля від плазмового нагріву, тобто тепловкладення від плазмового джерела в математичної моделі перевищує тепловкладення при натурному експерименті. Причина полягає у відмінності передачі теплового потоку через рідку металеву ванну. Так, при натурному експерименті на передачу потоку впливають гідродинамічні сили, на відміну від математичної моделі, де характер поширення тепла відбувається відповідно до умов у нерухомому середовищі. Така відмінність при натурному експерименті приводить до утворення необхідної величини меніска при меншій потужності плазмового нагріву, тому з метою корегування математичної моделі, з огляду на те, що потужність плазмового нагріву залежить від величини висоти меніска, її значення було зменшено до рівня, при якому максимальне відхилення між кривими математичної моделі з натурним експериментом не перевищувало 5% за абсолютною шкалою температур (рис.4). При цьому забезпечувалось вирівнювання потужностей плазмового нагріву математичної моделі з експериментом. У результаті корекції математичної моделі при виконанні критерію сталості висоти меніска на протязі термічного циклу була отримана залежність тепловкладення потужності плазмового потоку по відношенню до його переміщення уздовж зливка в порівнянні з аналогічною залежністю натурного експерименту (рис.5).

Проведення математичного експерименту з подальшою його корекцією за результатами натурного експерименту забезпечило можливість отримання важливих

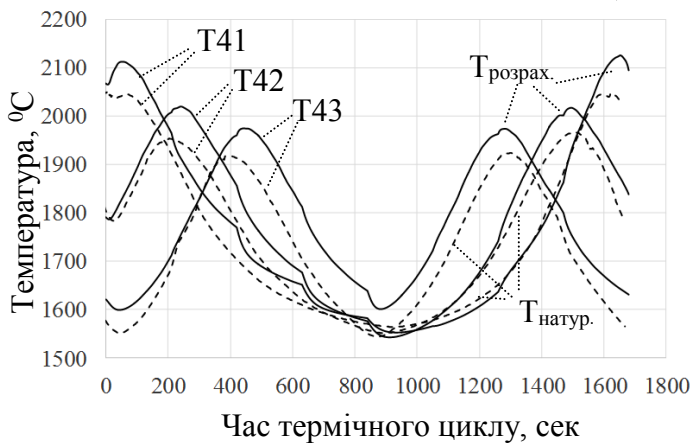


Рис.4. Порівняння даних, отриманих на математичній моделі (суцільна лінія), з даними, отриманими експериментальним шляхом (штрихова лінія), упродовж термічного циклу при швидкості руху плазмотрона 10 мм/хв при зворотньо-поступальному русі.

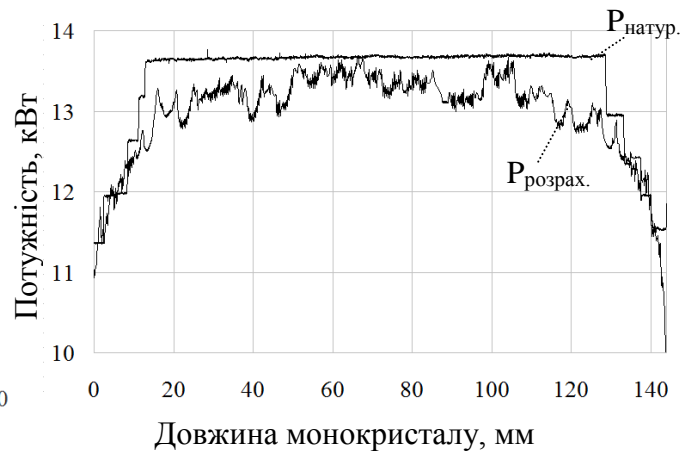


Рис.5. Порівняння потужності плазмотрона при натурному експерименті і математичному моделюванні.

характеристик картини теплового поля в високотемпературній області у вигляді розподілу температури злитка (рис.6), отримання яких пов'язано зі значними труднощами при проведенні натурних експериментів і картини температурних градієнтів у перетині площини симетрії (рис.7), які при прийнятих заходах, спрямованих на підвищення точності математичної моделі, мають достатню для практичних цілей відповідність натурному експерименту.

За результатами натурних вимірювань і математичних досліджень було встановлено, що температура площини нарощування монокристалічного злитка за термічний цикл знижується від температури плавлення до 1900К, що є значно нижчою в порівнянні зі значенням 3000К, яке було отримано за допомогою раніше розробленої математичної моделі. Це свідчить про те, що монокристал знаходиться в більш тяжких теплових умовах, а крайові зони монокристалічного злитка підлягають більш нерівномірному нагріву протягом термічного циклу.

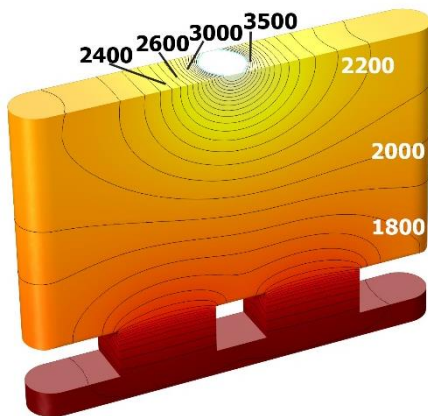


Рис.6. Температурне поле кристала вольфраму при розташуванні ванни в центрі злитка, К.

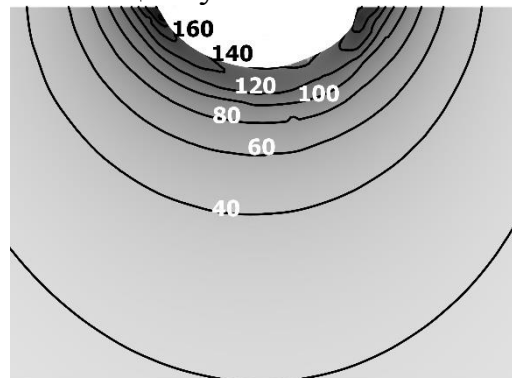


Рис.7. Температурний градієнт в поздовжньо-вертикальному перетині злитка по осі симетрії, К/мм.

У подальшому при проведенні досліджень з метою розроблення технологій із високим рівнем інтенсифікації процесу отримання монокристалів тугоплавких металів способом ПЗП було прийнято в якості базових характеристик температурного поля характеристики існуючої технології, технологічні параметри якої були апробовані при вирощуванні монокристалів вольфраму за технологією ПЗП протягом останніх років, а саме картин розподілу температур і градієнтів у злитку. Такі вимоги забезпечать можливість подальшого послідовного аналізу формування монокристалічної структури при відмінних технологічних режимах, що обумовлено недостатньо вивченим питанням в області кінетики високотемпературної кристалізації. Виконання умов дозволить при підвищенні інтенсифікації процесу забезпечити формування монокристалічної структури з характеристиками, близькими до характеристик монокристалів, отриманих за базовою технологією, при якій отримано достатню кількість монокристалічних злитків і проведено широкий діапазон досліджень структури монокристалічної будови.

Також було досліджено вплив інтенсифікації процесу при індукційному підігріві у відповідності до базової технології на характеристики теплового поля. Установлено, що підвищення інтенсифікації процесу вирощування тугоплавких монокристалів методом ПЗП за рахунок збільшення лінійної швидкості джерела плазмового нагріву, яка дорівнювала 20, 80, 160, 320 мм/хв призводить до збільшення динамічного впливу плазмової дуги на теплове поле монокристала, яке проявляється в збільшенні нерівноважності (нерівномірності) характеристик теплового поля (рис.8, 9), що забезпечує умови, характерні для розвитку дислокаційної картини монокристалічного злитка.

Були установлені залежності температурних градієнтів на межі фронту кристалізації в умовах ПЗП і теоретично підтверджено, що при збільшенні швидкості переміщення локальної металевої ванни від 20 до 320 мм/хв максимальні температурні градієнти, які локалізовані попереду руху ванни, змінюються в межах 170 - 350 К/мм.

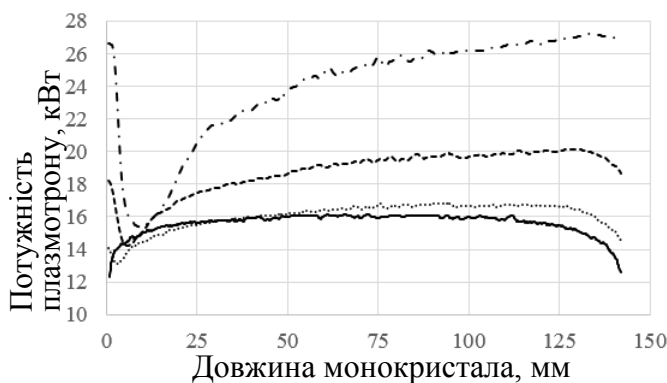


Рис.8. Корисна потужність плазмового нагріву в залежності від рівня інтенсифікації процесу:
 — - 20 мм/хв, - 80 мм/хв,
 -- - 160 мм/хв, -.-.- - 320 мм/хв.



Рис.9. Температурні градієнти попереду металевої ванни в процесі її переміщення: — - 20 мм/хв, - 80 мм/хв, -- - 160 мм/хв, -.-.- - 320 мм/хв.

Для зменшення температурних градієнтів було запропоновано збільшити температуру у верхній області злитка за рахунок додаткового збільшення потужності від індукційного нагріву, що забезпечить зниження динамічного впливу плазмового джерела при збільшенні інтенсифікації процесу.

Щоб забезпечити збільшення температури злитка було досліджено індивідуальний вплив потужності індукційного вузла на теплові характеристики монокристала, що дозволило визначитися з необхідною його потужністю для отримання різного ступеня підігріву у верхній зоні злитка (рис.10,11). Дані потужності по секціях зведені в табл.1.

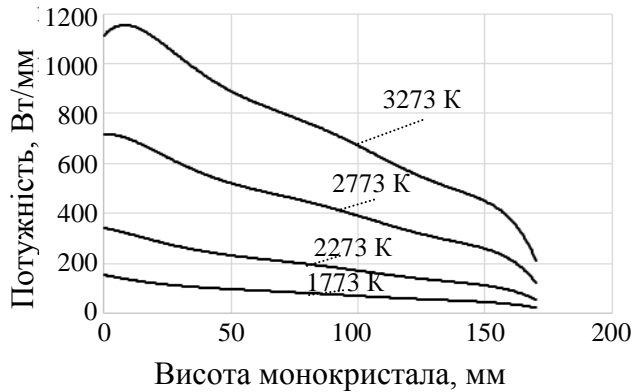


Рис.10. Потужність індукційного нагріву по висоті в залежності від ступеня підігріву.

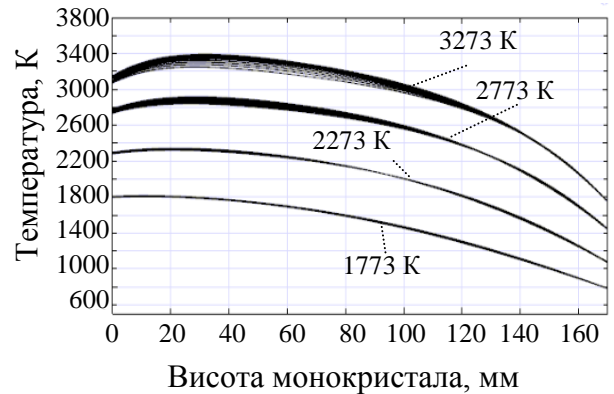


Рис.11. Температурні профілі монокристала в залежності від ступеня підігріву.

З метою вивчення впливу рівня підігріву злитка, що забезпечується за рахунок зміни потужності індукційного нагріву, було досліджено його вплив на динамічні характеристики теплового поля монокристалічного злитка при різних швидкостях переміщення плазмового джерела нагріву, що дорівнювали 20, 80, 160 і 320 мм/хв та отримано теоретичні дані (рис.12), які підтверджують можливість проведення інтенсифікації процесу вирощування монокристалів тугоплавких металів.

Таблиця 1.

Дані потужності індукційного нагріву по секціям та сумарні в залежності від ступеня підігріву

№п/п	Умови	P1, кВт	P2, кВт	P3, кВт	P4, кВт	Усього, кВт
1	1773 К	3,3 (9,5)	4,3 (7,5)	3,2 (7,1)	2,7 (5,8)	13,5 (30,1)
2	2273 К	7,8 (21,0)	10,3 (17,2)	7,7 (16,0)	6,5 (13,1)	32,5 (67,6)
3	2773 К	17,2 (46,2)	23,0 (37,7)	17,6 (35,3)	15,1 (29,0)	73,6 (148,9)
4	3273 К	29,0 (75,2)	39,1 (61,7)	30,5 (57,5)	26,8 (47,8)	125,4 (242,2)

*Дані без дужок - витрати потужності в об'ємі монокристала, який обмежений відповідною секцією індуктора, в дужках - з додаванням витрат потужності в індукційній системі.

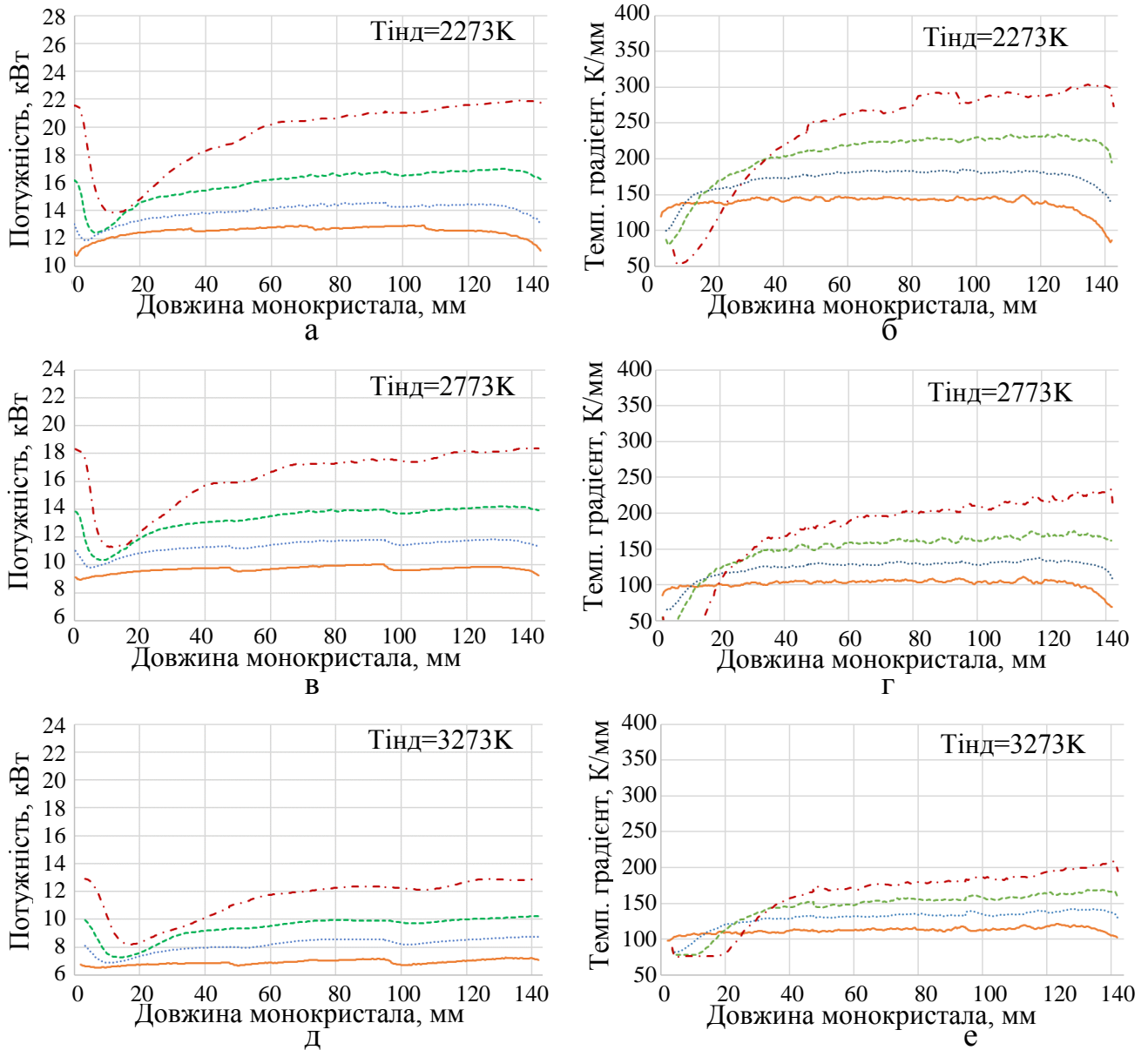


Рис.12. Корисна потужність плазмового джерела нагріву (а, в, д) та залежність температурного градієнта попереду рухомої ванни (б, г, е) в залежності від температури індукційного підігріву та рівня інтенсифікації процесу (— - 20 мм/хв, - 80 мм/хв, -- - 160 мм/хв, -.-.- - 320 мм/хв).

Отримані дані дозволили дослідити різний тепловий стан монокристала вольфраму.

Після аналізу отриманих даних були проведені додаткові розрахунки та уперше установлені режими при швидкостях плазмового джерела 60, 160 і 360 мм/хв, які забезпечують температурні градієнти на рівні базової технології в області рідкої металевої ванни при різному ступені індукційного підігріву у 2273, 2773, 3273К, що створює умови формування монокристалічної структури, близької до базової технології, та забезпечує зростання інтенсифікації процесу в 3, 8, 18 разів відповідно. Цей висновок був основним для практичної реалізації інтенсифікації технології.

Четвертий розділ присвячено розробці дослідно-промислової технології вирощування плоских профільованих монокристалів вольфраму з високими показниками продуктивності та економічної ефективності та дослідженню впливу температурного градієнта на показники якості монокристалів вольфраму.

З цією метою для утворення гарантованого різного температурного градієнта при забезпеченні інтенсифікації процесу та отримання дослідної партії злитків було досліджено технологічні режими плазмового джерела при швидкостях від 17 до 70 мм/хв при базовому підігріві, при цьому максимальна інтенсифікація процесу в 4 рази перевищувала базову технологію. При даних технологічних параметрах були відпрацьовані технологічні режими плазмового джерела. На рис.13 наведені технологічні режими для максимально дослідженої швидкості та отримані монокристали (рис.14).

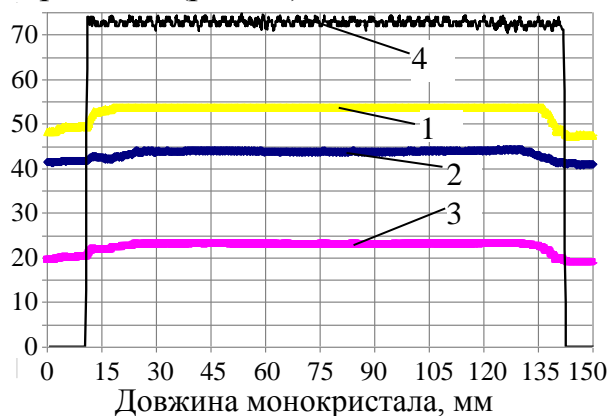


Рис.13. Технологічні режими плазмового джерела енергії при русі зі швидкістю 70 мм/хв від одного кінцевого положення до іншого, де 1 – електричний струм, $I \times 10^1$, А; 2 – напруга на дузі, В; 3 – потужність плазмового джерела, кВт; 4 – миттєва швидкість плазмового джерела енергії, мм/хв.



Рис.14. Отримані дослідні зразки монокристалу вольфраму за інтенсифікованою технологією.

Крім розробленої реальної технології (Р.Т.), також запропоновані технологічні режими (Режим 1, 2, 3), які були отримані на базі розрахункових даних. У табл.2 наведено технологічні характеристики розробленої реальної технології і розрахункових режимів.

У результаті проведеної роботи згідно з розробленою технологією уперше були вирощені великі плоскі монокристали вольфраму розмірами $22 \times 180 \times 210$ з високими показниками інтенсифікації процесу.

З метою встановлення впливу інтенсифікації процесу на структурну досконалість тугоплавких монокристалів при вирощуванні їх за технологією плазмово-індукційної зонної плавки, в даній роботі були проведені дослідження на прикладі монокристалів вольфраму, отриманих в результаті розробленої реальної технології.

Таблиця 2.

Технологічні параметри розробленої технології та розрахункові режими

Параметри	Р.Т.	Режим 1	Режим 2	Режим 3
Потужність плазм. дуги (макс.), кВт	24	20	20	20
Потужність ВЧ – нагріву, кВт	110	183	416	709
Мах. діаметр прутків, мм	8	8	8	8
Швидкість руху плазмотрона, мм/хв	70	60	160	360
Концентрація гелію в плазмоутворюючому газі, Об. %	70	70	70	70
Витрати плазмоутворюючого газу, л/хв	17	17	17	17

При дослідженні субструктури поперечного перерізу монокристал вольфраму, орієнтованого по площині (110), засобами металографічного аналізу було встановлено, що структура шарів однорідна, дефектів і пор не виявлено (рис.15). Ямки травлення на поверхні мають однакові грані по всій висоті монокристалічного злитка, що свідчить про ідентичність кристалографічної орієнтації.



а

б

Рис.15. Мікроструктура ($\times 100$) поперечного перетину монокристалічного злитка вольфраму, отриманого при різних швидкостях плазмово-індукційного вирощування, мм/хв: а-17, б-70.

При дослідженні мікротвердості на отриманих зразках було встановлено, що при переході від мінімальної швидкості вирощування (17 мм/хв) до середньої (46 мм/хв) і максимальної (70 мм/хв) спостерігається її зниження (в середньому на 4-6%). При цьому мікротвердість металу становила: при 17 мм/хв - 4290 ... 4400 МПа, при 46 мм/хв - 4110 ... 4220 МПа і при 70 мм/хв - 4010 ... 4200 МПа.

При дослідженні субструктури в залежності від рівня інтенсифікації процесу в поперечному перерізі при спостереженні від мінімальної швидкості вирощування до максимальної можна відзначити незначне подрібнення субзерен у середньому в 1,3 рази (рис.16). Так, при швидкості 17 мм/хв розмір субзерен становить 20 ... 32 мкм, а при швидкостях 46 і 70 мм/хв їх розмір дорівнює 18 ... 25 і 15 ... 25 мкм відповідно. Дані дислокаційної картини були отримані при дослідженні тонкої структури при збільшенні в $\times 25000$, що дозволяло спостерігати окремі дислокації. При дослідженні поперечної зони, яка була отримана при швидкості 17 мм/хв, в об'ємі монокристал спостерігався рівномірний розподіл дислокацій. Щільність дислокацій складала

$(4 \dots 6) \times 10^7 \text{ см}^{-2}$. При цьому існують зони з зафіксованим мінімальним розподілом дислокацій $(2 \dots 4) \times 10^6 \text{ см}^{-2}$ і максимальним в $(2 \dots 3) \times 10^8 \text{ см}^{-2}$, де спостерігається різниця в характері дислокаційної структури.

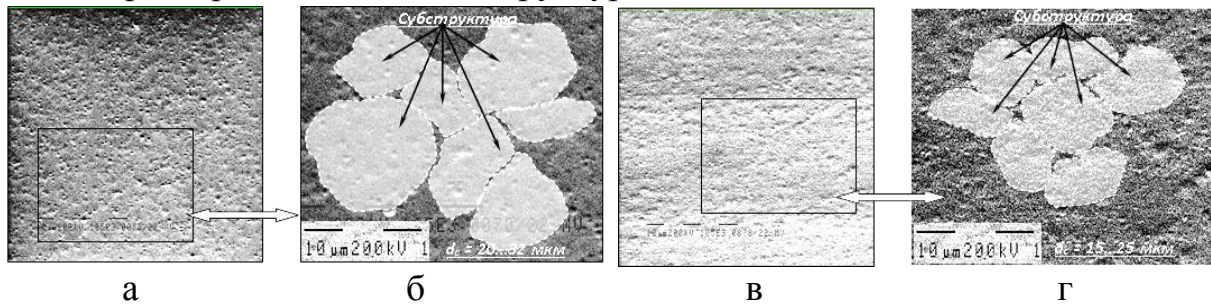


Рис.16. Мікроструктура (РЕМ) поперечного перетину монокристалічного злитка вольфраму, отриманого при різних швидкостях плазмово-індукційного вирощування, мм/хв: а, б – 17, в, г – 70. Пунктирними лініями (б, г) схематично позначені межі субзерен (а, в – $\times 1050$; б, г – $\times 2100$ рази).

При дослідженні поперечної зони монокристала, яка була отримана при середній швидкості вирощування 46 мм/хв і максимальній швидкості 70 мм/хв, спостерігався більш рівномірний розподіл дислокацій в об'ємі монокристала без різких градієнтів: їхня щільність становила $(1 \dots 2) \times 10^8 \text{ см}^{-2}$ і $(2 \dots 3) \times 10^8 \text{ см}^{-2}$ відповідно. Було встановлено, що характер дислокаційної картини однорідний. Субструктура має чіткі субмежі з однорідною дислокаційною структурою, без градієнтів по щільності дислокацій, а також їх відсутність між внутрішніми об'ємами субзерен і між субзеренними границями.

Для дослідження структурної досконалості монокристалічного злитка, отриманого при різних режимах вирощування, також було приділено увагу вивченню питання щодо зміни кута розорієнтації субзерен у залежності від рівня інтенсифікації процесу. Такі дослідження були виконані способом дифракційної мікроскопії на просвіт із наступним розрахунком отриманих дифракційних картин (мікроелектронограмм) від сусідніх субзерен.

Як показали дослідження кута розорієнтації субзерен за дифракційними картинками, при мінімальній швидкості, що дорівнює 17 мм/хв, його значення знаходиться в межах 0,294 ... 0,920 град. При цьому при максимальній швидкості спостерігається його збільшення до 1,923 град., але це значення не перевищує допустиме у відповідності до вимог монокристалічної структури, яке становить 5 град, що свідчить про те, що при використаних режимах досліджені зразки є монокристалами.

Проведені розрахунки економічної ефективності показали, що за розробленою реальною технологією можливо досягти економії електричної енергії до 75% та за розрахунковими режимами максимальна економії електричної енергії для швидкостей 60, 160, 360 мм/хв склала 55%, 64%, 73%, а також дозволило зменшити витрати плазмоутворюючого газу за реальною технологією в 4 рази та за розрахунковими режимами приблизно у 3.5, 4 та 5 разів відповідно.

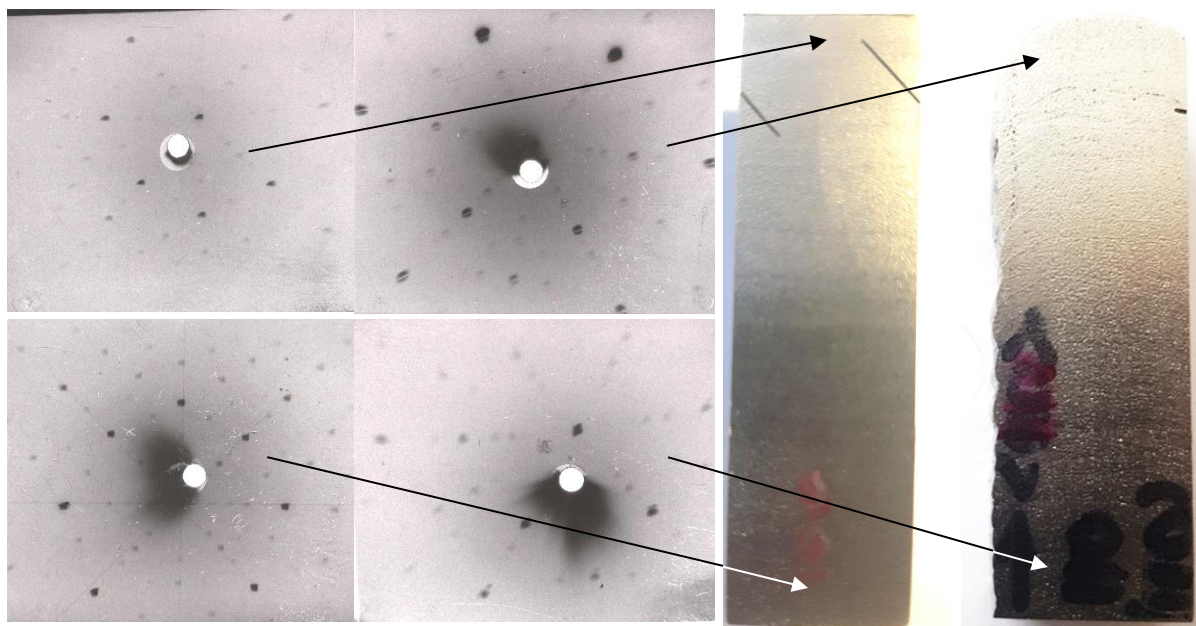


Рис.17. Дослідження монокристала вольфраму за Лауэ.

Треба зазначити, що за розрахунковими режимами при збільшенні швидкості зростають витрати електричної енергії на додаткові технологічні операції, які пов'язані з поступовим нагрівом злитка (P_I), що забезпечує підготовку до процесу вирощування та поступовим охолодженням (P_{III}) після процесу вирощування (P_{II}), що досягається за рахунок керуванням потужністю індукційного нагріву. Таким чином, співвідношення витрат корисної електроенергії до витрати електроенергії на додаткові технологічні режими зменшується $P_{II}/(P_I + P_{III})$, що призводить до зниження показників економічної ефективності процесу. Для підвищення економічної ефективності процесу треба збільшити час стадії (P_{II}), що пов'язано з необхідністю отримувати монокристалевий злиток більшої маси.

Таким чином були отримані рекомендовані маси злитка, які становили 14, 30, 55 кг для швидкісних режимів 60, 160, 360 мм/хв, що забезпечує економію електроенергії на рівні 50, 56, 64 % від базової технології, та становить 90% від максимальної економії. Як свідчать отримані дані, при необхідності вирощування більших монокристалів вигідніше застосовувати режими з високими показниками інтенсифікації процесу.

У результаті проведених натурних досліджень процесу вирощування монокристалів вольфраму, а також у результаті дослідження технологічного процесу за допомогою математичної моделі було отримано широкий ряд технологічних параметрів, що забезпечують вирощування монокристалів вольфраму з різним ступенем інтенсифікації процесу, а також вивчено вплив інтенсифікації процесу на структурні характеристики монокристалічного злитка.

ВИСНОВКИ

1. На основі аналізу сучасного стану вирощування монокристалів тугоплавких металів показано, що розширення області їх використання стримується тривалістю циклу процесу виробництва і високою собівартістю. Установлено, що інтенсифікація

плазмово-індукційного способу дозволяє вирішити важливу науково-технічну і економічну проблему - підвищити продуктивність технологічного процесу і забезпечити зниження собівартості монокристалів. Запропоновано нові технологічні рішення, що ураховують зміну технологічних режимів, корекцію газової фази, а також теплонапружений стан і зміни в структурі кристалів.

2. Отримала подальший розвиток математична модель для дослідження теплових процесів плазмово-індукційного вирощування монокристалів тугоплавких металів шляхом доповнення теплової задачі електромагнітною при спільному їх вирішенні, що дозволило урахувати електричні і геометричні параметри електромагнітної системи індуктор - холодна стінка – злиток. А також забезпечити автоматичне коректування потужності плазмової дуги при забезпеченні критерію сталості висоти меніска рідкої металевий ванни від координати переміщення, конструкційних і електричних характеристик індукційної системи;

3. Експериментально вивчено вплив технологічних параметрів плазмового і індукційного джерел нагріву на характеристики теплового поля плоских монокристалів вольфраму в умовах ПЗП і виконана верифікація математичної моделі. Установлено за результатами математичного моделювання, що при зворотньо-поступальному русі плазмового джерела температурний градієнт у монокристалі вище, ніж це було встановлено раніше, особливо в крайових зонах злитка, де температура за термічний цикл знижується від температури плавлення до 1900К замість раніше отриманих 3000К.

4. Установлено, що при інтенсифікації процесу ПЗП при індукційному підігріві монокристала вольфраму на рівні базової технології і збільшенні швидкості переміщення плазмового джерела нагріву з 20 до 320 мм/хв спостерігається збільшення градієнта температур в області межі фазового переходу з 170 до 350 К/мм. Запропоновано з метою зниження температурного градієнта в області монокристала, що прилягає до металевий ванни, збільшити температуру у верхній області злитка за рахунок збільшення потужності індукційного джерела нагрівання.

5. Отримано характеристики температурного поля монокристала вольфраму при різних рівнях підігріву, що дозволило забезпечити збільшення ступеня інтенсифікації процесу при збереженні градієнтів температури на рівні базової технології в області монокристала, що прилягає до металевий ванни, і встановлено, що при індукційному підігріві верхньої частини злитка до температур 2273К, 2773К, 3273К можна інтенсифікувати процес у 3, 8, 18 разів при швидкостях плазмового джерела енергії 60, 160, 360 мм/хв відповідно.

6. Установлено, що, незважаючи на підвищення потужності індукційного джерела нагрівання при інтенсифікації процесу вирощування монокристалів вольфраму, витрата електроенергії знижуються на 50%, 56%, 64% при збільшенні швидкості переміщення плазмового джерела до 60, 160, 360 мм/хв відповідно, що становить економію електричної енергії на рівні 80, 94, 104 кВт×год/кг у порівнянні з базовою технологією, за якою витрати електроенергії становлять 160 кВт×год/кг.

7. Установлено, що одним із вагомих чинників, що впливають на інтенсифікацію технології, є фізичне обмеження потужності індукційного підігріву, що припадає на одиницю площі монокристала, яке обмежується можливістю індуктора передати в

монокристал необхідну кількість енергії, і отже забезпечити допустимий градієнт температур у зоні переходу вольфраму з рідкого стану в твердий. Запропоновано виконати модернізацію вузла індукційного джерела енергії із забезпеченням перерозподілу електромагнітної енергії по висоті злитка, збільшуючи потужність виділення її в верхній і зменшуючи в нижніх секціях.

8. Показано, що профільований злиток вольфраму, отриманий при швидкостях переміщення металевої ванни від 17 до 70 мм/хв, являє собою монокристалічне тіло з кристалографічною орієнтацією відповідної орієнтації зародкового кристала.

9. Показано, що з ростом ступеня інтенсифікації процесу вирощування, тобто зі збільшенням максимальної швидкості переміщення металевої ванни до 70 мм/хв відбувається подрібнення субструктури при рівномірному розподілі щільності дислокацій по всьому об'єму монокристала. При цьому дезорієнтація малокутових меж не перевищує 2 градусів, що значно менше допустимого максимального нормованого значення - 5 градусів.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ

- статті внесені до реєстру міжнародних наукометричних баз [Scopus]:

1. **Гниздыло А.Н.** Технологические возможности применения плазменно-индукционной зонной плавки при получении крупных монокристаллов тугоплавких металлов / А. Н. Гниздыло, В. В. Якуша // *Металлофизика и новейшие технологии*. - 2006. - 28, спец. вып. - С. 337-345.

2. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Тепловое поле монокристалла при комбинированном нагреве. *Современная электроталлургия*. 2003. №1. С. 22–24.

3. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Тепловое поле крупногабаритных тугоплавких монокристаллов при комбинированном плазменно-индукционном нагреве. *Современная электроталлургия*. 2003. №3. С. 24–26.

- статті в спеціалізованих наукових виданнях України:

4. Перспективы и совершенствование плазменно-индукционной технологии выращивания монокристаллов тугоплавких металлов/ **А.Н. Гниздыло**// *Современная электроталлургия*.-2015.-№3.-С.16-22.

5. Математическая модель плазменно-индукционного процесса выращивания монокристаллов тугоплавких металлов./ **А.Н. Гниздыло**, В.В. Якуша, В.А. Шаповалов, О.В. Карускевич, Ю.А. Никитенко, Н.В. Козуб// *Современная электроталлургия*. – 2018. – № 1.– С. 28–36.

6. Патон Б.Е., Григоренко Г.М., Маркашова Л.И., Шаповалов В.А., Бердникова Е.Н., Половецкий Е.В., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Структура крупных профилированных монокристаллов вольфрама, полученных аддитивным плазменно-индукционным наплавлением. *Современная электроталлургия*. 2018. №4. С. 42–51.

7. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.**, Смалюх А.Р., Ботвинко Д.В. Влияние перемещения плазменного источника нагрева на формирование структуры плоских монокристаллов вольфрама. *Современная электрометаллургия*. 2011. №2. С. 26–39.

8. Shapovalov V.A., Yakusha V.V., **Gnizdylo A.N.**, Nikitenko Yu.A. Technological special features of plasma-induction growth of large tungsten single crystals. *Advanced in Electrometallurgy*. 2012. vol. 10. P. 185-190.

9. Шаповалов В.А., Якуша В.В., Никитенко Ю.А., Долиненко В.В., **Гниздыло А.Н.**, Жолудь В. В. Изучение температурного поля профилированных монокристаллов вольфрама, получаемых плазменно-индукционным способом. *Современная электрометаллургия*. 2014. №3. С. 31–35.

10. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.**, Никитенко Ю.А. Применение аддитивных технологий для выращивания крупных профилированных монокристаллов вольфрама и молибдена. *Автоматическая сварка*. 2016. №5-6. С. 145–147.

11. Шаповалов В.А., **Гниздыло А.Н.**, Якуша В.В., Никитенко Ю.А., Жиров Д.М., Гнатушенко А.В., Волченков Е.А Особенности кристаллизационного рафинирования в процессе выращивания плоских монокристаллов тугоплавких металлов при плазменно-индукционной плавке. *Современная электрометаллургия*, 2012, № 2, С. 34–42.

12. Шаповалов В.А., Торхов Г.Ф., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Исследование состава плазмообразующего газа и основных параметров при плазменно-индукционном выращивании тугоплавких монокристаллов. *Вестник Восточноевропейского национального университета им. В. Даля*. – Луганск. – 2003. №11 –с. 252-259

- статі опубліковані в закордонних виданнях:

13. Жадкевич М.Л., Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Тепловое состояние тугоплавких монокристаллов и формирование субструктуры при плазменно-индукционной зонной плавке. *Горный информационно-аналитический бюллетень* : тематическое приложение Функциональные материалы. Москва. 2005. С. 253–266.

14. Shapovalov V.A., Yakusha V.V., **Gnizdylo A.N.**, Nikitenko Yu.A. Technological special features of plasma-induction growth of large tungsten single crystals. *Advanced in Electrometallurgy*. 2012. vol. 10. P. 185-190.

- патенти України:

15. Шаповалов В. О., Торхов Г. Ф., **Гніздило О. М.**, Якуша В. В. Пристрій для вирощування монокристалів тугоплавких металів: патент на винахід № UA 81184, Україна. №a200604686; заявл. 27.04.2006; опубл.: 10.12.2007, Бюл. № 20.

16. Шаповалов В.О.; Колесніченко В.І., **Гніздило О.М.**, Карускевич О.В., Якуша В.В. Спосіб виготовлення тиглів, посудів, труб та профільованих виробів з тугоплавких матеріалів з монокристалічною, полікристалічною та певною структурою: патент на винахід № UA 95541, Україна. №a201000456; заявл. 18.01.2010; опубл.: 10.08.2011, Бюл. № 15.

- тези та матеріали доповідей науково-технічних конференцій:

17. **Гніздило О.М.**, Якуша В.В. Влияние состава плазмобразующего газа на формирование металлической ванны при выращивании монокристаллов вольфрама. Збірка тезисів III Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів „Зварювання та суміжні технології”. – Київ. -2005. – с. 75-77.

18. Шаповалов В.А., **Гніздыло А.Н.**, Якуша В.В. Технологические особенности плазменно-индукционного процесса выращивания крупных монокристаллов тугоплавких металлов. *Проблемы сварки, металлургии и родственных технологий*: сб. трудов IX Международной научно-технической конференции (21-22 октября 2004 г.) / Ассоциация сварщиков Грузии. Тбилиси: GWA, 2004. С. 26–35.

19. Шаповалов В.А., Жадкевич М.Л., Якуша В.В., **Гніздыло А.Н.** Новая технология выращивания крупных монокристаллов тугоплавких металлов из жидкой фазы. *Современное материаловедение: достижения и проблемы*: тезисы докладов Международной конференции MMS-2005 (26-30 сентября 2005 г.). Киев., 2005. С. 212–213.

20. Якуша В.В., **Гніздыло А.Н.** Влияние скорости переплава и диаметра расходуемых прутков на процесс каплеобразования при выращивании плоских монокристаллов вольфрама. *Зварювання та суміжні технології*: зб. тез доповідей III Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів / Ін-т електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України. К., 2005. С. 87-89.

21. Якуша В.В., **Гніздило О.М.** Співвідношення потужності плазмово-дугового та індукційного джерел нагріву при ПЗП монокристалів тугоплавких металів. *Зварювання та суміжні технології*: зб. тез доповідей IV Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів (23 – 25 травня 2007 р.) / Ін-т електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України. К., 2007. С. 123.

22. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гніздыло А.Н.** Супербольшие профилированные монокристаллы вольфрама и молибдена (плазменно-индукционный метод). *Сварка и родственные технологии – настоящее и будущее*: сб. тез. студ. докладов Международной конференции (25-26 ноября 2013 г.) / Ин-т электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины. Киев, 2013. С. 197.

23. Якуша В.В., **Гніздыло А.Н.** Температурное поле плоских монокристаллов вольфрама, получаемых плазменно-индукционным способом. *Зварювання та споріднені технології*: зб. тез доповідей VIII Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів (20 – 22 травня 2015 р.) / Ін-т електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України. К., 2015. С. 156.

АНОТАЦІЯ

Гніздила О.М. Інтенсифікація процесу плазмово-індукційного вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму. — Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.02 - «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних

сплавів» (013 – Механічна інженерія). Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, Київ, 2021.

Дисертаційна робота присвячена дослідженню теплофізичних і металургійних закономірностей при інтенсифікації технології плазмово-індукційного вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму, установлення впливу основних технологічних параметрів і режимів плазмово-індукційного процесу на їх структуроутворення, а також розробці дослідно-промислової технології з високими показниками продуктивності й економічної ефективності виробництва монокристалів.

Установлено, що в умовах підвищення інтенсифікації процесу при базовому підігріві спостерігається зростання динамічного впливу плазмової дуги на теплове поле монокристала, тому при підвищенні інтенсифікації процесу зниження температурного градієнта безпосередньо в ближній зоні межі фазового переходу рідина-кристал було досягнуто шляхом збільшення температури у верхній області злитка за рахунок потужності тепловкладення від індукційного джерела нагрівання.

Установлено за допомогою математичного моделювання, що при рівні підігріву індукційного джерела енергії, при якому забезпечується температура площини нарощування 2273, 2773, 3273 К, можливо отримати зростання інтенсифікації процесу в 3, 8 та 18 разів при швидкостях плазмового джерела енергії 60, 160, 360 мм/хв відповідно з забезпеченням характеристик теплового поля, наближених до базового рівня та дозволяє отримати зниження витрат електромагнітної енергії, що становить у порівнянні з базовою технологією 50%, 56% і 64%, чи 80, 94 і 104 кВт×год/кг.

Установлено при дослідженні структурної досконалості отриманих великих профільованих монокристалів вольфраму, що з ростом інтенсифікації процесу в межах від 17 до 70 мм/хв відбувається подрібнення субструктури при рівномірному (безградієнтному) розподілі щільності дислокаційної картини і показано, що при отриманих швидкостях злиток є монокристалічним тілом із кристалографічною орієнтацією, відповідною до орієнтації зародкового кристала, із забезпеченням розорієнтації малокутових меж, що не перевищують 2 град. та лежить в межах допустимих значень для металевих монокристалів.

На базі проведених досліджень розроблена технологія отримання великих монокристалів тугоплавких металів у вигляді пластин при плазмово-індукційному зонному вирощуванні, яка забезпечує високі показники продуктивності та економічної ефективності з забезпеченням монокристалічної структури злитків вольфраму.

Ключові слова: монокристали тугоплавких металів, вольфрам, плазмово-індукційна зонна плавка, зародковий кристал, субструктура, математичне моделювання, теплове поле, температурні градієнти.

THE ABSTRACT

Gnizdylo O.M. Intensification of the process of plasma-induction growing of large profiled tungsten single crystals. - Manuscript.

The thesis for the scientific degree of Candidate of Technical Sciences in specialty – 05.16.02 “Metallurgy of ferrous and nonferrous metals and special alloys” (013 – Mechanical Engineering). – E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2021.

The dissertation is devoted to the study of thermophysical and metallurgical laws during the intensification of the technology of plasma-induction growing of large profiled tungsten single crystals, the establishment of the influence of the main technological parameters and modes of the plasma-induction process on their structure formation, as well as the development of a pilot-industrial technology with high productivity and economic efficiency of production single crystals.

It was been established that under conditions of increased intensification of the process, while providing the power of induction heating at the level of the basic technology, an increase in the dynamic effect of the plasma arc on the thermal field of the single crystal is observed. A decrease in the temperature gradient directly in the near zone of the liquid-crystal phase transition boundary was achieved by increasing the temperature in the upper region of the ingot by increasing the heat input from the induction heating source.

It was established by means of mathematical modeling that, at the level of heating of the induction energy source, at which the temperature of the build-up plane is 2273, 2773, 3273 K., it is possible to obtain an increase in the intensification of the process by 3, 8 and 18 times at the speeds of the plasma energy source 60, 160, 360 mm/min, respectively, with the provision of the characteristics of the thermal field close to the basic level, and allows you to obtain a reduction in electricity consumption, which is 50%, 56% and 64%, or 80, 94 and 104 kW×h/kg in comparison with the basic technology.

In the study of the structural perfection of the obtained large profiled tungsten single crystals, it was found that with an increase in the intensification of the process in the range from 17 to 70 mm / min, subgrains are refined with a uniform (gradientless) distribution of the density of the dislocation pattern. It is shown that at the corresponding velocities of the plasma heating source, the ingot is a single-crystal body, the crystallographic orientation of which corresponds to the orientation of the seed crystal, with the provision of misorientation of low-angle boundaries, which do not exceed 2 deg and lie within the permissible values for metal single crystals.

On the basis of the studies carried out, a technology has been developed for growing large profiled single crystals of tungsten in the form of plates in the process of plasma induction zone melting, which provides high performance and economic efficiency with the provision of a monocrystalline structure of tungsten ingots.

Keywords: single crystals of refractory metals, tungsten, plasma-induction zone melting, seed crystal, substructure, mathematical modeling, thermal field, temperature gradients.

Підписано до друку 18.03.2021 р. Формат 60x84/16. Пап. оф. №1 Офс. друк.
Ум. друк. арк. 0,7. Ум. Фарбо-відб. 0,9. Тираж 130 прим. Зам. №389
ПОД ІЕЗ ім. Є.О. Патона, 03150, м. Київ-150, МСП, вул. Антоновича, 69