

ІНСТИТУТ ЕЛЕКТРОЗВАРЮВАННЯ ІМ. Є.О. ПАТОНА
НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ

Кваліфікаційна наукова
-праця на правах рукопису

ГНІЗДИЛО ОЛЕКСАНДР МИКОЛАЙОВИЧ

УДК 669.24/.29+548.55

ДИСЕРТАЦІЯ

**ІНТЕНСИФІКАЦІЯ ПРОЦЕСУ ПЛАЗМОВО-
ІНДУКЦІЙНОГО ВИРОЩУВАННЯ КРУПНИХ
ПРОФІЛЬОВАНИХ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ**

05.16.02 – «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів»
13 – Механічна інженерія

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

О.М. Гніздило

(підпис, ініціали та прізвище здобувача)

Науковий керівник: _____ **Шаповалов Віктор Олександрович**
доктор технічних наук, професор, член.-
корр.

Київ – 2021

АНОТАЦІЯ

Гніздило О.М. Інтенсифікація процесу плазмово-індукційного вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук (доктора філософії) 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.

Дисертацію присвячено дослідженню теплофізичних та металургійних закономірностей процесу вирощування крупних профільованих монокристалів вольфраму способом плазмово-індукційного зонного плавлення (ПЗП), встановленню залежностей технологічних параметрів і режимів вирощування при інтенсифікації процесу та його впливу на структурні особливості монокристала вольфраму, а також розробка технології їх отримання з високими техніко-економічними показниками на дослідно-промисловому устаткуванні.

В дисертаційній роботі виконано аналіз існуючого плазмово-індукційного способу отримання великих плоских монокристалів вольфраму у напрямку підвищення інтенсифікації процесу. Розглянуті проблеми дозволили запропонувати шляхи для заходів, що забезпечили високу продуктивність та економічну ефективність процесу вирощування монокристала вольфраму.

В даній роботі було виконано обґрунтування та вибір методів дослідження теплового стану монокристала, що дозволило дослідити динаміку картини теплового поля в залежності від ступеня інтенсифікації процесу. Для більш детального дослідження ПЗП існуюча математична модель, яка побудована на рівнянні теплопровідності, отримала розвиток в результаті її об'єднання з системою рівнянь електромагнітного поля.

Розроблена математична модель процесу ПЗП на базі числових методів дозволяє отримувати картини теплових полів монокристалів заданої геометрії

в залежності від технологічних параметрів плазмового і індукційного нагріву при спільному вирішенні електромагнітної і теплової задачі у відповідності до технологічної схеми процесу вирощування монокристалів.

Для оцінки адекватності даних математичного моделювання було проведено натурні дослідження контактного визначення температур в плоскому монокристалі вольфраму за допомогою вольфрам-ренієвих термопар. Максимальне відхилення значень кривої отриманої експериментальним шляхом, становило від теоретичної 250 К. За результатами проведених досліджень було виконано корекцію параметрів математичної моделі, що дозволило підвищити її достовірність.

Дослідження підвищення інтенсифікації процесу при потужності індукційного нагріву на рівні базової технології виявило зростання динамічного впливу плазмової дуги на теплове поле монокристала, та 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, 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.

Також було отримано розрахункові залежності потужності тепловкладення плазмового джерела по довжині злитка, в залежності від ступеня інтенсифікації процесу та дозволило спрогнозувати необхідну потужність плазмового джерела при відпрацюванні технологічних режимів.

Комплексний підхід з залученням даних натурних досліджень та математичного моделювання дозволив встановити картини теплового поля у високотемпературній області плоского монокристала вольфраму, що має важливе значення у зв'язку з тим що отримання їх через істотні складнощі іншими методами практично неможливо.

Розроблена методика математичного моделювання дозволяє проводити прогнозування технологічних параметрів вирощування монокристалів на основі аналізу теплової картини монокристала, при зміні геометрії злитка і конструкції електромагнітної системи.

За допомогою математичних розрахунків були отримані характеристики теплового поля при різних режимах переміщення плазмового джерела нагріву та впливу рівня вкладу потужності індукційного джерела енергії на динамічні характеристики картини теплового поля. Було встановлено 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 на 50%, 56% і 64%, чи 80, 94 і 104 кВт×год/кг відповідно до швидкісних режимів.

При дослідженні структурної досконалості отриманих великих профільованих монокристалів вольфраму встановлено, 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, плазово-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. - Qualification research paper as 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 research of thermophysical and metallurgical regularities of the process of growing large profiled tungsten single crystals by the method of plasma-induction zone melting (PIZM), 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.

In the dissertation work the analysis of the existing plasma-induction method of obtaining large flat tungsten single crystals in the direction of increasing the intensification of the process is performed. The considered problems allowed to suggest ways for the measures which have provided high productivity and economic efficiency of process of growing of a single crystal of tungsten.

In this work, the substantiation and choice of methods for studying the thermal state of a single crystal was performed, that allowed to investigate the dynamics of the thermal field pattern depending on the degree of process intensification. For a more detailed study of PIZM, the existing mathematical model, which is based on the equation of thermal conductivity, was developed as a result of its combination with the system of equations of the electromagnetic field.

The developed mathematical model of PIZM process on the basis of numerical methods allows to receive pictures of thermal fields of single crystals of the set geometry depending on technological parameters of plasma and induction heating at the joint decision of electromagnetic and thermal problem according to the technological scheme of process of growing of single crystals.

To assess the adequacy of mathematical modeling data, field studies of contact determination of temperatures in a flat tungsten single crystal using tungsten-rhenium thermocouples were performed. The maximum deviation of the values of the curve obtained experimentally was from the theoretical 250 K. According to the results of the research, the parameters of the mathematical model were corrected, which allowed to increase its reliability.

The study of increasing the intensification of the process at the power of induction heating at the level of the basic technology revealed an increase in the dynamic effect of the plasma arc on the thermal field of the single crystal. It is theoretically established that with the intensification of the PIZP process due to the increase in the speed of the plasma heat source from 20 to 320 mm/min, there is an increase in the temperature gradient in the region of the phase transition from 170 to 350 K/mm. Therefore, with increasing intensification of the process of reducing the temperature gradient directly in the near zone of the liquid-crystal phase transition was achieved by increasing the temperature in the upper region of the ingot due to the heat input from the induction heat source.

It was also obtained the calculated dependences of the power of the plasma source along the length of the ingot, depending on the degree of intensification of the process and allowed to predict the required power of the plasma source during the development of technological modes.

An integrated approach involving field research and mathematical modeling allowed to establish thermal field patterns in the high-temperature region of a flat tungsten single crystal, which is important due to the fact that obtaining them due to significant difficulties by other methods is almost impossible.

The developed technique of mathematical modeling allows to carry out forecasting of technological parameters of cultivation of single crystals on the basis of the analysis of a thermal picture of a single crystal, at change of geometry of an ingot and a design of electromagnetic system.

With the help of mathematical calculations, the characteristics of the thermal field at different modes of movement of the plasma heat source and the influence of the power input level of the induction energy source on the dynamic characteristics of the thermal field picture were obtained. It was established by mathematical modeling that at the heating level of the induction energy source, which provides the temperature of the build-up plane 2273, 2773, 3273 K, it is possible to increase the process intensification by 3, 8 and 18 times at plasma energy source speeds of 60, 160, 360 mm/min in accordance with the characteristics of the thermal field close to the baseline and allows to reduce the consumption of electromagnetic energy, which is compared to the base technology by 50%, 56% and 64%, or 80, 94 and 104 kW×h/kg according to speed modes.

In the study of the structural perfection of the obtained large profiled tungsten single crystals, it was found that with the increase in the intensification of the process in the range from 17 to 70 mm/min, subgrains are refined with an 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.

Список публікацій здобувача (List of publications):

- 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. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 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. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 2003. №3. С. 24–26.

- статі в спеціалізованих наукових виданнях України:

4. Перспективы и совершенствование плазменно-индукционной технологии выращивания монокристаллов тугоплавких металлов/ **А.Н. Гниздыло**// *Современная электрометаллургия*.-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 электрометаллургия*. – 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 электрометаллургия*. 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 Восточноукраинского 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. Sharovalov 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. №а200604686; 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. №а201000456; 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 плазмообразующего газа на формирование металлической ванны при выращивании монокристаллов вольфрама. Збірка тезисів III Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів „Зварювання та суміжні технології”.– Киев. -2005. – с. 75-77.

18. Шаповалов В.А., **Гниздыло 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., **Гниздыло 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., **Гниздыло А.Н.** Влияние скорости переплава и диаметра расходимых 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., **Гниздыло А.Н.** Супербольшие профилированные монокристаллы вольфрама и молибдена (плазменно-индукционный метод). *Сварка и родственные технологии – настоящее и будущее*: сб. тез. стэнд. 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., **Гниздыло 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.

ЗМІСТ

АНОТАЦІЯ	1
ВСТУП	14
РОЗДІЛ 1 МОНОКРИСТАЛИ ВОЛЬФРАМУ: ЗАСТОСУВАННЯ, ВЛАСТИВОСТІ, УМОВИ ВИРОЩУВАННЯ	22
1.1 Застосування монокристалів вольфраму	22
1.2 Особливості структури орієнтованих металевих монокристалів, отриманих рідкофазовими методами	24
1.3 Вплив теплових умов на формування структури монокристалів тугоплавких металів	28
1.4 Способи отримання та характеристики монокристалів тугоплавких металів	33
1.5 Плазмово-індукційний спосіб вирощування монокристалів вольфраму та молібдену	37
1.6 Моделювання процесу плазмово-індукційного нагріву	40
1.7 Показники якості металевих монокристалів	44
Мета і завдання дослідження.....	47
РОЗДІЛ 2 УСТАТКУВАННЯ, МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕНЬ	49
2.1 Плазмово-індукційна установка для вирощування монокристалів тугоплавких металів УП-122М.....	49
2.2 Вимоги до якості витратних прутків та матеріалів.....	59
2.3 Математична модель теплового стану монокристала в умовах плазмово- дугового нагріву	60

2.4	Методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на структурну досконалість вирощуваних монокристалів	74
2.5	Методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на геометричні параметри металеві ванни.....	78
2.6	Методика дослідження температурного поля плоских монокристалів вольфраму на фізичній моделі.....	82
2.7	Методи та апаратура фізико-хімічного аналізу	86
	Висновки.....	87
РОЗДІЛ 3 ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ ПРОЦЕСУ НА УМОВИ ФОРМУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ		89
3.1	Вплив інтенсифікації процесу на геометричні параметри локальної рідкої металеві ванни.....	89
3.2	Натурні дослідження теплового стану монокристала вольфраму	95
3.3	Корекція математичної моделі на базі даних натурних експериментів	101
3.4	Дослідження інтенсифікації процесу плазмово-індукційної технології вирощування монокристалів вольфраму при базовому індукційному підігріві.....	110
3.5	Дослідження впливу потужності індукційного джерела нагріву на характеристики картини теплового поля монокристала вольфраму при індивідуальній роботі	125
3.6	Вплив потужності індукційного та плазмово-дугового нагріву на динамічні характеристики теплового поля злитка.....	130
	Висновки.....	147

РОЗДІЛ 4 РОЗРОБКА ТЕХНОЛОГІЇ ВИРОЩУВАННЯ ПЛОСКИХ ТУГОПЛАВКИХ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ В УМОВАХ ПЛАЗМОВО-ІНДУКЦІЙНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ З ВИСОКИМИ ПОКАЗНИКАМИ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ ПРОЦЕСУ	150
4.1 Технологія вирощування крупних плоских монокристалів вольфраму з високими показниками інтенсифікації процесу	150
4.1.1 Підготовка установки до процесу отримання монокристалів вольфраму	150
4.1.2 Технологічні режими вирощування	151
4.1.3 Технологія вирощування.....	154
4.2 Структурна досконалість монокристалів вольфраму отриманих за інтенсифікованою технологією	157
4.3 Техніко-економічні показники інтенсифікації процесу вирощування	162
Висновки.....	167
ЗАГАЛЬНІ ВИСНОВКИ	168
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ	171
ДОДАТОК	192
СПИСОК НАУКОВИХ ПУБЛІКАЦІЙ ЗДОБУВАЧА ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ	192

ВСТУП

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 у світі у вигляді великогабаритних пластин-заготовок для широкоформатного монокристалічного прокату.

До недавнього часу супервеликі 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

плазмоутворюючих 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 плазово-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 плазово-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 профільованих монокристалів вольфраму методом плазово-індукційної плавки.

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

Методи дослідження.

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

Теплофізичні процеси при плазмово-індукційному вирощуванні монокристалів вивчали за допомогою проведення натурних експериментів за допомогою контактних та безконтактних способів вимірювання температури. Теоретичні дослідження характеристик теплового поля виконувалися за допомогою числових 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 зворотної 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 дослідження монокристалічної структури також проводили вимір густини металу методом гідростатичного зважування та характеристик 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 (Ar+30 об.% He+10 об.% H₂) замість суміші (Ar+70 об.% He), що використовувалася раніше, дозволяє зменшити витрати дорогого газу гелію в два 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, які 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 22x180x210 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 у 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: ІХ Міжнародній науково-технічній конференції “ Проблеми зварювання, металургії і споріднених технологій ” (м. Тбілісі, Грузія, 2004 рр.); ІІ, ІІІ, ІV та VІІІ 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 зі 226 джерел. Основна частина дисертації викладена на 152 сторінках.

РОЗДІЛ 1 МОНОКРИСТАЛИ ВОЛЬФРАМУ: ЗАСТОСУВАННЯ, ВЛАСТИВОСТІ, УМОВИ ВИРОЩУВАННЯ

1.1 Застосування монокристалів вольфраму

Останнім часом завдяки розвитку наукоємних технологій у багатьох сферах фундаментального та прикладного спрямування посилюється тенденція щодо застосування монокристалів тугоплавких металів, зокрема вольфраму, в якості конструкційних і функціональних матеріалів. Цьому сприяють виняткові властивості, які притаманні таким матеріалам: висока температура плавлення, висока стійкість до змінних навантажень та циклічних температур, високий опір повзучості при температурах понад 2200°C, стійкість до радіоактивного опромінення, висока стійкість у середовищі розплавів і парів лужних металів, анізотропія властивостей [59,66,113,117,120,225].

Монокристали тугоплавких металів характеризуються високою технологічністю, що дозволяє виробництво з них засобами пластичної деформації напівфабрикатів у вигляді листу, дроту чи смуг для створення катодів, анодів, сіток, ниток розжарювання, нагрівачів електронних вакуумних пристроїв [53,159].

Завдячуючи такій унікальній сукупності властивостей, що притаманні тільки монокристалом тугоплавких металів, вони знайшли ефективне застосування в МГД-генераторах, термоємисійних перетворювачах енергії [40,50,68,69,121,200] тощо.

Створення нових матеріалів у рамках проекту міжнародного експериментального термоядерного реактора (ITER) є на сьогодні однією з найважливіших задач сучасності матеріалознавчої науки [128]. Серед них особливо гостро стоять питання розроблення матеріалів для термонавантажених елементів реактора, що безпосередньо контактують з

високоенергетичною плазмою, наприклад захисних пластин дивертора [14,87,90]. Багато дослідників відзначають перспективність застосування вольфраму в якості конструкційного матеріалу в термоядерному реакторі [13,14,31,36,87,182]. Однак, все ще до теперішнього часу найбільш поширеними технологіями отримання виробів із вольфраму є технології порошкової металургії, яким властиві істотні недоліки – виникнення крихкості при низьких температурах і ріст зерен при високих температурах [14,182]. При експлуатації в структурі порошкових вольфрамових виробів в наслідок термічних ударів виникають тріщини, характер яких залежить від форми і розміру зерен [14,198]. Подібні проблеми мають місце і при експлуатації виробів із вольфраму, які виготовлені за технологіями епітаксії.

Дослідження щодо поведінки зразків різних марок вольфраму в умовах теплових навантажень, що виникають при порушенні режимів плазми в термоядерному реакторі, показали, що всі випробувані марки вольфраму, за винятком монокристалічного, проявляють тенденцію до значного тріщиноутворення в поверхневому шарі [90,201,225].

Подібні дослідження інших авторів щодо прогнозування термінів експлуатації зразків із вольфраму в умовах, аналогічних до ITER, показують, що порівняно з іншими тривалість проектної експлуатації виробів із монокристалічного вольфраму суттєво вища і може складати до 20 років [22,35, 50,126,128,144,147,187,190,222].

На сьогодні відзначається інтенсивний розвиток технологій отримання монокристалів напівпровідникових матеріалів великого розміру, зокрема сапфіру (α - Al_2O_3), нітридів алюмінію (AlN) та галію (GaN). Тому наразі також стоїть гостро проблема підвищення стійкості тиглів, у яких одержують відповідні матеріали. Традиційно для таких цілей використовують тиглі з Nb, W, Ta, TaC, WC, ZrB_2 , які виробляють за технологіями порошкової металургії. Основний недолік порошкових тиглів пов'язаний з рекристалізаційними процесами при операціях нагрівання та охолодження, що супроводжуються неконтрольованим ростом зерен і розвитком тріщин внаслідок міжзеренної

втрати міцності. Звідси головні вимоги до матеріалу тиглів зводяться до забезпечення високої щільності і досконалості структури, в найбільшій повній мірі, які може задовольнити саме вольфрам у монокристалічному стані [11,12,184,186,192,199,205,215,221].

Монокристали тугоплавких металів, окрім вище наведеного, застосовуються при дослідженні фізичних процесів каналування швидких часток у кристалах [6,183], працюють у аналітичному обладнанні та прискорювачах [223], які використовуються в авіа-, космо- та ракетобудуванні [196,210,211,212,217,218,219].

Монокристали тугоплавких металів є перспективними матеріалами, застосування яких у значній мірі залежить від геометрії їх отримання. На сьогоднішній день технологія плазмово-індукційної зонної плавки, що розроблена в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, дозволяє вирощувати найбільші у світі орієнтовані монокристали вольфраму у формі пластин [216]. Однак, ця унікальна технологія є досить дороговартісною і для розширення областей застосування профільованих монокристалів вольфраму її доцільно розвивати в напрямку підвищення продуктивності та економічної ефективності, тобто виконати комплекс заходів щодо інтенсифікації даного процесу.

1.2 Особливості структури орієнтованих металевих монокристалів, отриманих рідкофазовими методами

Із теорії твердого тіла відомо про велику кількість різного роду структурних дефектів, за допомогою яких характеризують ступінь досконалості монокристалічної будови [34,43,52,77,107,146,150,189,191,208]. При вирощуванні металевих монокристалів особливу увагу приділяють вивченню таких дефектів, як вакансії, дислокації і домішки, що мають найбільший вплив на їхні властивості [17,61,97,174,209]. Ступінь цього впливу

залежить від локальної концентрації дефектів, величина якої визначається умовами протікання кристалізаційних процесів у твердій і рідкій фазах.

Вакансії відносять до дефектів, рівноважна концентрація яких визначається температурною залежністю. Незважаючи на те, що зі зниженням температури концентрація вакансій зменшується згідно з експонентною залежністю, вони відіграють важливу роль у механізмах формування кристалічної структури. Як правило, в реальних умовах рівноважна концентрація вакансій не досягається, що призводить до їх локального пересичення і утворення більш стабільних скупчень, так званих «дисків вакансій». Відповідно до вакансійного механізму із цих скупчень утворюються дислокації [107]. Разом із дислокаціями, що виникають за механізмами пластичної деформації, вони істотно впливають на механічні властивості вирощуваних монокристалів [52,107,189,209,226]. Питання щодо особливостей утворення дислокації в монокристалах і їх кількісної оцінки заслуговують на увагу в контексті одного із основних критеріїв їхньої структурної досконалості [107].

Виникнення та розподілення дислокацій у тілі монокристала пов'язано з нерівноважними умовами їх вирощування. Як показують дослідження, дислокації можуть утворюватися як безпосередньо біля фронту кристалізації, так і у твердому тілі.

Дислокації, що виникли в кристалі в результаті дії різних механізмів, взаємодіють між собою, утворюючи полігонізаційні ряди [52,107,146,189,191,206,208,213]. Цей процес полігонізації відіграє істотну роль у формуванні малокутових меж як найбільш суттєвих порушень досконалості структури металевих монокристалів [43,107,150]. У результаті переміщення дислокації в металевих монокристалах формується реальна мозаїчна кристалічна структура (рис. 1.1), до складу якої входять субблоки різного масштабного рівня та субграниці, що їх відокремлюють [174].

Дислокації на відміну від вакансій є метастабільними утвореннями, тому

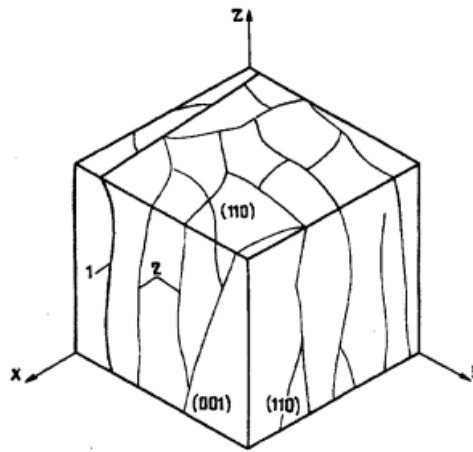


Рис. 1.1. Субграниці монокристалу: 1-границя субзерен 1-ого порядку; 2-границя субзерен 2-ого порядку

зниження їхньої концентрації є складним завданням. У порівнянні з технологіями отримання напівпровідникових монокристалів для металевих монокристалів це завдання ускладнюється тим, що енергія утворення дислокацій у металах суттєво менша, а значить при однакових умовах їх виникнення відбувається набагато легше. Тому для забезпечення високої якості металевих монокристалів необхідно більш суворий контроль умов їх вирощування. Із усіх факторів, що впливають на виникнення й розмноження дислокацій при вирощуванні монокристалів тугоплавких металів, найбільш негативну дію мають наявні домішки впровадження та заміщення. Вони, з одного боку, самі є причиною виникнення дислокацій у тілі монокристалу, а з іншого, перешкоджають рухові дислокацій і гальмують процеси їхньої анігіляції, призводячи до їх накопичення й розмноження. [17,52,107,146,189,213].

Вивчення впливу основних домішок (C, O, N) на властивості та структуру монокристалів тугоплавких металів є однією з добре досліджених проблем [37,86,113,114,115].

Дослідження складу та структури монокристалів тугоплавких металів, які були отримані за допомогою рідкофазних методів, показали, що найбільш шкідливою, що важко видаляється, домішкою для вольфраму та молібдену є вуглець [15, 16, 34, 35]. Маючи високу розчинність у рідкій фазі й низьку

розчинність у кристалі, він у процесі кристалізації утворює окрему карбідну фазу основного металу.

Також багато авторів відзначають суттєвий вплив на механічні властивості монокристалів тугоплавких металів кисню, що розташовується у вигляді оксидів у субзеренних межах, викликаючи низькотемпературну крихкість металу.

При вирощуванні монокристалів тугоплавких металів особливості формування домішкової структури визначаються процесами, які протікають поблизу фронту кристалізації. Для їх вивчення широке практичне застосування отримала теорія зонної кристалізації, яка дозволяє установити залежності концентрації домішок у твердому тілі від основних технологічних параметрів плавки з урахуванням їхньої природи, конвекційних і дифузійних процесів у розплаві, умов тепло- та масопереносу на фронті кристалізації [165].

При порушенні стаціонарних умов вирощування монокристалів в наслідок ефекту зонного рафінування перед фронтом кристалізації створюються умови для утворення концентраційного градієнта домішок. У результаті чого формується кристал із нерівномірним розподілом домішок, що призводить до утворення додаткових структурних дефектів, виникнення локальних напружень і зміни фізичних властивостей.

Слід зазначити, що при отриманні монокристалів тугоплавких металів на відміну від інших, їх кристалізація протікає при значно вищих температурах і супроводжується високими градієнтами температур, які можуть досягати понад 100...150 К/мм. За таких високотемпературних умов формування структури монокристалів не завершується безпосередньо актом кристалізації, а триває і у твердій фазі при їх охолодженні. При цьому більшість дослідників вважають, що при таких умовах основним механізмом утворення дислокацій є саме температурні напруження [24,64,88,101,108,136]. Тому для зменшення ймовірності утворення дислокацій під дією термічних напружень при вирощуванні монокристалів першорядне значення слід

приділити саме питанню дослідження температурних полів у кристалі та розплаві, які формуються під впливом наявних джерел теплоти.

1.3 Вплив теплових умов на формування структури монокристалів тугоплавких металів

Вирощування металевих монокристалів із розплаву є складним фізико-хімічним процесом, у якому теплові умови відіграють визначальну роль щодо показників (критеріїв) структурної досконалості та їхньої якості. Для отримання якісних монокристалів повинні чітко дотримуватися теплові умови, які закладені технологією їх вирощування відповідно до теплофізичних характеристик матеріалу, габаритних розмірів вирощуваних кристалів і безпосередньо характеристик джерел нагрівання.

Формування монокристалів у значній мірі залежить від теплових умов як у твердій, так і в рідкій фазах, тому при аналізі теплового стану злитка розглядають області, які локалізовані в металевій ванні, на фронті кристалізації і безпосередньо у твердому тілі [2,3,74,127]. При цьому особливості протікання кристалізації визначаються характером температурного поля та кінетичними процесами в системі кристал-розплав, що залежать від реальної швидкості вирощування [62,63,122,123].

При вирощуванні монокристалів чистих металів умови кристалізації визначаються з балансу теплового потоку на міжфазній межі. При цьому можливі два принципово відмінних режимів передачі тепла – з додатнім температурним градієнтом, коли теплова енергія відводиться через тверду фазу, і з від’ємним температурним градієнтом, коли вона відводиться як через тверду, так і рідку фази (рис. 1.2) [95,113,145]. Згідно з першим режимом створюються умови для нормального протікання процесу кристалізації, в результаті якого атоми рідкої фази “виморожуються” безпосередньо на поверхні твердої фази. При другому режимі в переохоложеному біля фронту кристалізації розплаві утворюються нові центри кристалізації із випадковою

кристалографічною орієнтацією, що, “вморожуючись” у тверде тіло, можуть призводити до утворення та росту паразитних зерен із орієнтацією, яка відрізняється від орієнтації зародкового кристала. Таким чином, для отримання структурно досконалих монокристалів більш доцільно вибирати технологічні параметри процесу, що будуть забезпечувати теплові умови відповідно до першого режиму.

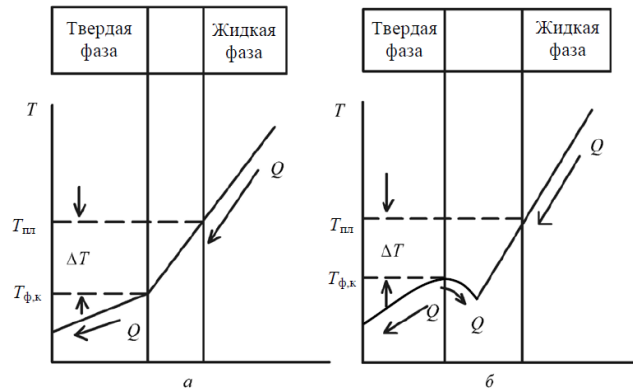


Рис. 1.2. Розподіл температури у твердій і рідкій фазах при вирощуванні кристалів у разі додатного (а) і від’ємного (б) температурного градієнта [95]

При зменшенні величини температурного градієнта і (або) підвищенні швидкості вирощування перед фронтом кристалізації може виникати обмежений шар розплаву, фактична температура якого буде нижче температури ліквідусу, що також створить термодинамічні умови для появи нових центрів кристалізації.

Використовуючи рівняння балансу теплової енергії на поверхні розділу фаз, можна виконати прогноз щодо оптимальної швидкості вирощування монокристалів при даних умовах росту [49,113,115,127,133,145]. Як правило, монокристали тугоплавких металів отримують при швидкості кристалізації 1...6 мм/хв [37,45,86,106,118]. При цьому більшість авторів спостерігали погіршення монокристалічної будови при збільшенні швидкості росту, що проявлялось у рості щільності дислокацій і збільшенні кутів розорієнтації субзерен. Підвищення щільності дислокації при збільшенні швидкості вирощування може бути викликане як процесами, що протікають на фронті

кристалізації, так і тими, що відбуваються під час охолодження кристала. Окремо внесок даних процесів у формування загальної дислокаційної картини має невизначений характер, і питання щодо впливу збільшення швидкості вирощування монокристалів, зокрема тугоплавких металів, на характеристики їх якості на сьогодні є дискусійними. На наш погляд, при створенні сприятливих теплових умов в зоні кристалізації, що забезпечать ефективний відтік тепла від фронту, можна отримати монокристали прийнятної якості при швидкостях вирощування, більш високих за традиційно прийняті. Обґрунтування принципів щодо інтенсифікації технологій вирощування монокристалів тугоплавких металів технічної чистоти дозволить суттєво підвищити продуктивність і економічну ефективність цих процесів.

Світовий досвід виробництва напівпровідникових та металевих монокристалів показує, що підвищення продуктивності базових процесів вирощування вимагає у багатьох випадках докорінної зміни не тільки технологічних режимів вирощування, а й ростового обладнання. Зокрема, при отриманні монокристалів більших розмірів чи значному збільшенні швидкості кристалізації суттєво змінюються теплові умови росту, тому питання інтенсифікації процесів вирощування вирішують нерозривно із задачами забезпеченням необхідного теплового поля.

Інформація щодо аналізу вирощування монокристалів тугоплавких металів при великих швидкостях переміщення рідкої фази вкрай обмежена. До прикладу, найбільші швидкості кристалізації рідкої фази відносяться до процесів зварювання монокристалів вольфраму, що становили 80...1500 мм/хв [98,99,175,197]. За даним цих авторів навіть такі дуже високі швидкості дозволяли отримувати зварні шви з монокристалічною структурою без паразитних центрів кристалізації.

При вивченні теплової картини монокристалів багато дослідників велику увагу приділяють такій характеристиці теплового поля, як температурний градієнт [33,86,100]. Із теорії термопружності відомо, що в умовах нерівномірного нестационарного нагріву, при якому змінюються

фізико-механічні властивості монокристалів, температурні градієнти є показником нерівномірності теплового розширення частин їх тіла [73]. Точно кажучи, при високих температурах реальний процес термопружної деформації тіла є нерівноважним і його незворотність саме обумовлюється градієнтом температури [8,129]. За такого теплового стану у вирощуваному кристалі не забезпечуються умови вільного температурного розширення частин його тіла, що призводить до локальних температурних деформацій та формування в ньому розвинутої дислокаційної структури.

Особливої уваги заслуговують роботи, які присвячені вивченню впливу кривизни фронту кристалізації на досконалість структури тугоплавких монокристалів [39,109,132].

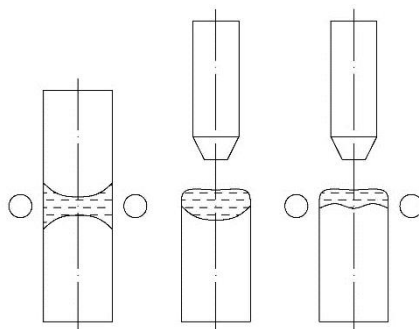


Рис. 1.3. Характер кривизни ванни в залежності від природи джерел нагрівання

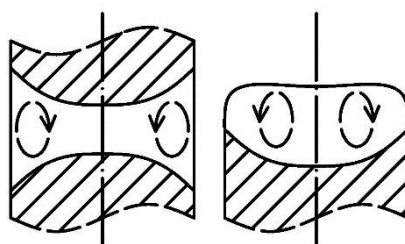


Рис. 1.4. Схеми гідродинамічної картини в рідкій ванні в залежності від умов нагрівання

Як правило, в залежності від теплових і гідродинамічних умов у розплаві кристалізація злитків може відбуватися при увігнутій, випуклій або змішаній формі фронту кристалізації (рис. 1.3, 1.4).

У разі, коли тепловий потік, спрямований через торцеву поверхню, формується увігнутий фронт кристалізації, кривизна якого збільшується з підвищенням потужності. При такій формі фронту кристалізації створюються умови для вираженої ліквідації домішок у центральній частині та формування грубих субзеренних границь.

На відміну від увігнутого фронту кристалізації при плоскому забезпечуються умови для вирощування монокристалів із низькою щільністю дислокацій [94,145]. Однак, на практиці створення умов, які забезпечують його формування, пов'язане зі значними труднощами.

У разі, коли підведення теплового потоку до монокристала забезпечується через бічну поверхню, формується опуклий фронт кристалізації.

При нестабільностях у процесі вирощування зростає вірогідність появи нерегулярних кристалізаційних умов, що супроводжуються утворенням нових центрів кристалізації. Для зменшення або унеможливлення їхньої появи необхідно забезпечувати формування опуклого в бік розплаву фронту кристалізації. У такому випадку, на відміну від плоского фронту, паразитні центри кристалізації будуть відтіснятися до периферії монокристала і вироджуватися.

Фронт кристалізації змішаного типу на практиці зустрічається рідше. Його формування пов'язане з використанням декількох джерел нагріву різної природи, що спостерігається при плазмово-індукційній зонній плавці (ПІЗП) та при зонній плавці з пропусканням струму через монокристал.

Як бачимо, при розробці нових технологічних процесів або вдосконаленні існуючих необхідно приділяти велику увагу щодо забезпечення умов для формування найбільш раціональної геометрії ванни рідкого металу та необхідних характеристик теплового поля.

1.4 Способи отримання та характеристики монокристалів тугоплавких металів

Монокристали тугоплавких металів у основному отримують за допомогою рідкофазних методів вирощування. Порівняно з газофазними методами вони забезпечують вищу продуктивність і дозволяють одержувати відносно великі монокристали. Високі температури плавлення монокристалів тугоплавких металів вимагають застосування безтигельних методів вирощування та використання висококонцентрованих джерел нагрівання. Серед цих методів найбільш розповсюдженими є технології електронно-променевої зонної плавки (ЕПЗП) [21,103,109] та плазово-дугової плавки (ПДП) [15,119] (рис. 1.6 а,б).

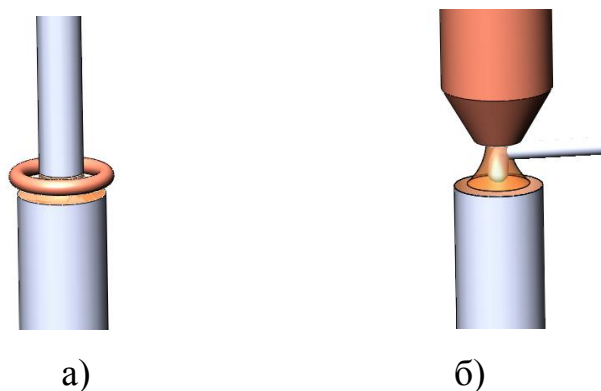


Рис. 1.6. Принципові схеми вирощування тугоплавких монокристалів: електронно-променева зонна плавка (а), плазово-дугова плавка (б)

Уперше монокристали тугоплавких металів із рідкої фази були отримані в кінці 50-х років минулого століття за допомогою ЕПЗП [116]. Подальший розвиток технологій вирощування монокристалів тугоплавких металів був тісно пов'язаний з проблемами збільшення їх розмірів, так як кристали невеликих розмірів істотно обмежували область свого потенційного застосування. Дана проблематика не втратила своєї актуальності й до теперішнього часу. За цей період було розроблено багато способів вирощування, що відрізнялись в основному природою висококонцентрованих

джерел нагріву для наведення та підтримування зони розплавленого металу визначеної геометрії.

При багатопрохідній схемі плавлення методом ЕПЗП вирощують досить чисті монокристали тугоплавких металів (вольфраму, молібдену, танталу та ін.) невеликого діаметра. Обмеження поперечних розмірів цих кристалів пов'язані з силами поверхневого натягу, які не здатні за даних теплових умов вирощування утримувати без витікання об'єм металевої ванни більше критичного. Максимальний діаметр монокристалів, при якому об'єм металевої ванни не перевищує критичного значення, складає 20...25 мм [116]. Такі кристали у своїй більшості характеризуються високою досконалістю монокристалічної структури. Для отримання монокристалів вольфраму і молібдену високого ступеня чистоти для багаторазової зонної перекристалізації використовують вихідну сировину з низьким вмістом шкідливих домішок [67,75].

Можливості методу ЕПЗП щодо отримання кристалів більших діаметрів пов'язані з технологіями зонного периферійного нарощуванням. Їх сутність полягає в послідовному нарощуванні монокристалічних шарів до необхідного діаметра на зародковий кристал у формі стрижня без його наскрізного проплавлення. У такий спосіб були отримані монокристали молібдену та менш тугоплавких металів діаметром до 35 мм [92] і до 55 мм [110,149] відповідно. Макроструктура таких монокристалів характеризується пористістю між зародковим кристалом і наплавленими шарами. Як правило, в зоні нарощених шарів формується недосконала гілляста субструктура, спрямована під кутом до поверхні. Монокристали периферійної зонної плавки мають великі внутрішні напруження, що робить їх майже непридатними для подальшої механічної обробки. Головна невирішена проблема таких способів отримання монокристалів тугоплавких металів пов'язана з високими температурними градієнтами, що виникають у процесі периферійного нарощування.

Застосування методу плазово-дугового плавки (ПДП) у галузі отримання монокристалів мало фундаментальне значення щодо розвитку

продуктивних технологій вирощування монокристалів тугоплавких металів. Сутність цього прогресивного методу базувалась на класичній схемі Вернейля, яку було модифіковано для виробництва тугоплавких кристалів. Щоб забезпечити діапазон температур плавлення тугоплавких металів були використані більш концентровані плазмово-дугові нагрівачі замість газополумєневих, які застосовувались для вирощування монокристалів із меншою температурою плавлення [5]. Це дозволило отримати монокристали вольфраму та молібдену діаметром до 50 мм і 65 мм відповідно [116].

У порівнянні з методом ЕПЗП метод ПДП забезпечив підвищення продуктивності вирощування в кілька разів [116]. Ураховуючи можливість перегрівання при ПДП поверхні ванни рідкого металу до 500°C, рафінувальна здатність цього методу, від ряду шкідливих домішок вища, ніж при однопрохідній ЕПЗП [16]. Вміст вуглецю в монокристалах вольфраму, як правило, не перевищує 0,002...0,005 %. Видалення домішок відбувається на стадії плавлення вихідної заготовки, з розплавленої краплі та безпосередньо з ванни розплаву, причому найбільш інтенсивно на перших двох стадіях [37,116].

Завдяки плазмовим методам вдалося виростити більші за розмірами монокристали вольфраму та молібдену в порівнянні з методами ЕПЗП. Однак, такі монокристали отримані при більш неоднорідних теплових умовах вирощування, і, як наслідок, мають більш розвинену дислокаційну структуру з щільністю дислокацій на рівні $10^6...10^7$ см⁻².

Як нами було показано вище, традиційно монокристали тугоплавких металів вирощують циліндричної форми. Для широкоформатного прокату така форма кристалів із багатьох точок зору є найменш бажаною. Із цією метою були розроблені способи отримання монокристалів тугоплавких металів у вигляді пластин, як найбільш прийнятних заготовок саме для виробництва монокристалічних широкоформатних напівфабрикатів [46,111].

Уперше монокристали тугоплавких металів у вигляді пластини розміром 9,5x38x305 мм були отримані 50 років тому за допомогою плазмово-дугової

технології [111]. Існують також дані про отримання монокристалічних пластин із молібдену розмірами 8x75x160 мм способом ІМЕТ РАН [16,214], що відрізнявся від попереднього застосуванням зворотно-поступальним руху плазмотрона замість коливального. Вирощені в такий спосіб монокристали мали незадовільну поверхню в наслідок великих температурних градієнтів характеризувалися дефектною смугастою макроструктурою [116].

Розвиток нових науковосемних технологій, які використовують виробництва з тугоплавких металів, зокрема з вольфраму та молібдену, підійняв актуальність отримання тугоплавких монокристалів у вигляді пластин на новий рівень. В останні роки були виконані дослідження щодо можливості виробництва вольфрамових злитків розміром 12x75x120 мм із використанням 3D зварювальних технологій [202,203]. Однак, такі злитки мають полікристалічну структуру з високими внутрішніми напруженнями, що призводять до утворення тріщин (рис. 1.7).

Підсумовуючи, можна відзначити, що стосовно ЕПЗП і ПДП методів виробництва монокристалів питання щодо можливості суттєвого збільшення габаритних розмірів кристалів та інтенсифікації процесів їх отримання належного розвитку не мали. Для цих актуальних питань слід виділити спільну проблематику, яка характерна для більшості рідкофазних методів отримання монокристалів тугоплавких металів, і яка полягає в неможливості забезпечення без високоградієнтних теплових умов вирощування, що є необхідною передумовою для формування монокристалічної структури високої якості [38,113,114,137,168].

Проблеми, що виникли при застосуванні висококонцентрованих джерел нагріву при вирощуванні тугоплавких монокристалів, а саме високі температурні градієнти, було запропоновано вирішувати за допомогою додаткового нагрівання.

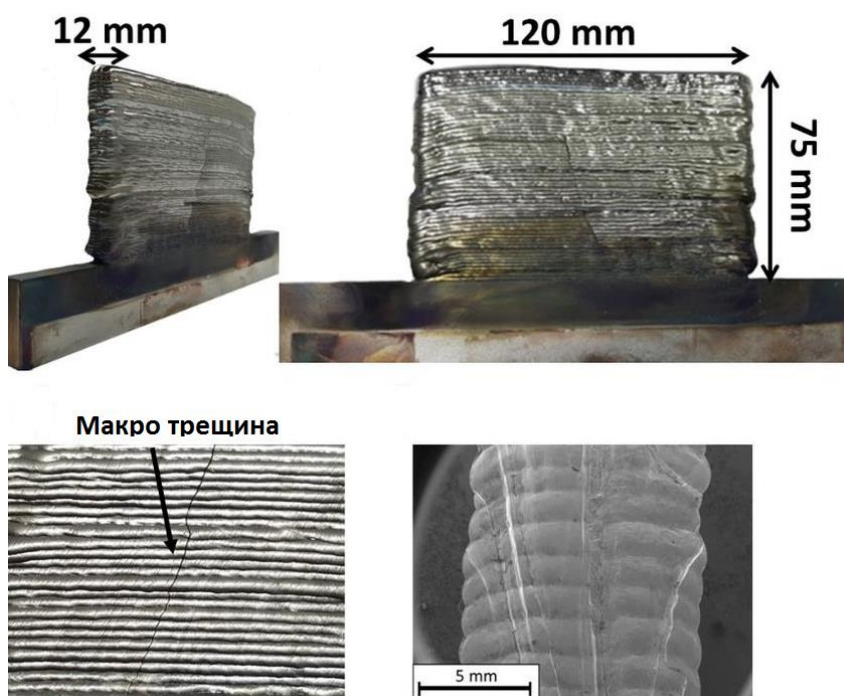


Рис. 1.7. Злиток вольфраму прямокутної форми, отриманий способом Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) [202]

1.5 Плазмово-індукційний спосіб вирощування монокристалів вольфраму та молібдену

На початку 80-х років минулого століття в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України групою спеціалістів на чолі з Латашем Ю.В., Григоренком Г.М. та Помаріним Ю.М. була запропонована принципово нова схема вирощування тугоплавких металевих монокристалів способом плазмово-індукційного зонного плавлення (ПЗП) (рис. 1.8) [28,71,83,151,160,164,169,216]. У подальшому цей напрям було суттєво розвинуто в роботах Шаповалова В.О. і Шейка І.В., що дозволило виростити монокристали молібдену та вольфраму у вигляді широкоформатних пластин розміром 20x140x170 мм (рис. 1.9).

На сьогоднішній день це найбільші у світі злитки профільованих монокристалів тугоплавких металів, що не можуть бути отримані в інший відомий спосіб. Принципова особливість технології ПЗП, що відрізняє її від

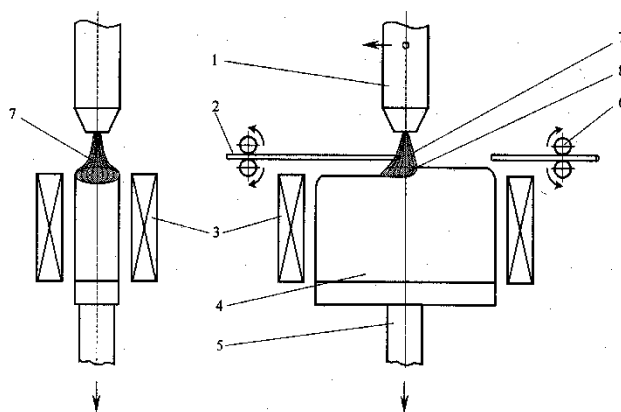


Рис. 1.8. Принципова схема плазово-індукційної зонної плавки

1 – плазово-дуговий нагрівач; 2 - пруток; 3 - індуктор; 4 - монокристал; 5 - піддон; 6 – механізм переміщення прутків; 7- крапля; 8 – ванна

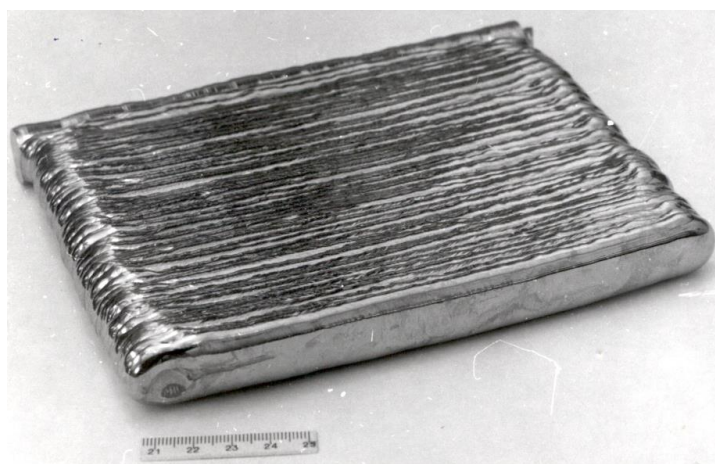


Рис. 1.9. Монокристал вольфраму, який отримано за технологією ПЗП

ЕПЗП, ПДП і WAAM, полягає в застосуванні додаткового незалежного джерела індукційного нагріву, яке забезпечує можливість управління тепловим полем монокристала в процесі його росту [177,178]. Саме це дозволяє вирівняти картину теплового поля та істотно знизити температурні градієнти у високотемпературній області злитка, й забезпечити формування монокристала, придатного для подальшої деформації без побоювання його руйнування. Не менш важлива функція індукційного нагріву пов'язана з його силовою взаємодією з ванною рідкого металу, що, з одного боку, впливає на кінетику масообмінних процесів внаслідок електромагнітного перемішування, а, з іншого, забезпечує левітаційне утримання об'єму ванни від розтікання. На відміну від плазово-дугової технології, де вільна поверхня ванни рідкого

металу і її просторове положення визначається силами поверхневого натягу, в плазмово-індукційному процесі додатково до них задіяне силове електромагнітне поле індуктора. Завдяки цьому створюються додаткові умови щодо стабілізації геометричних розмірів кристала й формування його поверхні без грубих дефектів у вигляді напливів, що дозволяє його деформаційну обробку без попередньої механічної підготовки поверхні.

Поєднання індукційного та плазмово-дугового нагрівання при ПЗП дозволило отримати необхідні параметри ванни рідкого металу при вдвічі нижчій потужності плазмового джерела, що суттєво зменшило негативний газодинамічний тиск дуги на ванну рідкого металу [32].

Завдяки можливості забезпечення контрольованої газової атмосфери під час процесу вирощування монокристалів вольфраму, подібно ПДП, при ПЗП досягається зниження концентрації вуглецю до 0,0005%, кисню до 0,0008% та азоту до 0,002% [158].

Рентгенографічні дослідження субструктури ПЗП-кристалів вольфраму показують, що вони є суцільними монокристалічними тілами. При цьому відхилення вісі росту від орієнтації, що задається кристалографією зародкових кристалів, як правило, не перевищує 3° . Щільність дислокацій знаходиться на рівні $1,5 \times 10^6 \text{ см}^{-2}$.

Як показали дослідження, монокристали тугоплавких металів, які вирощені методом ПЗП, у найбільш повній мірі задовольняють вимогам щодо заготовок для виготовлення профільованого монокристалічного прокату з них [161,162]. Приймаючи до уваги анізотропію механічних властивостей монокристалів, найбільш раціонально для подальшої широкоформатної деформації отримувати монокристали з кристалографічною орієнтацією [110] (табл. 1.1) [16].

Із приведеного вище можна констатувати, що на сьогодні вирощування тугоплавких монокристалів методом плазмово-індукційної зонної плавки Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України є найбільш

Таблиця 1.1.

Механічні характеристики монокристалів вольфраму

Параметр	[110]	[100]	[111]
Відносне видовження δ , %	15-18	6	4
Відносне звуження ψ , %	35-40	-	-

прогресивним для отримання монокристалів тугоплавких металів у формі великих пластин, а також з іншою геометрією [166]. Проведені роботи щодо удосконалення даної технології дозволили вирішити ряд складних технічних завдань і, як наслідок, отримати монокристали з незначними відхиленнями від заданої геометрії.

Однак, головною проблемою даної технології є її низька продуктивність і висока собівартість одержання монокристалічних злитків, а тому задачі щодо інтенсифікації цього процесу є вельми актуальними. Існуючі дослідження окремих питань цієї проблематики є вкрай обмеженими.

1.6 Моделювання процесу плазмово-індукційного нагріву

С позиції формування теплового стану монокристалічного злитка поєднаний плазмово-індукційний нагрів є складний фізичний процес, на який впливає велика кількість технологічних факторів. Найбільш важливим аспектом процесу плазмово-індукційного нагріву є створення сприятливих теплових умов для формування монокристалічної структури при вирощуванні монокристалів тугоплавких металів.

Об'єднання плазмового та індукційного джерела нагріву є перспективним напрямком для вирощування монокристалів тугоплавких металів [27]. Плазмовий нагрів, зважаючи на притаманну йому високу температуру та високу ентальпію плазмової дуги, дозволяє забезпечити високу інтенсифікацію процесу [79,148,141,142], а індукційний нагрів дозволяє

забезпечити додатковий підігрів монокристалічного злитка в широкому діапазоні температур аж до 3000⁰C [181,185].

Для інтенсифікації процесу на базі плазмово-індукційного нагріву необхідно виконати дослідження особливостей сумісної роботи різних за природою джерел нагріву та вивчити їх вплив на характеристики теплового стану злитка.

Раніше вже проводилися роботи пов'язані з моделюванням плазмово-індукційного процесу, де математична модель була побудована на базі рівняння теплопровідності, а індукційний і плазмовий нагрів враховувався у вигляді граничних умов [47,93,135,170,171]. Така модель дозволяє досліджувати температурне поле монокристала в залежності від розподілу корисної потужності по секція індуктора і потужності плазмового нагріву, однак вона не враховує електромагнітні особливості індукційної системи (взаємний вплив паралельних витків індуктора, вплив холодної стінки на передачу енергії електромагнітного поля у ланцюзі індуктор - холодна стінка - злиток, виділення потужності індукційного нагріву в злитку від його теплового стану). Дана обставина найбільш важливо при дослідженні плазмово-індукційного нагріву плоских злитків, оскільки вона має ряд особливостей обумовлених їх геометрією і фізичною суттю індукційного нагріву:

- нерівномірність розподілу внутрішніх джерел по ширині, а також по периметру і висоті злитка;

- наявність особливих зон обумовлених двогранними і тригранними кутами, що відрізняються підвищеною тепловіддачею та призводить до суттєвих відмінностей теплового стану значно нижчих температур в цих зонах.

Тому дослідження теплового поля монокристала при плазмово-індукційній зонній плавці доцільно виконувати за допомогою методів які базуються на законах теплопровідності та електромагнітного поля.

Для дослідження фізичних процесів пов'язаних з плазмовим та індукційним нагрівом існує декілька методів вирішення задач. До них відносять аналітичні, аналогові, числові та експериментальні [7,18,19,81,85]. Останні використовують, коли інші не дають можливість отримати результати з необхідною точністю, а також для перевірки даних отриманих іншими методами. Сьогодні для вирішення цих задач широке застосування знайшли числові методи дослідження, що пов'язано з розвитком електронно-обчислювальної техніки. Числові методи надають широкі можливості для вирішення різноманітних задач та дозволяють більш детально досліджувати фізичні процеси не прибігаючи до фізичного експерименту, що пришвидшує отримання результатів і робить його більш дешевим.

Для вирішення задач нагріву від зовнішнього джерела, які базуються на рівнянні теплопровідності, найбільше застосування знайшли методи кінцевих різниць (МКР) [9,20,124] та скінчених елементів (МСЕ) [48,55,104,125,131,180,220]. Кожному з них притаманні свої переваги та недоліки. Останнім часом для моделювання теплових процесів у твердому тілі ширше став застосовуватися МСЕ, який є порівняно складний в реалізації, але дозволяє отримувати більш достовірності дані в порівнянні з МКР [139,140].

Для вирішення задач, пов'язаних з електромагнітним полем, усі числові методи розрахунку можна розділити на два, що мають різні принципові підходи. Перший, заснований на теорії дальності, полягає в тому, що поле в будь-якій точці визначається як сума полів, які створюються усіма джерелами, як первинними (сторонні струми заряди вносяться в систему) так і вторинними (утворені в системі в силу реакцій тіл). До них відносять методи інтегральних рівнянь МІР [91]. Другий полягає в описі електромагнітного поля диференціальними рівняннями Максвелла або рівняннями другого порядку з відповідними граничними умовами. В ході розрахунку враховується взаємодія лише найближчих об'ємів за принципом теорії близькодії. На цьому прийомі заснований МКР і МСЕ.

Метод МІР виявився дуже ефективним при складній конфігурації індукторів та сильно вираженому поверхневому ефекту в загрузці, але коли

необхідно врахувати зміну властивостей матеріалу залежних від координат та циклічне рішення задачі знаходження електромагнітного поля, що вимагають нестационарні задачі індукційного нагріву, та детальна дискретизація загрузки, то в таких умовах МІР стає неефективним [10,173].

МКР і МСЕ дозволяють детально дослідити розподіл електромагнітного поля у загрузці, але для рішення задачі необхідно дискретизація навколишнього середовища з причини того що крайові умови на поверхні загрузки зазвичай не відомі. Усе це впливає на кількість елементів розрахункової сітки та може досягати в значно разів більше в порівнянні з МІР. Не зважаючи на умови, що МКР характеризується простотою побудови алгоритму рішення і його програмної реалізації, але при складній конфігурації геометрії переваги МСЕ стають більш очевидними, що пов'язано з необхідністю застосування неструктурованої сітки. Це надає можливість при розбитті геометрії враховувати фізичні особливості системи забезпечуючи різну щільність геометричної сітки. За таких обставин кількість елементів може бути меншою в порівнянні з МКР, що також впливає на розрахунковий час задачі.

Переваги необмежених можливостей для опису геометрії об'єктів складної форми та врахування нелінійностей польових задач дозволяє МСЕ застосувати для вирішення задачі дослідження теплового стану при вирощуванні монокристалів тугоплавких металів при поєднаному плазмово-індукційному нагріві.

На сьогоднішній день розвиток обчислювальних методів і комп'ютерної техніки призвів до появи великої кількості програмного забезпечення для моделювання різноманітних фізичних процесів, які відрізняються, як за методами розв'язання задач, так і за функціональною складовою на всіх етапах отримання та аналізу даних. Використання такого роду програмної продукції в науковій діяльності дозволяє істотно скоротити час отримання необхідних даних для аналізу конструкції і режимів технологічного процесу. Незважаючи на те, що для більшості практичних завдань відпала необхідність розробки програми безпосередньо самими науковими співробітниками, проте

на сьогоднішній день ефективність вирішення поставленої задачі залежить не тільки від глибини розуміння фізичного процесу користувачем та його володінням математичним апаратом на рівні числових методів, а також від орієнтування в різноманітності існуючого програмного забезпечення в розрізі їх можливостей для вирішення поставленої задачі.

На сьогоднішній день існує велика кількість програмного забезпечення, які дозволяють вирішувати задачі з дослідження електромагнітних та теплових полів та їх взаємного впливу. До найбільш популярних можна віднести COMSOL Multiphysics (Femlab), Elcut, LS-DYNA, Maxwell, Nastran, Ansys, Cedrat Flux та інші.

Для вирішення задачі дослідження теплового стану монокристала при плазмово-індукційному нагріві був проведений аналіз існуючого на сьогодні програмного продукту, який побудовано на застосуванні MCE з обставин розглянутих вище.

При детальному аналізі було з'ясовано, що найбільше відповідає вимогам програмного забезпечення Comsol Multiphysics і застосування його дає можливість побудувати математичну модель плазмово-індукційного способу з урахуванням як електромагнітної так і теплової задачі, а також надає широкі можливості для попереднього налаштування моделі та подальшої обробки отриманих даних.

1.7 Показники якості металевих монокристалів

Дослідження якісних і кількісних характеристик структури монокристалів тугоплавких металів мають на меті виявлення, характеристизацію та оцінку структурних складових, які були розглянуті в розділі 1.2., за допомогою відповідних методів і засобів аналізу.

Структура реальних металевих монокристалів являє собою складний об'єкт і зазвичай описується різними масштабними рівнями. Для її опису в кристалографії затвердився термін "кристалічна структура", що характеризує атомну будову кристала. В металографії користуються терміном "структура"

в значеннях макро- і мікро- структура. Макроструктура – будова металу, що спостерігається візуально чи при малих збільшеннях. Мікроструктура – будова металу, що виявляється за допомогою мікроскопа [84].

Також для характеристики структури металевих монокристалів широко використовують поняття субструктурної будови, вводячи ідею дислокацій [112]. Макросубструктурні елементи оцінюють за допомогою оптичних засобів або навіть візуально. Субструктурну досконалість кристалів визначають, в основному, кількістю дислокацій у субзеренних межах. До основних характеристик субструктури кристалів відносять – розмір і форму субзерен, їх кути розорієнтації, щільність дислокацій у тілі субзерен і субзеренних межах, протяжність субзеренних меж на одиницю площі.

Для визначення орієнтування кристала, спостереження субструктури і визначення її кількісних характеристик застосовують комплекс різних рентгенівських і металографічних методів, методи хімічного та електролітичного вибіркового травлення.

Дифракційну картину (рис. 1.10) отримують при розсіюванні випромінювання від кристала. Дифракційна картина відразу дає можливість зробити висновки про якість структурного стану монокристала. Якщо дифракційна картина представляє собою набір точкових рефлексів то тверде тіло знаходиться в монокристалічному стані.

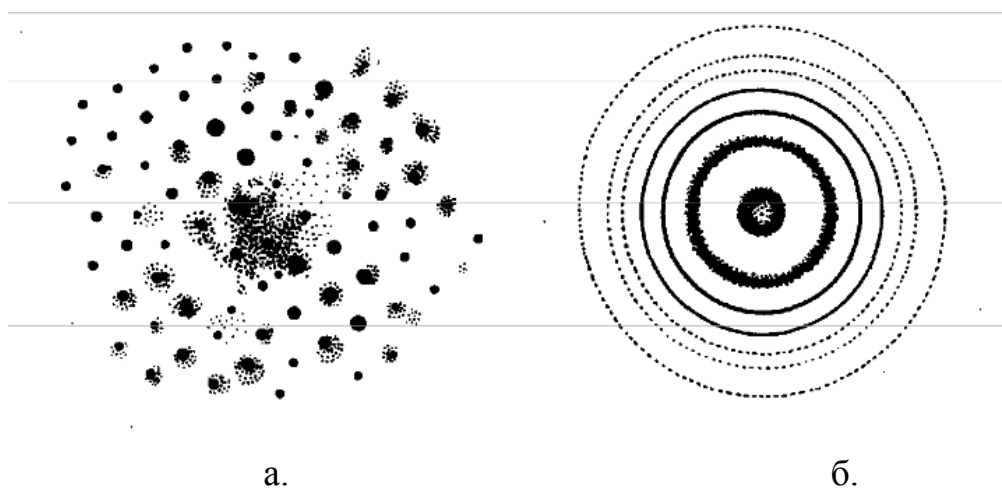


Рис. 1.10. Дифракційна картина від монокристала (а) та полікристала (б)

Так для виявлення орієнтування кристала широко використовується один із найбільш простих і зручних способів – метод Лауе в безперервному білому світі рентгенівського випромінювання, який дає можливість визначити орієнтування з точністю $0,5^\circ$. Для повноти аналізу контроль монокристалічності та орієнтування проводять рентгенівськими методами в різних точках кристала.

Використання металографічних методів дозволяє досліджувати поверхню досить масивних монокристалічних зразків. На добре хімічно протравленій поверхні проявляється характер недосконалостей всього зразка. Про монокристалічність зразка можна судити за ямками травлення, взаємна подібність і паралельність яких свідчить про високу якість монокристала. Роздільна здатність методу хімічного травлення дуже висока – $0,2 \dots 0,5$ мкм. Даний метод застосовується для визначення розмірів субзерен, їх масштабних рівнів, кутів розвороту не значно розорієнтованих субзерен, оцінки щільності дислокацій усередині субзерен і в субзеренних межах. Недоліком даного методу є можливість його застосування лише до обмеженого типу кристалографічних площин, що піддаються вибіркового травленню, і неоднозначність у визначенні щільності дислокацій.

Також широко використовуються методи дифракційної мікрорентгенографії за допомогою яких можна виявити різного роду недосконалості в кристалах – межі субзерен, скупчення дислокацій, скупчення домішок, індивідуальні дислокації. Роздільна здатність методів дифракційної мікрорентгенографії невелика, близько 5 мкм, але важливою перевагою їх відносно оптичних методів є можливість вивчення внутрішньої будови кристала без його руйнування [143].

Вивчення структурної досконалості монокристалів є невід'ємною частиною комплексного підходу щодо отримання орієнтованих кристалів заданої якості.

Мета і завдання дослідження

Із наведеного вище матеріалу витікає, що в напрямку розвитку технології вирощування великих плоских монокристалів вольфраму були зроблені значні теоретичні та експериментальні дослідження, що дозволило довести конструкцію устаткування та технологію до такого рівня, який надає можливість отримувати монокристали тугоплавких монокристалів з високими показниками якості та досконалості структури. Але що стосується продуктивності та економічної ефективності, то ці показники знаходяться на низькому рівні, що обумовлено низькими швидкостями вирощування кристалів і як слідство високою собівартістю таких матеріалів. Тому з метою розробки технології отримання монокристалів тугоплавких матеріалів з високими показниками продуктивності та економічної ефективності необхідно проведення додаткових досліджень в декількох напрямках.

Теплове поле є ключовим аспектом в технології вирощування монокристалів тугоплавких металів так як від його характеристик залежать 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.

Не дивлячись на те що раніше вже проводилися як теоретичні так і практичні дослідження впливу плазмового і індукційного джерела енергії на управління тепловим полем монокристала, але застосування отриманих даних, а також застосованих методологічних підходів без їх адаптації до проблеми інтенсифікації процесу приведе до накопичення похибки, з огляду на те, що в першому і другому випадку застосовувалися різні методологічні підходи які не дозволяють співставити отримані дані. Тому потрібна не тільки розробка методики, яка дозволить отримувати більш достовірні теоретичні дані, а також і проведення її верифікації за допомогою натурних експериментів.

У зв'язку з викладеним вище метою 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.

РОЗДІЛ 2

УСТАТКУВАННЯ, МАТЕРІАЛИ ТА МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕНЬ

2.1 Плазмово-індукційна установка для вирощування монокристалів тугоплавких металів УП-122М.

Вирощування крупних монокристалів вольфраму у формі пластини для дослідження впливу інтенсифікації процесу на їх характеристики було виконано на дослідно-промисловій установці УП – 122 М (рис. 2.1) в умовах контрольованого інертного газового середовища. Основна відмінність даної установки полягає у використанні комбінованого нагріву двох джерел енергії, а саме плазмового та індукційного, кожне з яких виконує свої певні функції.

Переваги при використанні плазмово-індукційної установки для отримання великих монокристалів тугоплавких металів у формі пластин наступні:

- відсутність контакту монокристалічного злитка з вогнетривкими матеріалами, що виключає його взаємодію і забруднення продуктами реакції;
- можливість проведення процесу вирощування в умовах контрольованого температурного поля;
- гнучкість управління технологічним режимом для забезпечення необхідних теплових умов у зоні кристалізації металу за рахунок схеми комбінованого плазмово-індукційного нагріву.

Основні технічні характеристики дослідно-промислової установки УП-122М наведені в табл. 2.1.

До складу установки УП-122М входять:

- плавильна камера;
- дуговий плазмотрон з джерелом живлення постійного струму;
- механізм переміщення плазмотрона;
- механізм витягування монокристала;
- касети для зберігання та подачі витратних прутків;

- блок високочастотного нагріву з джерелом живлення;
- газо-вакуумна система;
- система водяного охолодження;
- пульти і шафи для управління роботою механізмів переміщення.



Рис. 2.1. Дослідно-промислова установка УП-122М для плазмово-індукційного вирощування монокристалів тугоплавких матеріалів (загальний вигляд)

Плавильна камера являє собою водоохолоджувану герметичну посудину, виготовлену зі сталі у формі куба, до якого знизу приєднаний механізм витягування злитка, а зверху встановлене плазмове джерело енергії (плазмотрон) з механізмом, який дозволяє здійснювати переміщення плазмотрона в горизонтальній площині у зворотно-поступальному напрямку. Усередині плавильної камери встановлено плавильний модуль, до складу якого входить багатосекційний індуктор та секційна холодна стінка (типу холодний тигель). На бічних сторонах камери встановлені оглядові вікна. Із протилежного боку стінки, на якій встановлені відводи індуктора,

розташовано двері камери, які забезпечують доступ до всіх елементів, розміщених усередині. До бічних сторін камери приєднані касети, які забезпечують подачу витратних прутків під час плавки в зону плазмової дуги (рис. 2.2).

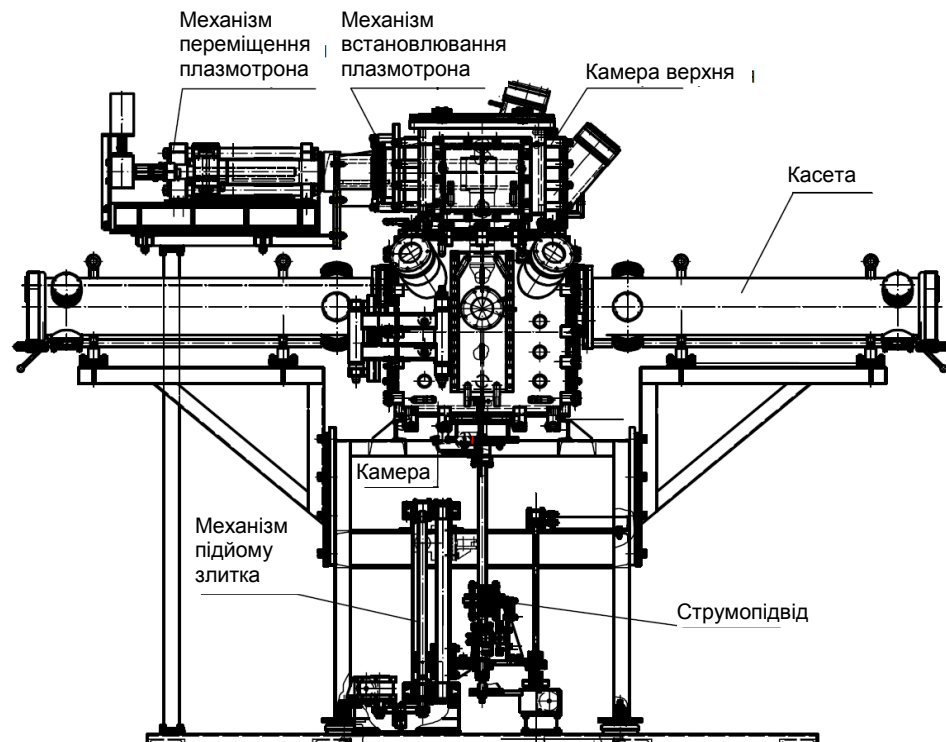


Рис. 2.2. Принципова схема плазмово-індукційної установки УП-122М

Плавильний модуль закріплено усередині плавильної камери на спеціальних електроізоляторах. Він дозволяє вирощувати плоскі за формою монокристали розміром 250x300x(20-25).

Конструкція плавильної камери забезпечує створення в ній зниженого та підвищеного газового тиску (від 1,0 до $2,0 \cdot 10^5$ Па).

Механізм переміщення дугового плазмотрона забезпечує переміщення плазмотрона під час плавки в горизонтальній площині. Лінійна швидкість руху плазмотрона регулюється від 5 до 80 мм/хв. Зворотно-поступальний рух плазмотрона забезпечує формування злитка (монокристала) у формі пластини.

Таблиця 2.1.

Основні технічні характеристики дослідно-промислової
установки УП-122М

Найменування параметра	Значення
Максимальний переріз монокристала, мм	250 x 25
Максимальна довжина монокристала, мм	300
Маса монокристала / вольфрам/ кг	до 30,0
Кількість плазмотронів, шт	1
Рід струму на плазмотроні	Постійний
Діапазон регулювання струму дузі, А	150-600
Напруга холостого ходу на джерелі живлення, В	150
Плазмоутворюючий газ	Ar, Ar+He
Потужність високочастотного генератора, кВт	160
Витрати плазмоутворюючого газу, м ³ /год	0,6–1,8
Номінальна потужність на індукторі, кВт	160
Частота струму на індукторі, кГц	66,0
Швидкість руху плазмотрона, мм/хв:	
– робоча	2,0 – 80
– маршова	150,0
Швидкість руху піддона, мм/хв:	
– робоча	1,0 – 2,0
– маршова	25 –40
Кількість касет для витратних прутків, шт	2
Розміри витратних прутків, мм:	
– довжина	до 800
– діаметр	4–8
Кількість прутків, завантажених в касету, шт	20
Швидкість подачі прутків під час плавки, мм/хв	10–120
Витрати води на охолодження, м ³ /год	до 20
Тиск охолоджуючої води, МПа /атм/	0,3–0,5 /3–5/
Габаритні розміри (без блока очистки газу, рампи для газових балонів і джерел живлення), мм:	
– довжина	950
– ширина	2000
– висота	2700

В якості плазмово-дугового джерела нагріву використовується плазмотрон Г-образного типу ПД-145 з діаметром соплового каналу і катода 13 і 10 мм відповідно (рис. 2.3).

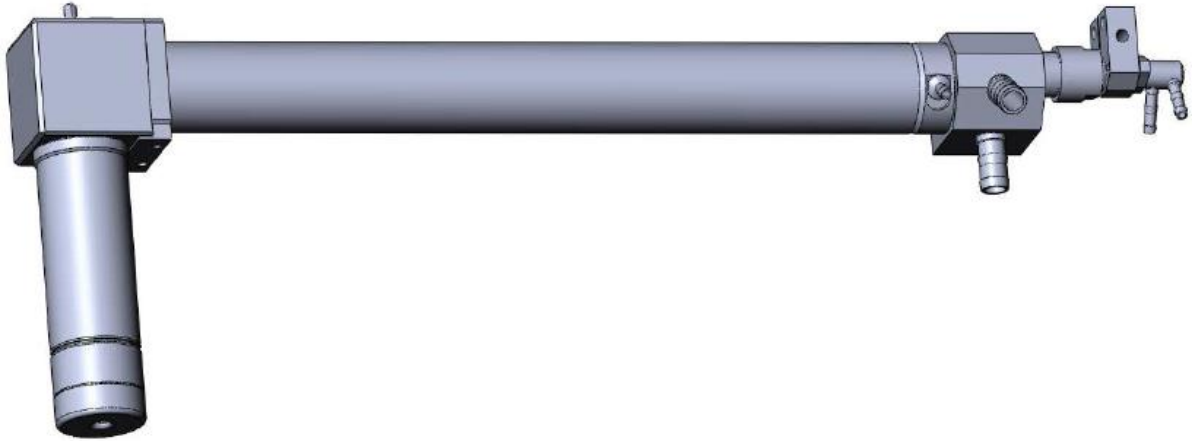


Рис. 2.3. Дуговий плазмотрон ПД-145 (загальний вигляд)

Після кожного наплавленого шару здійснюється витягування злитка з регульованою лінійною швидкістю, і таким чином відбувається підтримка довжини плазмової дуги на заданому рівні. Швидкість витягування злитка в робочому режимі регулюється в межах 1,0-2,0 мм/хв.

В основу побудови механізмів переміщення плазмотрона та витягування монокристала покладено однотипні схеми – електродвигун постійного струму з тиристорним приводом, редуктор з електромагнітними муфтами і пара гвинт-гайка.

Установка оснащена двома касетами, закріпленими на плавильній камері з протилежних боків співвісно горизонтальній вісі піддона. Кожна касета має індивідуальний механізм для подачі витратних прутків у робочому та маршовому режимах. У кожену касету можна завантажити до 20-ти прутків довжиною до 800 мм. У процесі плавки прутки по чергово подаються в зону плавки зі швидкістю від 10 до 80 мм/хв. Повернення в початкове положення

елемента, який штовхає пруток (“води́ло”) здійснюється зі швидкістю до 800 мм/хв. Касети виконані у вигляді барабану, усередині якого по колу розміщені витратні прутки. На кожен пруток до розміщення його в барабані касети монтується інвентарна головка – циліндр із міді або латуні з противагою з вольфраму (рис. 2.4).

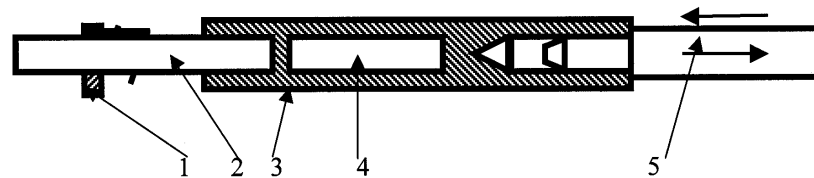


Рис. 2.4. Витратний пруток з інвентарною частиною (головкою):

- 1 –направляюча, закріплена на індукторі; 2 – витратний пруток;
3 – інвентарна головка; 4 – противага; 5 – “води́ло”

Один витратний пруток можна використати для наплавлення кількох шарів монокристала. Після переплаву всього прутка залишається недопалок. “Води́ло” за командою оператора переміщується в зворотному напрямку (від індуктора). За рахунок сил тертя по направляючій, яка закріплена на індукторі, недопалок гальмується і сходить з “води́ла”, перекидається і падає в спеціальний бункер. Зворотнім ходом, дійшовши до упора, “води́ло” прокручує барабан касети на один крок, і таким чином готує черговий пруток для подачі в зону плазмової дуги.

Піддон для витягування монокристала закріплено на двох вертикальних штоках, через які до піддону подається охолоджуюча вода. Переміщення штоків здійснюється за допомогою гвинтових механізмів з електроприводом.

Установка УП-122М оснащена системою регулювання і контролю витрат плазмоутворюючого газу, яка дозволяє в заданих пропорціях змішувати газу (наприклад аргон та гелій) і подавати отриману суміш в плазмотрон у необхідній кількості.

Крім того, до складу установки входить високочастотне джерело живлення ВЧГЗ-160/0,066, три випрямляча ВДУ506 і форвакуумний насос.

Електроживлення плазмотрона здійснюється від тиристорних джерел ВДУ-506 за схемою, показаною на рис. 2.5. Два джерела ВДУ-506, ураховуючи тривалість включення $PB = 60\%$, забезпечують тривалість безперебійної роботи плазмотрона, а третій вмикають короткочасно і створюють умови для стабільного запуску плазмотрона, тобто він виконує роль вольтодобавки на час запуску плазмотрона.

Схема працює наступним чином. Попередньо на плазмотрон подають необхідну кількість плазмоутворюючого газу. Вмикають два основних джерела живлення ВДУ-506, а потім вмикають третє джерело і осцилятор. Допоміжна дуга загоряється між катодом і соплом плазмотрона. Утворений іонізований газ видувається з сопла, в результаті чого загоряється основна дуга між катодом і зародковим кристалом на піддоні. Ланцюги осциляції та допоміжної дуги примусово розривають і додаткове третє джерело ВДУ-506 вимикають.

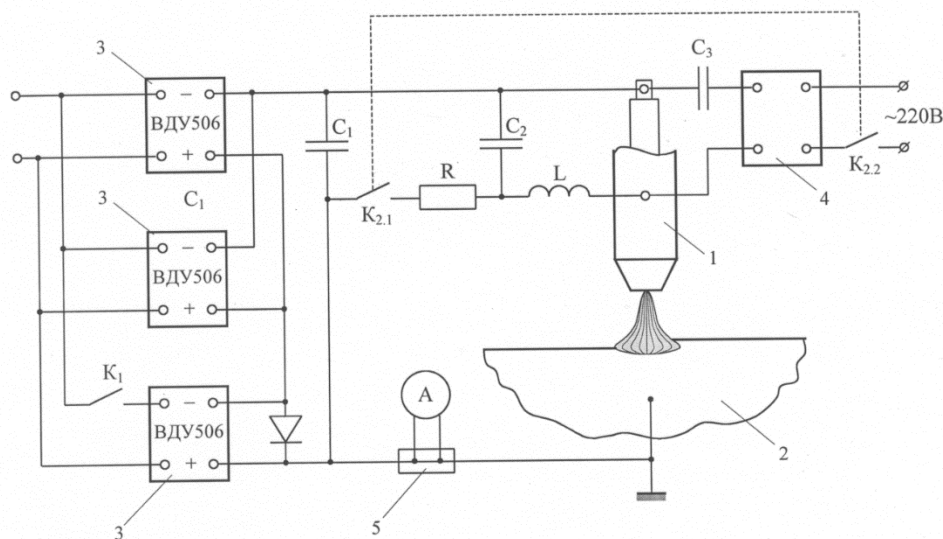


Рис. 2.5. Електрична схема живлення плазмотрона: 1 – плазмотрон; 2 – монокристал; 3 – джерело живлення ВДУ-506; 4 – осцилятор; 5 – шунт з амперметром; RL – ланцюг чергової дуги; C_1 , C_2 , C_3 – шунтуючі ємності.

Модуль високочастотного нагріву включає в себе: джерело живлення та індуктор з секційною холодною стінкою (рис. 2.6 а, б). Індуктор – елемент, за допомогою якого створюється високочастотне електромагнітне поле заданої конфігурації, здійснюється регульований нагрів злитка і підтримується на заданому рівні температура на протязі плавки. Індуктор має чотири водоохолоджувані секції, установлені одна над іншою. Індуктор виготовляється з мідних профільованих трубок, які мають у перерізі форму квадрата або прямокутника.

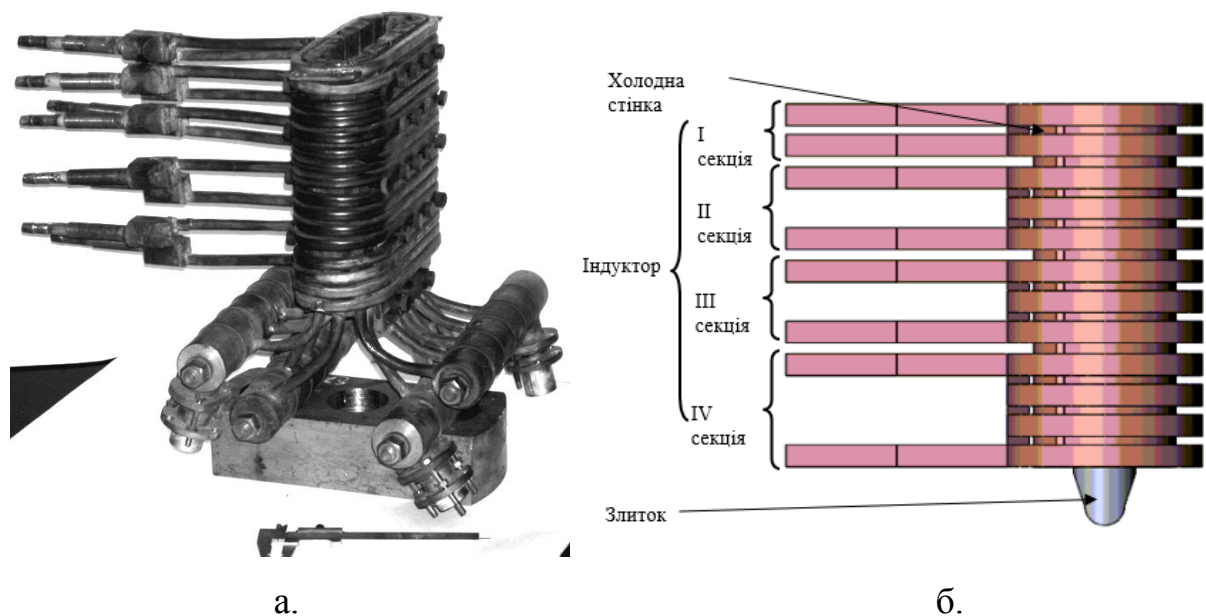


Рис. 2.6. Зовнішній вигляд індукційного модуля (а) з багатосекційним індуктором та його схематичне зображення (б)

Секційна охолоджувана стінка є конструктивним елементом, за допомогою якої усувається ймовірність виникнення електричних пробоїв між індуктором і злитком. Стінка виконана у вигляді секційного кристалізатора, який виготовляють з мідних елементів. Секції по висоті індуктора електрично ізольовані одна від одної по суміжних сторонах. Товщина стінки секцій забезпечує достатню конструктивну жорсткість і становить не менше 1,0 мм. Висота робочої частини секційної стінки становить не менше висоти індуктора. Холодна стінка зовні має покриття з діелектричного матеріалу, яке

запобігає електричному контакту стінки з індуктором і надає їй додаткову жорсткість. Підведення і відведення охолоджуючої води від холодної стінки здійснюється за допомогою водяних колекторів, які розміщують у нижній її частині для зручності заміни індуктора.

Індуктор живиться від серійного лампового генератора ВЧГЗ-160/0,66 з робочою частотою струму 66 кГц і потужністю 160 кВт.

До складу газо-вакуумної система входять: форвакуумний насос НВЗ-20, рампа для газових балонів, апаратура для додаткової осушки інертного газу і газовий пульт з ротаметрами та вентилями для регулювання витрат газів.

Система водяного охолодження забезпечує надійне охолодження термонавантажених елементів установки, а також має прилади для контролю тиску води, за допомогою яких здійснюється аварійне відключення живлення в автоматичному режимі.

Електрична система складається зі схеми управління, контролю і живлення електричних вузлів. Схема управління забезпечує регулювання технологічними параметрами плазмотрона (швидкість переміщення), механізму витягування злитка (швидкість витягування), подачу пруткового матеріалу (швидкість подачі), управління потужністю високочастотного джерела живлення індукційної системи, управління джерелом живлення плазмового нагріву. Управління технологічним процесом здійснюється за допомогою двох пультів. Із пульта першого оператора здійснюється корегування електричними параметрами процесу (струм на плазмовій дузі та потужність, яка підводиться до індуктора). За допомогою пульта другого оператора здійснюється управління приводами механізмів переміщення плазмотрона, витягування злитка та касет з витратними прутками.

Система автоматизації має переносний пульт, який застосовується як допоміжний для управління технологічним процесом [65]. Також до функціонала системи автоматизації входить моніторинг за технологічним процесом, який виконаний на базі промислового комп'ютера Advantech PC

Industrial. Робота основної програми здійснена в середовищі операційної системи MS WINDOWS NT 4.x.

Установка має аварійну систему відключення індуктора і плазмотрона з одночасною подачею світлового і звукового сигналів.

Усі елементи конструкції установки, які знаходяться в зоні дії електромагнітного поля, яке створює індуктор (плавильна камера, плазмотрон, модуль індукційного нагріву та ін.), виготовлені з немагнітної сталі, міді або діелектричних матеріалів (текстоліт або органічне скло).

Для нормального функціонування установки необхідно забезпечити:

- живлення від електричної мережі трьохфазного змінного струму напругою 380(400) В та частотою 50 Гц. Якість електроенергії повинна відповідати ДСТУ EN 50160:2014;

- використання гідромережі з тиском води від 300 до 500 кПа. Якість води І кл. ДСТУ 7525:2014;

- застосування балонів з інертним газом тиском до $150 \cdot 10^3$ Па.

Технологія вирощування монокристалів тугоплавких металів у вигляді пластини на дослідно-промисловій установці УП-122М полягає в тому, що формування кристала здійснюється на зародковому кристалі, який отримують за допомогою ЕПЗП.

При підготовці до процесу вирощування монокристала виконують наступні операції:

- очищення камери від возгонів попередньої плавки;

- установлення зародкового кристала на піддоні, таким чином щоб процес пошарового нарощування монокристала відбувався у заданому кристалографічному напрямку. При цьому в стартовому положенні виставляють рівень монокристала за допомогою механізму витягування таким чином, щоб зазор між кристалом и соплом дорівнював приблизно не більш 20 мм, що полегшує збудження плазмової дуги;

- вакуумування з подальшим заповненням камери інертним газом;

– розігрів зародкового кристала за допомогою індукційного джерела до заданої температури з метою забезпечення зниження термічних напружень при подальшому нарощуванні монокристала;

– вмикання плазмового джерела енергії на мінімальному рівні потужності та розігрів зародкового кристала за рахунок плазмового джерела при зворотньо-поступовому русі з виходом потужності на робочий режим;

– подача пруткового матеріалу та проведення пошарового формування монокристалічного злитка з циклічним витягуванням монокристала вниз таким чином, щоб верхня площа, по якій відбувається нарощування шару, була на рівні верхньої площини індукційного вузла.

2.2 Вимоги до якості витратних прутків та матеріалів.

З метою отримання зразків плоских монокристалів тугоплавких металів для дослідження при проведенні технологічного процесу на установці УП-122М використовувалися наступні матеріали, що витрачаються:

- прутки вольфрамові технічної чистоти марок ВЧ та ВА діаметром 8 мм завдовжки 780...790 мм. Відповідно до ТУ 48-19-39-95 та Яе0.021.056-77 на виробництво прутків указаних марок вміст вольфраму в них має бути не нижче 99,91...99,95 мас.%. Щільність прутків повинна бути не нижчою за 19,1 г/см³.

При отриманні монокристалів вольфраму в якості прутків витратного матеріалу були використані прутки діаметром 8 мм марки W1 згідно зі стандартом GB4187-84 (стандарт КНР). Прутки відповідають вимогам до хімічного складу згідно вище наведених технічних умов (табл. 2.2) та густини (19,15 г/см³).

- плазмоутворюючий газ аргон та гелій необхідно використовувати високої чистоти згідно з ДСТУ ГОСТ 10157:2019 для аргону та ГОСТ 949-73 для гелію, та вміст домішок не повинен перевищувати величин, що приведені в табл. 2.3.

Таблиця 2.2.

Хімічний склад прутків вольфраму марки W1 (GB4187-84), мас.%

Fe	Ni	Al	Si	Ca	Mg	Mo	P	C	O	W
< 0,008	< 0,005	< 0,005	< 0,007	< 0,005	< 0,005	< 0,008	< 0,002	< 0,005	< 0,005	> 99,95

Використання матеріалів зазначеної якості дозволяє отримувати монокристали вольфраму з високими показниками за чистотою по домішкам, що також впливає на підвищення якості монокристалів, які отримують.

Таблиця 2.3.

Вміст основних домішок в інертних газах

Газ	Основа, % об., не менше	Основні домішки, % об., не більше			
		O ₂	N ₂	H ₂ O	CO ₂ * (C _n H _m **)
Аргон	99,993	0,0007	0,005	0,0009	0,0005
Гелій	99,999	0,0002	0,0003	0,0003	0,00002

*- об'ємна частка вуглецевміщуючих сполук у перерахунку на CO₂;

** - об'ємна частка вуглеводнів C_nH_m.

2.3 Математична модель теплового стану монокристала в умовах плазмово-дугового нагріву

На сьогодні для отримання теплової картини злитків в процесі вирощування монокристалів тугоплавких металів широко застосовуються методи математичного моделювання, які не тільки сприяють скороченню витрат на проведення НДР, але й дозволяють більш детально вивчити особливості технологічного процесу. Приймаючи до уваги що результати математичного моделювання будуть ураховані при виборі технологічних

режимів, а також при проектуванні устаткування теплових вузлів тому, чим повніше буде описано реальний процес за допомогою математичної моделі, тим точнішим буде вибір параметрів технологічного процесу.

Моделі, які дозволяють з більшою повнотою описати технологічні процеси, що базуються на електронагріві, будуються на базі законів електродинаміки, використовуючи рівняння Максвелла.

При виборі методу дослідження бралися до уваги технологічні особливості ПЗП тугоплавких монокристалів, а саме: висока температура плавлення, оптична ізоляція кристала конструкцією холодної стінки і індуктором, а також їх близьке розташування до злитка. Однак, це ускладнює процес проведення контактних і оптичних методів дослідження. Вивчення теплового поля у високотемпературній зоні ускладнюються тим, що оптичні методи дослідження дають високу похибку в умовах високих градієнтів, а контактні методи дослідження обмежені робочими значеннями температур контактних датчиків. При цьому урахувалась необхідність виконання досліджень впливу технологічних параметрів на теплову картину злитка та вивчення параметрів індукційної системи.

Беручи до уваги вищевикладене, було прийнято рішення розробити математичну модель процесу ПЗП на базі числових методів, які дозволяють отримати картину теплового поля в залежності від технологічних параметрів плазмового і індукційного нагріву. При цьому модель повинна ураховувати розподіл і закон руху теплового потоку плазмової дуги, конструкційні особливості індукційної системи, геометрію монокристалічного злитка і його параметри (рис. 2.7).

Особливістю електромагнітної системи є наявність холодної стінки, яка служить для запобігання пробоїв між витками індуктора. У цьому випадку кожна з секцій є ланкою, що передає енергію від індуктора до злитка, тому при розробці моделі важливо урахувати вплив холодної стінки на трансформацію електричної енергії в теплову.

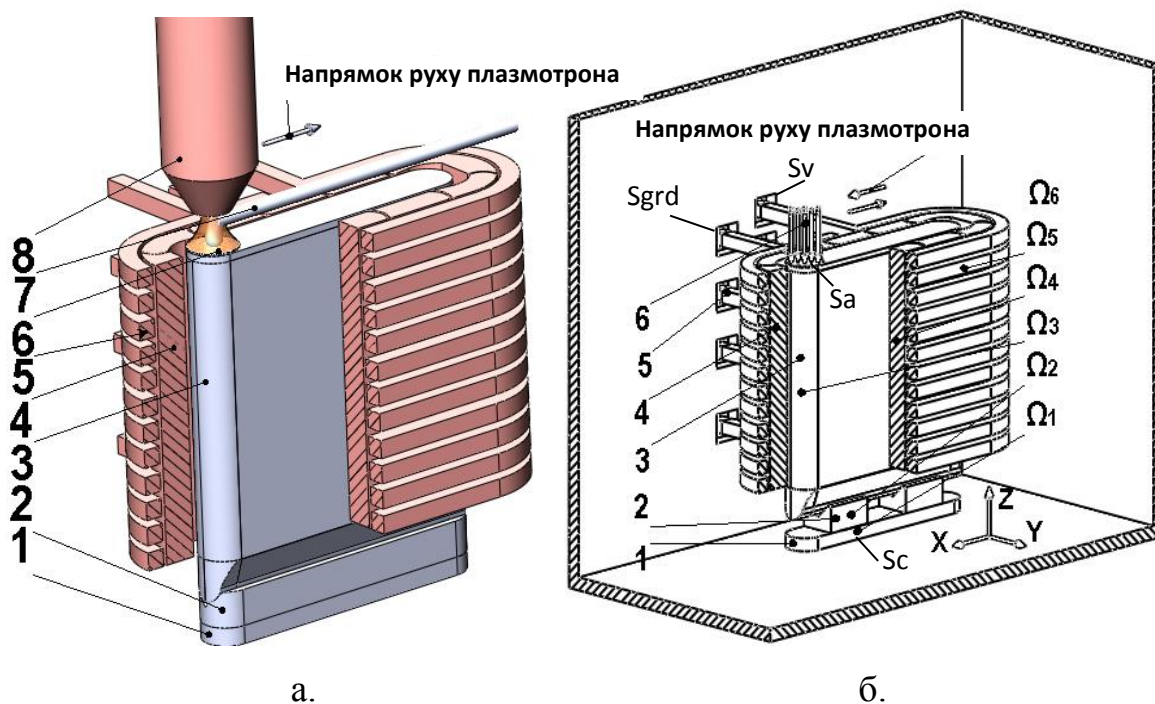


Рис. 2.7. Схема плазово-індукційного вирощування великих монокристалів тугоплавких металів у формі пластин (а) та графічне представлення математичної моделі процесу (б):

1 - піддон; 2 - підставка; 3 - монокристал; 4 - секційна стінка; 5 - індуктор;
6 - тепловий потік від плазмотрона; 7 - витратний пруток; 8 - плазмотрон;

Sa - площа плями дуги;

Sc - площа водоохолоджуваної поверхні піддону;

Sv, Sgrd - контакти прикладення напруги до всіх секцій індуктора.

$\Omega_{mag} = \Omega_1 \cup \Omega_2 \cup \Omega_3 \cup \Omega_4 \cup \Omega_5 \cup \Omega_6$, - 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 - порядковий номер секції від верхнього торця, j - кількість витків одношарової секції, m - кількість секцій.

Для більш детального дослідження ПЗП існуюча модель [93,135,57,153,156] отримала розвиток у результаті її об'єднання з системою рівняння електромагнітного поля [29]:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{rot}\mathbf{H} = \mathbf{J}_{\text{полн}} \\ \text{rot}\mathbf{E} = -\frac{\partial\mathbf{B}}{\partial t} \\ \text{div}\mathbf{D} = \rho \\ \text{div}\mathbf{B} = 0 \end{array} \right. \quad \begin{array}{l} (3.1) \\ (3.2) \\ (3.3) \\ (3.4) \end{array}$$

$$c_p(T)\gamma(T)\frac{\partial T}{\partial t} - \text{div}(\lambda(T)\text{grad}T) = \text{div}[\mathbf{EH}] \quad (3.5)$$

де \mathbf{E} та \mathbf{H} - вектори напруженостей електричного і магнітного полів; \mathbf{D} - вектор електричної індукції; \mathbf{B} - вектор магнітної індукції; ρ - об'ємна щільність вільних електричних зарядів; $\mathbf{J}_{\text{полн}}$ - вектор щільності повного струму; $c_p(T)$, $\gamma(T)$, $\lambda(T)$ - відповідно питома теплоємність, щільність і коефіцієнт теплопровідності металу, що нагрівається; Густина внутрішніх джерел тепла, порушуваних індукованими в злитку струмами, за рахунок яких відбувається нагрівання, визначається дивергенцією вектора Умова-Пойнтінга $\text{div}[\mathbf{EH}]$; $T = T(x, y, z, t)$ - температурне поле злитка; t - час.

Узагальнене рівняння вектора щільності повного струму включає в себе відповідно сторонні струми від джерела \mathbf{J}_s , наведені вихрові струми \mathbf{J}_e , струми, обумовлені рухом тіла в магнітному полі \mathbf{J}_v і струми зміщення $\frac{\partial\mathbf{D}}{\partial t}$. Беручи до уваги особливості ПЗП, рівняння повного струму запишеться в скороченій формі:

$$\mathbf{J}_{\text{полн}} = \sigma\mathbf{E} = \mathbf{J}_s + \mathbf{J}_e \quad (3.6)$$

де вектор щільності струму прикладеного \mathbf{J}_s і індукованого \mathbf{J}_e , при цьому \mathbf{J}_v дорівнює нулю, так як не забезпечується умова для його виникнення. Також для даної схеми можна знехтувати струмом зміщення $\partial\mathbf{D}/\partial t$, так як виконуються умови квазістаціонарності електромагнітного поля при робочій частоті індукційного нагріву 66 кГц [134,82]. Зазначимо що при цьому система складається з матеріалів з високою провідністю. Усе це дає можливість стверджувати, що струми провідності переважають над струмами зміщення.

Беручи до уваги, що напруга індукційної системи передається від високочастотного лампового генератора, можна з достатньою точністю прийняти зміну вихідної напруги за гармонійним законом, тоді рівняння 3.1-3.5 запишуться у вигляді:

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{rot } \dot{\mathbf{H}} = \dot{\mathbf{J}}_s + \dot{\mathbf{J}}_e \end{array} \right. \quad (3.7)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{rot } \dot{\mathbf{E}} = -i\omega \dot{\mathbf{B}} \end{array} \right. \quad (3.8)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{div } \dot{\mathbf{D}} = \rho \end{array} \right. \quad (3.9)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{div } \dot{\mathbf{B}} = 0 \end{array} \right. \quad (3.10)$$

$$c_p(T)\gamma(T)\frac{\partial T}{\partial t} - \text{div}(\lambda(T)\text{grad}T) = \text{div}[\dot{\mathbf{E}}\dot{\mathbf{H}}] \quad (3.11)$$

Для вирішення реальних електромагнітних завдань рівняння Максвелла доповнюють матеріальними рівняннями, які ураховують властивості середовища:

$$\dot{\mathbf{B}} = \mu\mu_0 \dot{\mathbf{H}}, \quad \dot{\mathbf{D}} = \varepsilon\varepsilon_0 \dot{\mathbf{E}} \quad \text{і} \quad \dot{\mathbf{J}} = \sigma \dot{\mathbf{E}} \quad (3.12)$$

де μ - відносна магнітна проникність, μ_0 - магнітна проникність вакууму, ε - відносна діелектрична проникність, ε_0 - діелектрична проникність вакууму, σ - питома провідність.

Із практичної точки зору часто вигідно вирішувати одне рівняння, але вже другого порядку, тому на підставі рівнянь 3.7-3.11, а також матеріальних рівнянь (3.12) з урахуванням особливостей даної задачі найбільш вигідним є використання векторного магнітного потенціалу \mathbf{A} і скалярного електричного потенціалу V , які визначаються наступним чином:

$$\mathbf{B} = \text{rot } \mathbf{A} \quad \mathbf{E} = -i\omega \mathbf{A} - \text{grad}V \quad (3.13)$$

Використовуючи поняття про вектори магнітного і скалярного електричного потенціалу на підставі рівнянь 3.7-3.12, остаточні базові рівняння приймуть вид:

$$\operatorname{rot}(\mu^{-1}\operatorname{rot}\dot{\mathbf{A}}) + (i\omega\sigma - \omega^2\varepsilon)\dot{\mathbf{A}} + (\sigma - i\omega\varepsilon)\operatorname{grad}V = 0 \quad (3.14)$$

$$\operatorname{rot}(\mu^{-1}\operatorname{rot}\dot{\mathbf{A}}) = \dot{\mathbf{J}}_s \quad (3.15)$$

$$c_p(T)\gamma(T)\frac{\partial T}{\partial t} - \operatorname{div}(\lambda(T)\operatorname{grad}T) = \operatorname{div}[\dot{\mathbf{E}}\dot{\mathbf{H}}] \quad (3.16)$$

де рівняння 3.14, 3.15 відносяться до провідних і непровідних областей і вирішуються з використанням калібрування, що виражається в накладенні умов на дивергенцію векторного магнітного потенціалу для однозначності відшукування рішення. Найбільш поширеними калібруваннями, що використовуються для розрахунку трьохвимірних електромагнітних полів, є калібрування Кулона і Лоренца [96].

Перевага постановки даної задачі в такому вигляді приводить до вирішення завдання при трьох невідомих у вузлах скінченних елементів $(\mathbf{A}_x, \mathbf{A}_y, \mathbf{A}_z)$, на відміну від попередньої, де кількість невідомих досягало шести $(\mathbf{E}_x, \mathbf{E}_y, \mathbf{E}_z, \mathbf{H}_x, \mathbf{H}_y, \mathbf{H}_z)$, що дає суттєву перевагу при трьохвимірному моделюванні.

Рівняння 3.14-3.15 розглядаються в області $\Omega_{mag} = \Omega_1 \cup \Omega_2 \cup \Omega_3 \cup \Omega_4 \cup \Omega_5 \cup \Omega_6$, а рівняння 3.16 в області $\Omega_{therm} = \Omega_1 \cup \Omega_2 \cup \Omega_3$ (рис. 2.7).

Вихідні дані електромагнітної моделі:

В якості вихідних даних електромагнітної моделі задавалися електричні властивості матеріалів $\sigma_i(\Omega_i, T)$, $\mu_i(\Omega_i)$, $\varepsilon_i(\Omega_i)$, де i - індекс відповідний 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 (В) і частоти (Гц) при схемі паралельного підключення секцій індуктора. Теплофізичні властивості модельних матеріалів були прийняті відповідно до довідкових даних [42,89,56], які відповідали вольфраму плавленої якості чистотою 99,99%.

Граничні і початкові умови електромагнітної моделі:

При визначенні граничних умов електромагнітної задачі виходили з того, що індукційна система оточена камерою, яка виготовлена з немагнітного нержавіючого матеріалу, при цьому внутрішня межа камери збігається з зовнішнім кордоном розрахункової області, де прийняті граничні умови третього роду при рівності нулю векторного потенціалу $n \times \dot{\mathbf{A}}|_{Sext} = 0$. При цьому вважаємо, що струм у всій системі не терпить розривів, отже, розподіл струму в індукторі, в секціях холодної стінки і злитку можна знайти, виходячи з умови непротікання струму на зовнішніх і внутрішніх кордонах області Ω_6 (в газовій фазі), тобто умови $n \cdot \dot{\mathbf{J}}|_{Sext \setminus \{S_v, S_{gnd}\}} = 0$ і $n \cdot \dot{\mathbf{J}}|_{S_{i6}} = 0$ $i=1 \dots 5$, при цьому залежність напруги на струмопідводах живлення 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 та Ω_j , при цьому $Sext$ - межа розрахункової області, а S_v і S_{gnd} - поверхні відводів індуктора, розташованих на поверхні $Sext$, на які докладено зовнішню напругу.

Вихідні дані теплової моделі:

В якості вихідних даних теплової моделі задавалися теплофізичні властивості матеріалів $c_{pi}(\Omega_i, T)$, $\gamma_i(\Omega_i, T)$, $\lambda_i(\Omega_i, T)$, де i - індекс, відповідний матеріалу в моделі $i=1,4,5$ для міді ($\Omega_1, \Omega_4, \Omega_5$), $i=2,3$ для вольфраму (Ω_2, Ω_3), згідно з довідковими даними [42,89,56].

Граничні і початкові умови теплової моделі:

Вихідними даними для теплової моделі було прийнято $T(x, y, z)|_{t=0} = T_0$ при $d_l < y < d_h, h_l < y < h_h, w_l < y < w_h$, де d, h, w - ширина, висота, довжина розрахункової області, що відповідало температурі навколишнього середовища при 20°C.

На нижній поверхні мідного піддону S_C задавалися граничними умовами (ГУ) першого роду, що забезпечувало втрати тепла за рахунок впливу системи

охолодження механізму витягування злитка. У якості параметра задавалася умова сталості температури, яка дорівнювала температурі охолоджуючої рідини.

$T|_{s_c} = T_{water} = const$, де T_{water} - температура поверхні піддону, охолоджувальної водою, приймалася 20°C.

Вплив плазмової дуги задавався у вигляді рівняння теплового потоку на верхній площині злитка. У реальних процесах умови передачі тепла від джерела до тіла, що нагрівається, дуже складні та визначаються видом плазмової технології, умовами на поверхні розділу газового і щільного середовища, характеристиками джерела і електричного ланцюга. Тому при моделюванні процесу плазмового нагріву приймають схему в більш спрощеному вигляді з використанням функції теплових джерел та граничних умов, що еквівалентно процесу виділення теплоти на поверхні при рекомбінації заряджених частинок, з поверхнею щільного середовища. Беручи до уваги, що при ПЗП режим дуги вибирають таким чином, щоб газодинамічний тиск плазмового джерела істотним чином не впливав на поверхню рідкої ванни, то в даній моделі тепловий потік, що йде від дуги, може бути заданий у вигляді рівняння нормального розподілу (двовірна функція Гаусса) з локалізацією розподілу інтегральної її характеристики в області впливу плазмового нагріву (відповідно до натурних експериментом) і можливістю зміщення функції щодо горизонтальної системи координат з урахуванням напрямку і характеру руху плазмотрона при поєднанні її екстремуму з віссю плазмотрона. Рівняння теплового потоку від плазмового джерела задавалося ГУ II роду:

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

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 у координаті, v_x, v_y - вектор швидкості.

Таке спрощення моделі плазмового нагріву цілком допустимо тому, що область дослідження температурного поля набагато більша області впливу плазмового джерела. Виділенням тепла при протіканні електричного струму через злиток у результаті взаємодії з дугою прямої дії з причини малої величини не ураховувався.

При виборі параметрів функції виходили з реальних характеристик розподілу теплового потоку від плазмової дуги прямої дії з використанням в якості плазмоутворюючого газу аргоно-гелієвої суміші з 70% об. останнього при значенні потужності, яка лежить у середині робочого діапазону математичної моделі за термічний цикл, при цьому значення цих установок не корегувалися протягом термічного циклу при забезпеченні можливості зміни загальної потужності теплового потоку.

У результаті наявності теплообміну між кристалом і навколишнім середовищем у вигляді конвекції і радіаційного випромінювання на поверхнях $\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}$, де $i=1...3$ задавалися ГУ третього роду для урахування впливу витрат теплової енергії при взаємодії з навколишньою газовою фазою в результаті конвекції:

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

$k_n (T_{\Omega_i} - T_{\Omega_6}) \Big|_{\{S_{i,6}\} \setminus \{S_C\}}$ - тепловий потік, який передається від твердого тіла до газоподібного середовища; k_n - коефіцієнт пропорційності залежить від конкретних умов процесу тепловіддачі, що впливають на його інтенсивність, і визначається законом Ньютона (при розрахунку $k_n = 25 \text{ W/m}^2\text{K}$).

Також на цих поверхнях ураховувалися втрати на випромінювання:

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

$\sigma \eta_{\Omega_i}(T)(T^4_{\{S_{i6}\} \setminus \{S_C\}} - T_{\Omega_6}^4)$ тепловий потік, що випромінюється

поверхнею в навколишній простір; σ - стала Стефана-Больцмана, $\eta_{\Omega_i}(T)$ - ступінь чорноти поверхні i - ої області, T - значення температури на поверхнях $\{S_{i6}\} \setminus \{S_C\}$ відповідних областей.

Із огляду на те, що в процесі вирощування монокристалів зворотно-поступальний рух плазмового джерела уздовж нарощуваної межі площини монокристала призводить до зміни положення міжфазової області, рівняння теплопровідності доповнено рівнянням руху фронту фазового переходу, яке дозволяє ураховувати теплові процеси при фазових перетвореннях.

Тоді область злитка Ω_3 являє собою двофазну область і складається з областей рідкої Ω_3^l і твердої Ω_3^s фази $\Omega_3^l|_{T>T_m} \cup \Omega_3^s|_{T<T_m} = \Omega_3$. У початковий момент часу Ω_3^l відсутня і $\Omega_3^s|_{T<T_m} = \Omega_3$, $T_s(x, y, z)|_{t=0} = T_0$. Тоді математична модель для двофазної зони може бути записана:

$$\begin{cases} \lambda_3^l \frac{\partial T}{\partial n}|_{S_l} - \lambda_3^s \frac{\partial T}{\partial n}|_{S_s} = -\rho v_n L \\ T|_{S_l} = T|_{S_s} = T_{transf} \end{cases}$$

де $-\lambda_3^l \partial T / \partial n$ та $-\lambda_3^s \partial T / \partial n$ - потоки тепла, обчислені з боку рідкої і твердої фаз відповідно. Межа між твердою і рідкою фазами визначається за ізотермою кристалізації, L - прихована теплота (плавлення, кристалізації) на межі фазового переходу T_{transf} ; $v_n = \text{Varc} \times n$ - нормальна компонента швидкості переміщення межі розділу фаз; λ_3^l и λ_3^s - теплопровідність речовини біля фазового переходу в рідкій і твердій фазі; S_l і S_s - межа фазового переходу з боку розплаву і твердої фази відповідно.

Прийняті спрощення математичної моделі.

Характерною особливістю ПЗП є динамічна картина теплового поля на відміну від методів, які набули широкого поширення при вирощуванні монокристалів тугоплавких металів ПДП, ЕПП, ЕПЗП, де теплові умови

наближені до квазістаціонарного стану. Причиною, яка викликає такі зміни температурного поля при вирощуванні плоских монокристалів, є зворотно-поступальне переміщення плазмового джерела, що призводить до циклічного зсуву ізотермічних ліній в горизонтальному напрямку уздовж нарощуваної поверхні. Такий динамічний характер теплового поля накладає певні вимоги до вибору критерію, який повинен бути толерантним до закону руху джерела нагріву.

Відповідно до технологічної схеми при складанні рівняння з урахуванням потужності енергії від плазмового нагріву виходили з того, що її величина протягом термічного циклу не є постійною. Характер тепловкладення плазмової дуги змінюється в залежності від швидкості її руху, поточної висоти зливка і координати центру плазмової плями на горизонтальній осі симетрії зливка на верхній площині, що збігається з напрямком руху плазмотрона. При використанні тільки цих параметрів можливо забезпечити значення потужності плазмового нагріву відповідно до технологічної схеми, однак така функція в якості вхідних даних вимагає використання емпіричних залежностей. У даному випадку це дозволить розрахувати теплове поле з параметрами відповідно до натурних експериментів, але не дозволить виконати вибір прийнятних технологічних параметрів на основі аналізу теплової картини при інших параметрах геометрії монокристалічного зливка, тому вибір в якості вищевказаних параметрів не забезпечить параметричної гнучкості математичної моделі.

Причиною зміни потужності від плазмового нагріву протягом теплового циклу є необхідність забезпечення умов існування локальної рідкої металеві ванни на верхньому торці монокристала з метою збереження стабільності її параметрів. Такі вимоги накладаються в зв'язку з тим, що при ПЗП формування зливка відбувається безтигельним способом, а ванна рідкого металу утримується на верхньому торці монокристала за рахунок сил поверхневого натягу і електромагнітних сил при взаємодії поля з рідким металом. За таких умов у разі збільшення ванни вище критичної маси

можливий її злив. При цьому ванну рідкого металу формують таким чином, щоб досягти максимального її об'єму (при товщині злитка не більше 30 мм), при збереженні її стійкого положення в "сідлі", яке утворюється при розплавленні частини твердої поверхні кристала і обмежується ізотермою з температурою плавленням матеріалу. Вимога до максимального об'єму пов'язана зі створенням умов, які забезпечують стабільну товщину пластини по висоті кристала, що можливо при додатному куті меніску. Додатково за таких умов у процесі крапельного перенесення витратного матеріалу забезпечується мінімальний його вплив на коливання об'єму ванни, при забезпеченні гарантованого виключення можливості її проливання.

У такому випадку за критерій теплового потоку доцільно прийняти один із параметрів металеві ванни, що забезпечить стабільність умов її існування. При виборі критерію виходили з того, що рідка металева ванна має наступні параметри: діаметр дзеркала, масовий об'єм, глибину, величину меніска на бічній поверхні злитка. Кожен з них має переваги і недоліки при виборі в якості критерію, проте тільки визначена величина меніска на бічній поверхні злитка може гарантовано забезпечити стійке положення ванни рідкого металу. Як показали експериментальні дослідження, такі умови виконуються при забезпеченні постійної висоти меніска рідкої металеві ванни, що для вольфраму становить відстань близько 5 мм від верхнього торця монокристалічного злитка до нижньої точки межі фронту кристалізації, розташованої на бічній поверхні злитка.

Підтримка постійної висоти меніска металеві ванни здійснюється за рахунок балансу підведеної і відведеної теплової енергії. При переміщенні плазмового джерела енергії уздовж злитка величина теплового потоку від металеві ванни через фронт кристалізації змінюється в силу різного теплового опору ділянок злитка, який слабо виражений в крайніх зонах через вплив крайових ефектів і відчутно в центральній частині. Тому для забезпечення теплового балансу у ванні необхідно проводити компенсацію за рахунок коригування потужності плазмового нагріву.

Виходячи з вищевикладеного, в модель було уведено додаткову умову на діапазон потужності плазмового джерела нагріву, яке ураховує зміну потужності тепловкладення від неузгодженості температури в контрольній точці на горизонті 5 мм в порівнянні з температурою плавлення. При цьому параметри функції були підібрані таким чином, щоб неузгодженість температури не перевищувало 2% за абсолютним значенням.

Виконання таких умов забезпечить програмне коригування потужності дугового нагріву з урахуванням координати переміщення, висоти і товщини зливки, а також швидкості плазмового нагріву та потужності індукційного нагріву.

Однією з переваг висоти меніска як критерію є те, що рівняння, побудоване на даному критерії, також відстежує зміну потужності індукційного нагріву. При цьому щільність ізотермічних ліній по висоті можна регулювати перерозподілом потужності, що вкладається між плазмовим і індукційним джерелом енергії. Зі збільшенням потужності індукційного нагріву щільність знижується, що призводить до зниження значень картини температурних градієнтів, при цьому знижується потужність плазмового нагріву з метою збереження стабільних умов локальної ванни.

Однак вибір в якості критерію висоти меніска для математичної моделі має недолік, який проявляється в інерційності між неузгодженістю температури в контрольній точці і зміною потужності теплового потоку, що відбувається через існуючу теплоємність зони рідкої ванни. Така особливість виявляється у вигляді коливального характеру в графіку залежності потужності теплового потоку при зміщенні його функції уздовж напрямку руху плазмової дуги. Незважаючи на істотні коливання потужності, коливання температури в контрольній точці має менш виражений характер і не перевищує 50°C, однак такий недолік позначається на збіжності математичної моделі, що призводить до збільшення розрахункового часу.

Фізичні процеси у ванні. Важливе значення при ПЗП набуває необхідність забезпечення умов передачі теплового потоку через рідку

металеву ванну в порівнянні з реальним процесом у зв'язку з тим, що основна частка тепловкладення від плазмового джерела до злитка здійснюється через поверхню рідкої металеві ванни. Виконання такої умови дозволить забезпечити наближення параметрів металеві ванни в математичній моделі до реальних, що стає більш важливим з огляду на ту обставину, що за критерій протікання теплових процесів прийнятий параметр ванни, а саме висота меніску.

На передачу енергії від плазмової дуги до твердого тіла через металеву ванну значно впливають гідродинамічні сили, які є результатом впливу процесів конвекції, електромагнітної взаємодії розплаву з дугою, газодинамічного впливу плазмового потоку і т.п., безпосередній облік яких має на увазі уведення в модель рівняння течії рідкого середовища. Використання додаткової гідродинамічної моделі призведе до ускладнення математичної моделі і як наслідок істотного збільшення машинного часу. Тому вплив гідродинамічних процесів у ванні на передачу тепла було ураховано за допомогою еквівалентного коефіцієнта теплопровідності. В якості функції теплопровідності в рідкій фазі було вибрано рівняння прямої:

$$\lambda(T) = \lambda_m \left(1 + k \left(\frac{T}{T_m} - 1 \right) \right), \text{ де } \lambda_m - \text{ коефіцієнт теплопровідності в рідкій фазі}$$

при температурі плавлення металу T_m , k - коефіцієнт пропорційності.

В якості критерію для відшукування коефіцієнта в рівнянні був обраний параметр перегріву рідкої металеві ванни, який спостерігається при реальному процесі і величина якого становить близько 400⁰C [152].

Для відшукування значення коефіцієнта була вирішена задача оптимізації, яка задовольняє обраному критерію. Надалі при математичних розрахунках знайдений коефіцієнт залишався постійним, при цьому похибка температури на поверхні ванни не перевищувала більше 50 ⁰C протягом усього термічного циклу.

Із огляду проведеного літературного аналізу на підставі особливостей геометричної моделі та фізичного процесу ПЗП реалізація розробленої

математичної моделі була виконана в програмному пакеті Comsol Multiphysics.

2.4 Методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на структурну досконалість вирощуваних монокристалів

Ключовий момент при проведенні інтенсифікації процесу полягає в дослідженні впливу динамічної картини теплового поля на процеси, які протікають при формуванні структури монокристалів тугоплавких металів як на стадії кристалізації, так і на стадії охолодження монокристала.

Зараз відсутня інформація впливу інтенсифікації процесу на структуру монокристалів, які отримують за допомогою плазмово-індукційного засобу.

Як відомо інтегральною складовою, яка характеризує теплові умови на всіх стадіях процесу вирощування монокристала є структурна досконалість злитка. Також при вирощуванні монокристалів на структурну досконалість впливає розташування певного кристалографічного напрямку, що співпадає з напрямком росту, в якому відбувається збільшення розміру монокристала при пошаровому нарощуванні. Така особливість полягає в анізотропії фізичних властивостей монокристала, зокрема, таких як теплові та механічні, що призводить до зміни умов у кінетиці росту при кристалізації металу, а також до зміни теплового стану, що впливає на термонапружений стан монокристалічного злитка. Такі умови при одній і тій же схемі, але при різних кристалографічних орієнтаціях, призводить до відмінностей у формуванні структури з різною досконалістю.

Усі наведені вище особливості певним чином впливають на структурну досконалість монокристала, що при збільшенні інтенсифікації процесу стає суттєво помітно, так як при високому динамічному впливі термічного поля більш виразніше проявляє себе анізотропія монокристала на процеси, які протікають у твердому тілі.

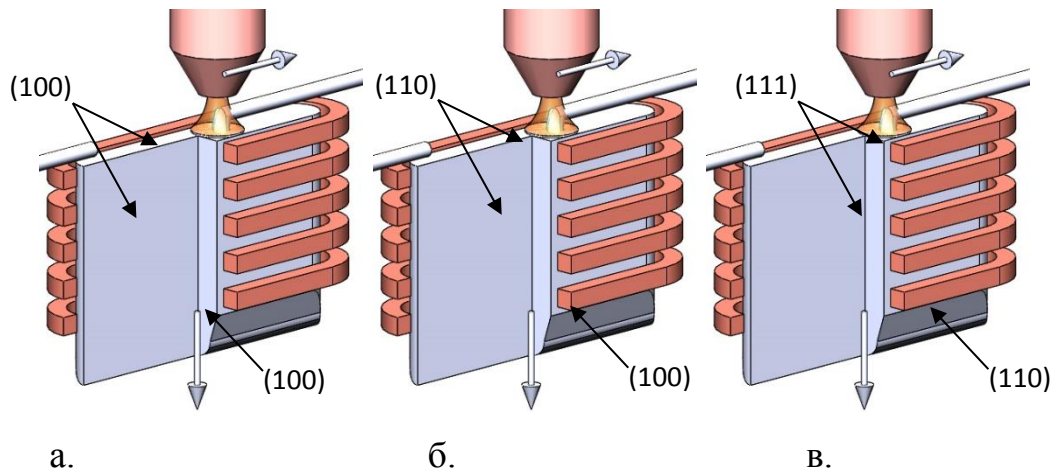


Рис. 2.9. Схеми вирощування монокристалів з різною кристалографічною вісью

отримання частини зразка здійснювався на попередньо отриманий монокристал, який був вирощений від зародкового кристала з відповідним кристалографічним напрямом. Висота такого попередньо отриманого монокристала дорівнювала 70 мм. Схема наплавлення відбувалася в зворотно-поступальному режимі при пошаровому нарощуванні, при швидкості наплавлення 17 мм/хв. Необхідність в отриманні

Таблиця 2.4.

Схема швидкісних режимів нарощування шарів монокристалів

Напрямок вирощування	Режим	Швидкість вирощування мм/хв	Кількість шарів, шт
<div style="text-align: center;"> <p>Верх</p>  <p>Низ</p> </div>	F	70(max)	5
	E	57	5
	D	46	5
	C	36	5
	B	26	5
	A	17	5

попередньо вирощеного монокристала пов'язана з тим, щоб при подальшому наплавленні за прийнятою схемою зі зміною швидкості наплавлення усунути вплив близькості водоохолоджуваного піддону на теплові характеристики монокристала, тим самим забезпечити більш стабільні теплові умови формування монокристала в зоні високих температур.

Швидкість витягування залежала від швидкості наплавлення і складала в середньому від 0,5 до 2 мм/хв.

В якості витратних матеріалів були використані прутки діаметром 8 мм, переплав яких відбувався без подачі тільки за рахунок переміщення плазмового джерела.

В якості плазмоутворюючого газу була використана газова суміш аргону з гелієм з додаванням останнього на рівні 70 об.%, витрати якого під час проведення досліджень підтримувалися на постійному рівні і складала 17 л/хв.

Потужність плазмового джерела становила від 19 до 24 кВт. Її рівень підтримували в залежності від діаметра металеві ванни таким чином, щоб забезпечити її однакові характеристики незалежно від швидкості наплавлення шару. Потужність додаткового індукційного обігріву становила 95-110 кВт. При виборі рівня підігріву виходили з умов забезпечення необхідної температури на верхній площині злитка, яка становила 1773 К. При цьому застосування ВЧ нагріву забезпечує більш стабільні умови існування металеві ванни при падінні краплі з витратного прутка, і не призводить до значної зміни об'єму ванни рідкого металу, як це відбувається при плазмово-дуговій плавці [130]

Від отриманих таким чином монокристалів відрізали за допомогою електроерозійної різки частину, яка була нарощена зі зміною швидкістю, для подальшого дослідження.

2.5 Методика дослідження впливу інтенсифікації процесу на геометричні параметри металеві ванни

Одним із важливих чинників технології вирощування монокристалів є геометрія рідкої металеві ванни, оскільки її параметри безпосередньо характеризують форму фронту кристалізації. Геометрія рідкої металеві ванни формується під дією багатьох факторів, основними з яких є характеристики плазмового джерела, а саме склад плазмоутворюючого газу, сила електричного струму, геометричні параметри плазмового сопла та діаметр катоду, газодинамічний тиск електричної дуги та інше. Тому отримати геометричні характеристики металеві ванни за допомогою моделювання є складною задачею.

При дослідженні було приділено увагу формуванню профілю металеві ванни при технологічних параметрах які забезпечують інтенсифікацію процесу ПЗП та дослідженню можливості заміни дорогого плазмоутворюючого газу гелію на значно дешевший водень.

Дослідження характеристик металеві ванни було виконано відповідно до схеми, яка наведена на рис. 2.10. Дослідження проводилися на штапиках з вольфраму, які були виготовлені засобами порошкової металургії. Площина контакту між штапиками виконувала роль чинника збурення. Такий чинник в реальному процесі виникає, коли при русі плазмового джерела флуктуація дуги може викликати явище незмочування окремих об'ємів рідкої фази чи коли утворюється під тиском плазмові дуги лунка, яка оголює тверду фазу. Несуцільність рідкої фази є одним із критеріїв оцінки умов формування металеві ванни.

Зібраний таким чином зразок дозволяє зробити висновок щодо умов, які забезпечують формування монокристала без грубих дефектів (пор та раковин). Такі умови мають місце, коли теплопередача між плазмовим джерелом і

металевою ванною зростає до такого рівня, коли відбувається перегрів ванни, а сили поверхневого натягу знижуються до рівня, при якому відбувається змочування двох фаз, розташованих на окремих площинах твердої фази.

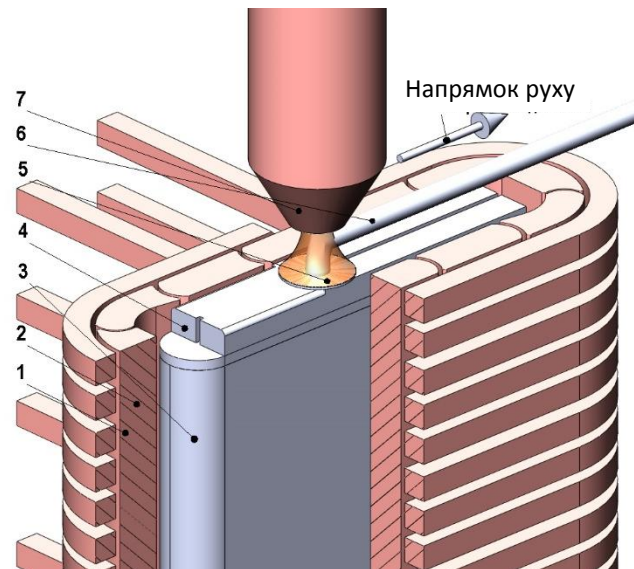


Рис. 2.10. Схема проведення дослідження впливу інтенсифікації процесу на параметри металевої ванни: 1-індуктор, 2-секційна стінка, 3-термокомпенсуюча підставка, 4-штапики з пресованого порошку вольфраму, 5-ванна рідкого металу, 6-пруток з вольфраму, 7-плазмове джерело

На піддон установлювалася термокомпенсуюча підставка з монокристала вольфраму, яка моделювала монокристал у реальному процесі з розмірами, які становили 20x90x160 мм. Зверху на термокомпенсуючу підставку установлювалися вольфрамові штапики один біля одного, розміри яких становили в поперечному перетині 10x10 мм, а довжина складала 160 мм. Після чого камеру закривали і герметизували. Для забезпечення умов, наближених до реальних, установлена термокомпенсуюча підставка з вольфрамових штапиків нагрівалася за допомогою індукційного джерела енергії з поступовим підвищенням потужності та витримкою часу до 5 хвилин після кожного підвищення для забезпечення стаціонарних умов. Потужність високочастотного індуктора змінювали від нуля до 0,6 номінального значення

з кроком 0,10 до тих пір, поки температура верхньої площини не досягала значення в 1773 К.

Для забезпечення хорошої теплопровідності між термокомпенсуючою підставкою та штапиками поверхня обох деталей примикання шліфувалася на круглошліфувальному станку, також шліфувалися поверхні штапиків, які примикають одна до одної.

Після нагрівання індуктором вмикали плазмову дугу на мінімальній потужності і з заданою швидкістю переміщували її від одного кінця штапика до іншого. Для отримання характеристик ванни, наближених до реальних умов, здійснювали необхідне прогрівання термокомпенсуючої підставки, щоб забезпечити зменшення відбору теплового потоку тілом термокомпенсуючої підставки від вольфрамових штапиків і наблизити теплові умови до реальних. Прогрівання термокомпенсуючої підставки контролювалося за допомогою термопар, які були установлені в її тіло (рис. 2.11). Для прогрівання термокомпенсуючої підставки приходилося переміщувати плазмову дугу у зворотно-поступальному режимі від двох до чотирьох циклів. При цьому потужність плазмового джерела поступово збільшували до 50% від номінальної, що дозволяло отримати металеву ванну від 1/2 до 2/3 ширини вольфрамових штапиків у залежності від технологічних параметрів плазмового джерела енергії. Останній прохід проводили при потужності плазмового джерела на рівні 90% від номінальної, що дозволяло отримати металеву ванну від 2/3 до 3/4 від ширини вольфрамових штапиків.

Після того, як були досягнуті теплові умови, при яких зміна розташування ізотерм в просторі відбувається тільки за рахунок переміщення плазмового джерела енергії, що контролювалося за допомогою вбудованих термопар в тіло термокомпенсуючий підставці, здійснювали наплавлення витратного прутка на вольфрамові штапики, що імітувало реальні умови, при яких відбувається формування металевої ванни.

Для подальшого аналізу відмінностей в теплових умовах при реальному

Як уже було відзначено, одним із визначальних чинників при вирощуванні якісних монокристалів є геометрія металеві ванни на поверхні кристала, що наплавляється. При проведенні експериментів у якості критерію було прийнято діаметр металеві ванни. Така умова витікає з того, що в реальному процесі при різних параметрах швидкості переміщення плазмові дуги, яка впливає на інтенсифікацію процесу, відбувається зміна теплових умов між рідкою ванною та монокристалом.

У дослідженнях незмінними залишався діаметр металеві ванни, потужність індукційного нагріву, що контролювалася за температурою верхньої площини. У залежності від поставленої цілі змінювали силу струму дуги, швидкість плазмового джерела та склад плазмоутворюючого газу.

Після наплавлення одного шару плазмову дугу вимикали і зменшували потужність нагріву індукційним джерелом. Після охолодження термокомпенсуючої підставки плавильну камеру відкривали і отриманий зразок виймали для виконання досліджень.

2.6 Методика дослідження температурного поля плоских монокристалів вольфраму на фізичній моделі

Теплові умови безпосередньо впливають на важливі показники монокристалічної будови, такі як щільність дислокацій, кут розорієнтації субблоків та ін. Тому для отримання монокристалів з високою якістю при проведенні інтенсифікації процесу важливе значення приймає питання дослідження теплового поля монокристалів.

Для вивчення характеристик теплового поля в тугоплавких монокристалах широко використовуються як фізичні методи безпосереднього вимірювання температури, так і математичні методи моделювання. Але найбільш достовірну інформацію про температурні поля монокристалів у процесі їх вирощування дозволяє отримати проведення натурних експериментів. Проте при ПЗП в умовах поєднаного плазмово-індукційного

нагріву експериментальне визначення характеристик теплового поля в монокристалах тугоплавких металів, як вже визначалося, пов'язано з великими технічними труднощами (п.2.3.), що призводять до високої похибки оптичних методів дослідження, а можливість проведення контактних методів обмежена. Треба зазначити, що висока ціна матеріалів та значні матеріальні витрати, які пов'язані з вирощуванням монокристалів примушує обмежувати кількість проведення експериментів.

Раніше проводилися дослідження теплового стану монокристала вольфраму, отриманого способом плазмово-індукційною зонною плавкою за формою у вигляді пластини. Так, у роботі [70], було досліджено зміну характеристик температурного поля в залежності від висоти кристала при зосередженій (в зоні наплавлення шару) та розосередженій (по всій поверхні) потужності додаткового індукційного підігріву. Аналіз даних показав, що їх отримання було виконано за допомогою оптичного пірметра зі зникаючою ниткою, а вимірювання температури поверхні монокристала проводилося за невеликою кількістю вибірок, що не тільки не дає уявлення про умови, які протікають в середині монокристала, але також може мати велику похибку при більш детальному дослідженні температурного поля. Тому використання отриманої раніше інформації для аналізу температурного поля монокристалів при дослідженні інтенсифікації процесу є некоректним.

Більш детальну інформацію щодо характеристик температурного поля дозволяє отримати використання безпосереднього вимірювання теплового поля в процесі вирощування монокристалів за допомогою термопар. З цією метою широко використовується метод вморожування термопар [51], але такий метод не застосовують при вирощуванні тугоплавких металів у зв'язку з руйнуванням термопарного спаю при існуючих температурах вирощування.

Приймаючи до уваги високі температури процесу і неможливість використання методу вморожування термопар, було прийнято рішення дослідити умови формування температурних полів у реальному процесі на фізичній моделі з використанням в якості робочого тіла попередньо

вирощеного монокристал з вольфраму із установленими усередину термопарами по висоті і довжині злитка (рис. 2.12).

Отвори для установлення термопарних спаїв були виконані за допомогою електроерозійної прошивки в попередньо вирощеному кристалі, діаметр яких

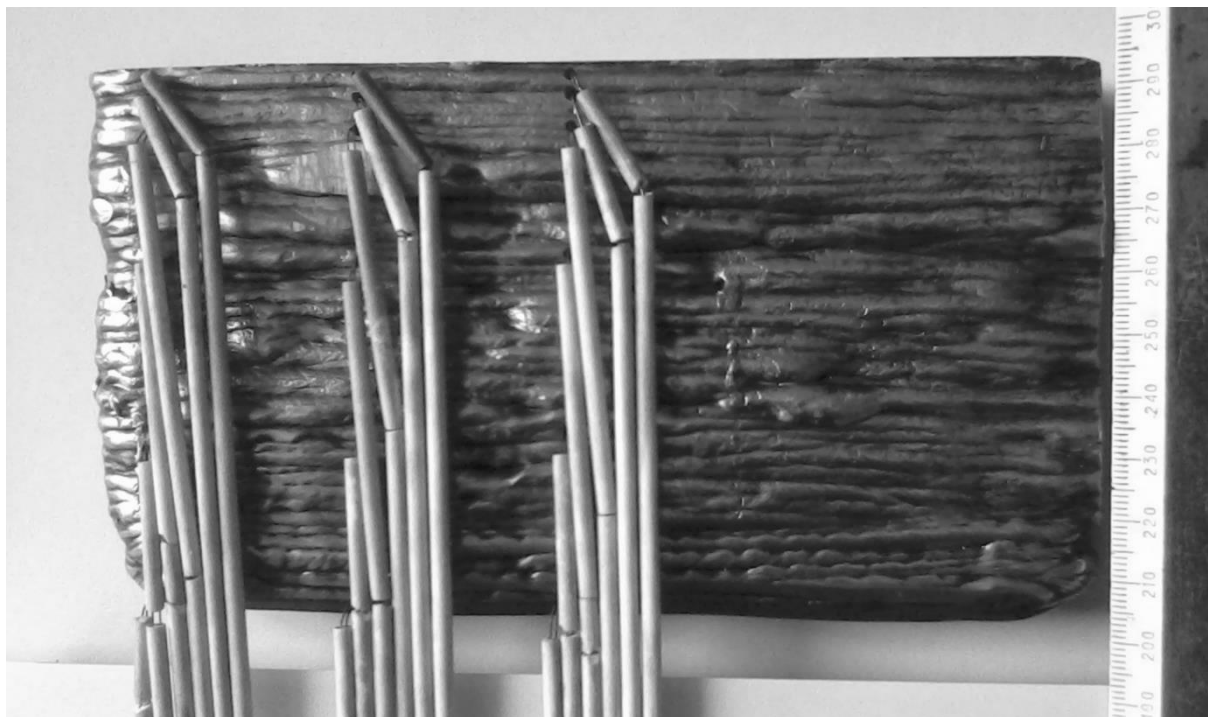


Рис. 2.12. Попередньо вирощений монокристал вольфраму з зафіксованими термопарами ВР 5/20

становив 1 мм на глибину, яка дорівнювала половині товщини злитка. Отримані отвори розміщені у три вертикальні ряди з однаковим проміжком між ними. Один з крайніх займає місце відповідне до крайнього положення плазмового джерела (Іряд) на відстані 70 мм від осі симетрії, а інший розміщується по осі симетрії (ІІряд), відстань до середнього ряду складає 35 мм (ІІІряд) від центру кристала (рис. 2.11-2.12). Горизонтальні ряди отворів з першого по шостий ряд знаходяться на відстані 2 мм, 5 мм, 10 мм, 30 мм, 60 мм і 85 мм від верхньої площини кристала відповідно.

Дослідження температурного поля проводилося за допомогою вольфрам-ренієвих термопар ВР 5/20, діаметр яких становив 0,2 мм зі статичною характеристикою, що відповідала типу А1. З метою зменшення впливу

електромагнітного поля, яке утворюється в результаті роботи індукційного джерела енергії з робочою частотою 66 кГц на показання термопар виконувалося їх скручування з кроком 10 мм, що мінімізувало площину контуру, в якому наводиться е.р.с. Для перетворення аналогового сигналу термопар в цифровий була застосована інтегрована сигма-дельта АЦП типу AD7794 (фірма "Analog Devices").

Реєстрація значень термопар проводили за наступною схемою: дані першого ряду знімали, використовуючи одноканальні реєструючі прилади РП – 160, дані горизонтальних рядів з другого по четвертий знімали за допомогою мікропроцесорного контролера [41], останні ряди фіксували за допомогою шестиканального автоматичного потенціометра КСП – 4. Для розрахунків при отриманні температури гарячого спаю необхідна температура холодного спаю термопар контролювалася напівпровідниковим терморезистором ММТ – 4, який був розташований в камері печі. З метою контролю температури поверхні, на якій відбувається наплавлення, застосовували двохспектральний пірометр ДПР – 1, який був направлений на ділянку, яка розташовувалася над крайньою лівою верхньою точкою ряду І.

Сама схема дослідження не відрізнялася від умов проведення технологічного процесу отримання монокристала вольфраму за винятком того, що замість отримання монокристала шляхом пошарового наплавлення від зародкового кристала замість останнього на призматичних фіксаторах розміщувався попередньо вирощений монокристал з установленими термопарами за схемою рис. 2.11. [155]. Після цього в камері утворювали вакуум та заповнювали її інертним газом. На наступному кроці температуру кристала доводили до потрібного стану відповідно до технологічного режиму при індивідуальному розігріві індукційним джерелом, а потім вмикали плазмове джерело та проходили в зворотно-поступальному режимі при мінімальній потужності, поступово виходячи на робочі параметри, що складало 3-4 термічні цикли.

Умови формування теплового поля в процесі вирощування монокристала відбувалося за двома схемами: без наплавлення та при наплавленні верхнього шару. Дослідження були проведені на кристалі розміром 20x90x160 мм. Було

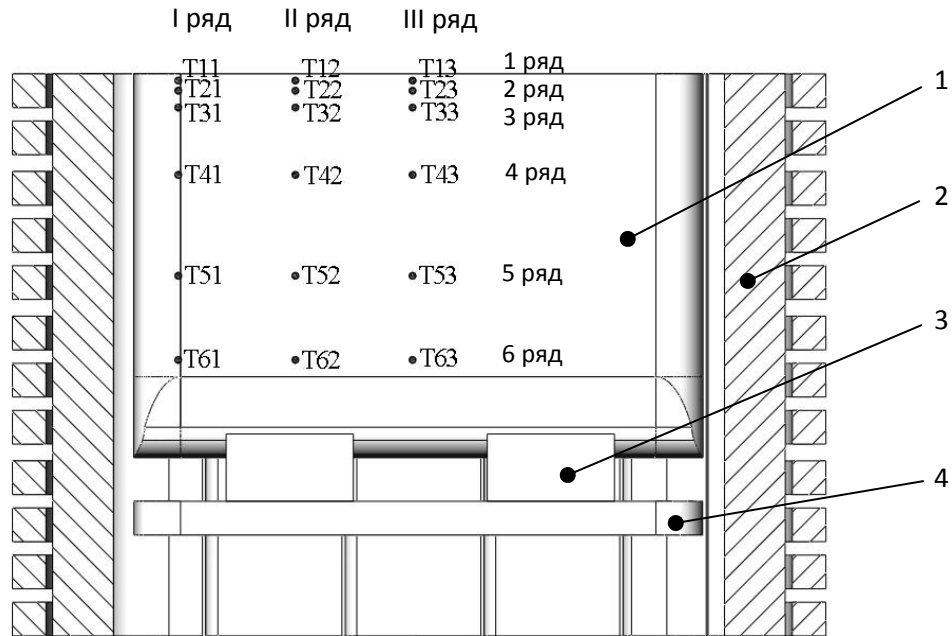


Рис. 2.13. Схема вибірки характеристик теплового поля за допомогою установлених термопар у плоскому монокристалі вольфраму: 1 – монокристал; 2 – індуктор; 3 – підставка; 4 – піддон

установлено, що температурне поле не суттєво змінювалося, при цьому загальна потужність плазмового джерела зростала на 4-6%, тому для подальшого аналізу урахувували дані, отримані без плавлення витратного матеріалу.

2.7 Методи та апаратура фізико-хімічного аналізу

З метою дослідження якості вихідних матеріалів, а також дослідження впливу технологічних параметрів, що забезпечують інтенсифікацію процесу ПЗП при вирощуванні монокристалів з вольфраму на їхню структурну досконалість було використано комплекс сучасних методів фізичного

дослідження – мікрорентгеноспектральний аналіз, рентгенофлуоресцентний аналіз, газовий аналіз, металографічний і рентгеноструктурний аналізи.

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. Елементний склад вольфрамових зразків визначався методом хімічного аналізу за допомогою рентгенофлуоресцентного спектрометру X' Unique II фірми «*Philips*» (Голландія) та мікрозонда CAMEBAX SX – 50 фірми «*CAMECA*» (Франція) для мікрорентгеновського спектрального аналізу.

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 (РЕМ) (Philips SEM-515, Нідерланди), а також просвічуючу мікродифракційну електронну мікроскопію (JEM-200CX фірми JEOL з прискорюючою напругою 200 кВ, Японія).

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

Вимірювання мікротвердості виконували на мікротвердомірі ПМТ-3 з алмазною пірамідкою Віккерса (навантаження 200 г).

Висновки

1. Наведені характеристики та приведено опис основних вузлів технологічного устаткування, яке дозволяє провести дослідження з

інтенсифікації вирощування монокристалів вольфраму способом плазмово-індукційної зонної плавки.

2. Приведені технологічні вимоги до витратних матеріалів (вольфрамові прутки, складові плазмоутворюючого газу), що гарантує отримання монокристалів вольфраму необхідної чистоти за домішками, а також забезпечує достатню тривалість технологічного процесу без необхідності проведення вимушеної ревізії катодного вузла та плавильного простору.

3. Розроблена методика проведення математичного моделювання для дослідження технологічного процесу плазмово-індукційного вирощування монокристалів тугоплавких металів, що дозволяє вивчати теплові поля монокристалів у залежності від ступеня інтенсифікації процесу з урахуванням спільного вирішення теплової та електромагнітної задач.

4. Наведена методика дослідження впливу ступеня інтенсифікації процесу плазмово-індукційного вирощування монокристала вольфраму на його структурну досконалість.

5. Описано методику дослідження параметрів локальної ванни рідкого металу в залежності від ступеня інтенсифікації процесу та технологічних параметрів плазмової дуги та індукційного нагріву.

6. Розроблено експериментальну методику дослідження температурного поля монокристала в умовах, наближених до реальних, що дало можливість отримати натурні дані для порівняльного аналізу з даними математичної моделі.

РОЗДІЛ 3

ДОСЛІДЖЕННЯ ВПЛИВУ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ ПРОЦЕСУ НА УМОВИ ФОРМУВАННЯ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ

3.1 Вплив інтенсифікації процесу на геометричні параметри локальної рідкої металеві ванни

Режим роботи плазмового джерела енергії відіграє важливу роль у процесі вирощування монокристалів тугоплавких металів через те, що значно впливає на формування профілю рідкої металеві ванни [30,154,167,172,176]. При вирощуванні монокристалів вольфраму в умовах плазмово-індукційної зонної плавки глибина ванни може досягати від 3 до 7 мм. Така невелика глибина ванни пов'язана як з властивостями самого матеріалу (високою температурою плавлення та високою теплопровідністю), так і з технологічними аспектами, такими як використання додаткового джерела енергії. Дія індуктора дозволяє зменшити потужність плазмового джерела нагріву, а також вплинути на співвідношення осьового та радіального градієнта температур на користь зменшення останнього. Це спричиняє перерозподіл геометричних параметрів ванни в напрямку зменшення глибини ванни в порівнянні з діаметром її дзеркала. Такі умови спричиняють підвищену чутливість форми рідкої металеві ванни до режиму роботи плазмового джерела, а саме до розподілу потужності теплового потоку та газодинамічного тиску на поверхні рідкої ванни. Ці чинники впливають на умови теплопередачі через рідку фазу до твердої та формування профілю межі між газовою та рідкою фазами, що у свою чергу впливає на формування геометрії межі фронту між твердою та рідкою фазами. Виникнення лунки на поверхні рідкої фази призводить до збільшення термічного напруження в цій зоні та як наслідок до продавлення фронту кристалізації і його викривлення. В міру збільшення глибини лунки вплив щодо формування профілю металеві ванни стає більш значимим[44].

Профіль металеві ванни безпосередньо впливає на геометрію фронту кристалізації та разом з умовами, при яких протікає процес кристалізації, має велике значення для отримання монокристалів високої якості. При цьому умови визначаються характером температурного поля в системі кристал-розплав та кінетичними процесами в залежності від реальної швидкості фронту кристалізації. Тому остаточним вибором режиму роботи плазмового джерела стає відповідність його технологічних параметрів умовам існування ванни рідкого металу при забезпеченні незмінної геометрії наплавленого шару при швидкісних режимах, коли до уваги приймаються як параметри режиму роботи плазмового джерела, так і умови взаємодії плазмового джерела енергії з властивостями монокристалічного тіла в динамічному режимі, які визначаються зміною умов теплопередачі в порівнянні зі статичним режимом.

Зазначимо, що оптимальний профіль геометрії рідкої ванни для ведення технологічного процесу не завжди є однозначним. Так, для формування монокристалічної структури оптимальним є плоский фронт кристалізації, однак отримати його в реальних умовах майже неможливо. При цьому реальні профілі фронту кристалізації бувають або випуклі або увігнуті. Перші характеризуються нестійкістю рідкої ванни, що призводить при нестабільності дуги до її зливу. Другі призводять до появи сильно розорієнтованої межі в центрі кристала. Тому значна увага приділялася не тільки формуванню профілю фронту кристалізації, а також геометричній стабільності ванни рідкого металу.

Фронт кристалізації залежить від газодинамічного тиску дуги на ванну. У процесі аналізу отриманих даних з'ясувалось, що найбільше «продавлювання» фронту кристалізації в центральній частині спостерігається при використанні плазмоутворюючого газу аргону (рис. 3.1 а-в), що призводить до значного викривлення та оголення фронту кристалізації в зоні анодної плями. Так, при поступовому підвищенні струму плазмового джерела спостерігалось утворення на поверхні вольфрамових штапиків зони розплавленого металу (рис. 3.1 а), але внаслідок великого перегріву, маленької товщини

проплавленого шару і великого газодинамічного тиску рідкий метал виносило на поверхню штапика. При цьому утворювалася лунка глибиною 3-3,5 мм, причому товщина проплавленого шару складала всього 2-2,5 мм. На етапі краплинного переносу на тій же самій суміші газу (рис. 3.1 б) спостерігалось зменшення кривизни фронту кристалізації за рахунок значного перегріву рідкої фази на стадії краплі, але продавлення рідкої фази газодинамічним тиском залишалось значним, що мало негативні наслідки в разі захоплення порожнини краплею рідкого металу та призводило до утворення пор. Потужність плазмового джерела в обох випадках становила 13,5 кВт. У випадку збільшення швидкості плазмового джерела до 70 мм/хв потребувало збільшення його потужності до 18 кВт для забезпечення постійності контрольованого параметра діаметра ванни. У цьому випадку форма фронту кристалізації покращувалася, але також спостерігалось значне продавлювання в центральній зоні за рахунок збільшення гідродинамічних процесів у ванні. Також підвищення швидкості та збільшення потужності надало можливість наведення рідкої ванни по всій поперечній площини штапику (рис. 3.1 в).

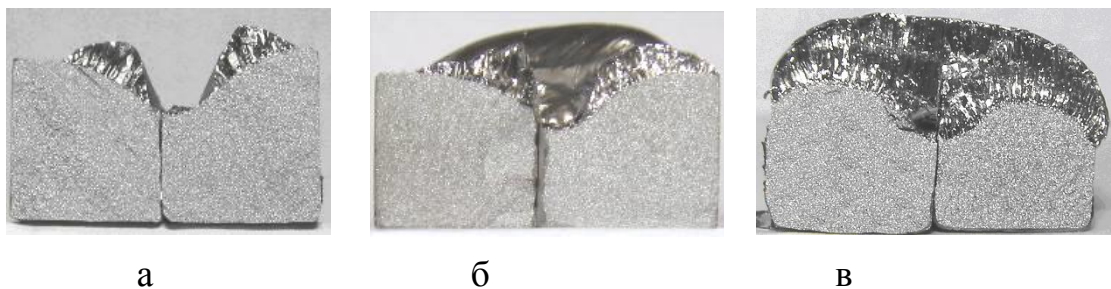


Рис. 3.1. Характеристики геометричних параметрів ванни при технологічних режимах [швидкість переміщення ванни 40 мм/хв (а, б) та 70 мм/хв (в), температура попереднього підігріву становила 1500 °С, витрата плазмоутворюючого газу аргону становила 17 л/хв]

Використання суміші газів аргону з гелієм у об'ємному відношенні 30% Ar+70% He, яка застосовується при отриманні монокристалів за базовою технологією, дозволяє отримати профіль фронту кристалізації найбільш

прийнятний (рис. 3.2 а-в). Збільшення швидкості не призводило до значних змін профілю ванни за умов забезпечення потужності плазмового джерела на такому рівні, що забезпечує формування рідкої металевої ванни по всьому поперечному перетині вольфрамових штапиків.

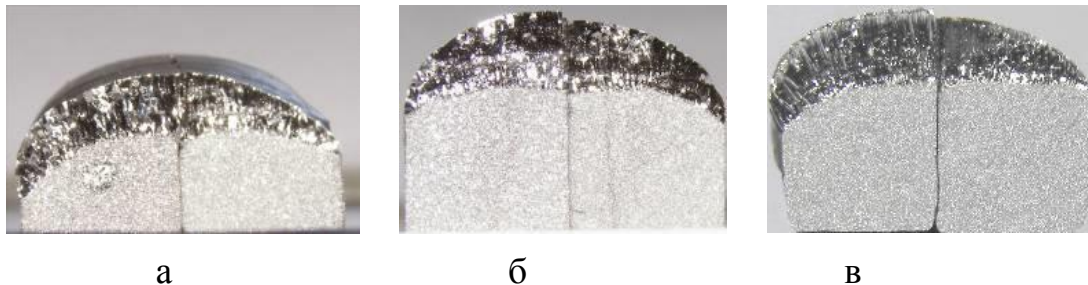


Рис. 3.2. Характеристики геометричних параметрів ванни при технологічних режимах (швидкість переміщення ванни 40 мм/хв (а,б) та 70 мм/хв (в) температура попереднього підігріву становила 1500 °С, витрата плазмоутворюючого газу 30 об.% Ar+70 об.% He становила 17 л/хв)

З метою підвищення економічної ефективності за рахунок заміни дорогого газу гелію на значно дешевий водень також були проведені дослідження щодо формування профілю ванни під впливом плазмоутворюючого газу з додаванням водню.

Виходячи з забезпечення безпечних умов, була використана суміш аргону з воднем, де об'ємна частка водню складала 10%. При додаванні такої суміші до однокомпонентного газу аргону можна отримати плазмоутворюючу суміш Ar+H₂ з об'ємною концентрацією останнього в межах 1-10%.

Так, при застосуванні суміші плазмоутворюючого газу аргону з воднем, де об'ємна доля останнього складала 1%, суттєвої відмінності у формуванні профілю ванни в порівнянні з використанням однокомпонентного плазмоутворюючого газу аргону не спостерігалось. Контури перетину лунки з поверхнею вольфрамового штапику були рівні, без видимих напливів. При збільшенні водню до 5 об.% можна було спостерігати напливи по краях ванни та значне звуження діаметра поверхні, яка залишалася незмоченою рідким металом, що призводило до того, що фронт кристалізації залишався оголеним.

Таке формування не задовольняє умовам нормального формування металеві ванни.

При використанні 10 об.% суміші водню з аргоном, як видно з дослідження зразків (рис. 3.3 а-б), форма профілю межі кристалізації наближалася до форми профілю, отриманого з використанням гелієвої суміші, що може свідчити про можливість заміни гелію воднем зі збереженням сприятливих умов формування профілю ванни. Однак невелике продавлення фронту кристалізації в центральній частині ванни залишається.

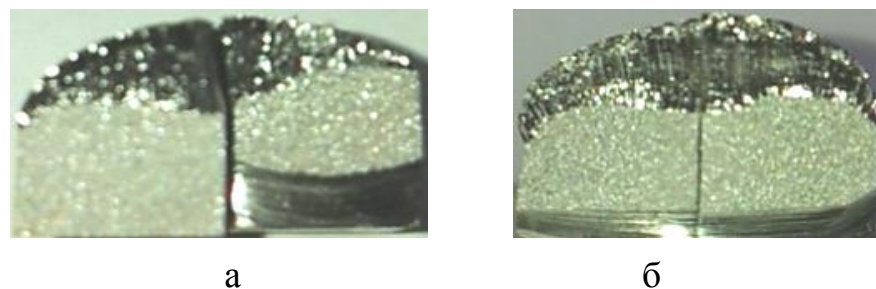


Рис. 3.3. Характеристики геометричних параметрів ванни при технологічних режимах (швидкість переміщення ванни 40 мм/хв (а) та 70 мм/хв (б), температура попереднього підігріву становила 1500 °С, витрата плазмоутворюючого газу 90 об.% Ar+10 об.% H₂ становила 17 л/хв)

Така форма фронту кристалізації призведе до появи в центральній частині монокристала субграниці зі значною розорієнтацією, що погіршить загальну якість монокристала. Тому, з одного боку, виходячи з умов безпеки, що забезпечує застосування суміші з воднем з концентрацією останнього на рівні не більш 10 об.%, а з другого боку, необхідність корекції фронту кристалізації забезпечило перехід від двохкомпонентної суміші до трьохкомпонентної, яка складається з газу аргону, гелію і водню. Таким чином було значно розширено діапазон для дослідження впливу складу плазмоутворюючого газу на параметри ванни, що дозволило провести вибір із широкого ряду технологічних параметрів для отримання оптимальних їх значень.

Проведені дослідження з різним вмістом гелію від 10 до 50 об.% дозволили визначитися з оптимальним складом плазмоутворюючого газу, що

дало можливість зменшити витрати дорогого плазмоутворюючого газу гелію без погіршення форми фронту кристалізації в порівнянні з базовою сумішшю 30 об.% Ar+70 об.% He.

Так, використання трьохкомпонентної суміші плазмоутворюючого газу 10 об.% H₂+30 об.% He+60 об.% Ar дозволило отримати параметри форми фронту кристалізації, які наближені до найбільш раціональних (рис. 3.4 а-б).

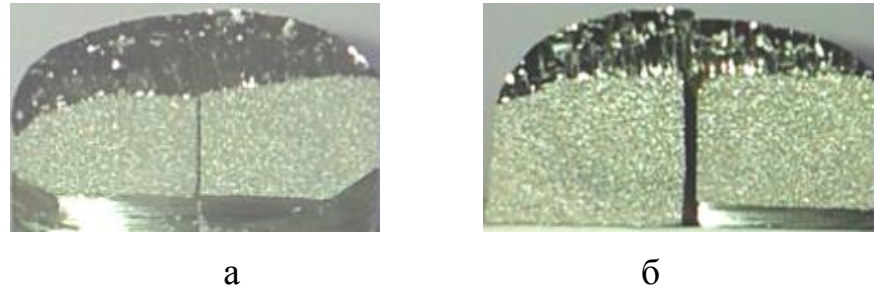


Рис. 3.4. Характеристики геометричних параметрів ванни при технологічних режимах (швидкість переміщення ванни 40 мм/хв (а) та 70 мм/хв (б), температура попереднього підігріву становила 1500 °С, витрата плазмоутворюючого газу 10 об.% H₂+30 об.% He+60 об.% Ar становила 17 л/хв)

При дослідженні формування профілю ванни на штапиках також можна спостерігати зміну переважного напрямку росту зерен полікристалічного зразка. Зміна нахилу зерен у бік руху плазмового джерела при формуванні шару наочно показує залежність нахилу зерен від технологічних параметрів процесу. Характер зміни нахилу залежить від зміни кривизни фронту кристалізації, при цьому максимальна зміна спостерігалася при високих швидкостях руху плазмотрона з використанням плазмоутворюючого газу аргону і досягала 45°, у поверхневому шарі по середині наплавленого шару значення кута повороту зерен збільшувалося, що свідчить про більшу кривизну профілю ванни в цій зоні. При використанні трьохкомпонентної суміші (Ar+30об.% He+10%об.%H₂) характер нахилу зерен приблизно відповідав картині при застосуванні базової суміші (30 об.% Ar+70 об.% He), що свідчить про близькі умови формування профілю ванни.

Таким чином, проведені дослідження показують, що застосування трьохкомпонентної суміші $\text{Ar}+30\text{об.}\% \text{He}+10\text{об.}\% \text{H}_2$ дозволяє зменшити витрати дорогого газу гелію більш ніж в 2 рази без погіршення формування профілю рідкої металевої ванни.

3.2 Натурні дослідження теплового стану монокристала вольфраму

Фізичне моделювання є одним з основних методів дослідження пристроїв індукційного нагріву, що дозволяє значною мірою урахувати всі особливості системи. Експерименти на фізичних моделях і натурних пристроях застосовуються для перевірки адекватності математичних моделей у реальному процесу, а також при вирішенні питань технологічного та конструкторського характеру. Недоліком такого методу є велика вартість і трудомісткість, а також менша їх універсальність. Незважаючи на свою об'єктивність, використання таких методів для отримання безпосередніх даних часто ускладнюються невисокою точністю вимірювання ряду параметрів, а часто й неможливістю, а також обмеженістю умов спостереження. Однак такі методи для отримання параметрів температурного поля мають широке використання та зарекомендували себе як ефективні засоби дослідження і вирішення складних проблем при розробці нових технологій.

Із метою оцінки адекватності даних математичного моделювання були проведені дослідження на фізичній моделі з використанням в якості робочого тіла попередньо вирощеного монокристала вольфраму з установленими всередину термопарами по висоті і довжині злитка згідно з описаною методикою у главі 2.6.

Варто зазначити, що при вирощуванні плоских монокристалів тугоплавких металів ПЗП виділяють три основні стадії теплового стану злитка:

I стадія - «розігрів» полягає в попередньому прогріванні зародкового кристала перед нарощуванням шарів за допомогою системи індукційного нагріву при поступовому підвищенні електричної потужності. Такий підготовчий етап забезпечує низькі термічні напруги протягом розігріву.

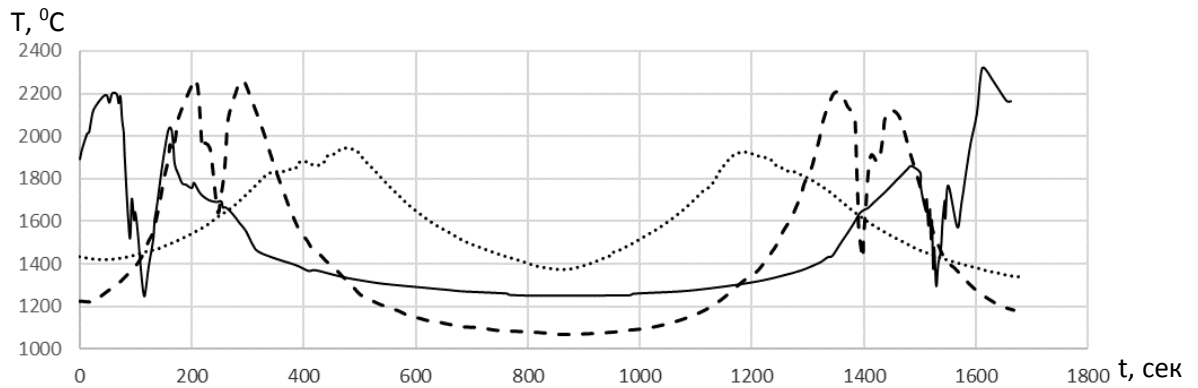
II стадія - «циклічний тепловий вплив» складається з увімкнення плазмового нагріву, наведення рідкої металевої ванни, розплавлення витратного матеріалу і формування монокристала при пошаровому нарощуванні в результаті зворотно-поступального руху плазмового джерела по верхньому торцю монокристала з підживленням витратного матеріалу у ванну рідкого металу. На даному етапі функція індукційного нагріву полягає в забезпеченні злитка додатковою енергією, що обумовлює зсув температурної зони всього кристала в область протікання гарячих пластичних деформацій, тим самим виключає виникнення можливості розтріскування кристала в зв'язку з виникненням високих термічних напружень. При цьому електромагнітна система спроектована таким чином, щоб створити максимальний розігрів злитка у верхній його частині, що забезпечує зниження термічних напружень при увімкненні плазмового нагріву, а також зниження динамічного впливу плазмової дуги при скануванні плазмового джерела уздовж злитка. При цьому забезпечується необхідна початкова температура по висоті зародкового кристала, а в подальшому усього монокристала при збільшенні висоти злитка.

III стадія - «охолодження» протікає при індивідуальному тепловкладенні від індукційного джерела нагріву і складається з двох етапів. На першому етапі після вимкнення плазмового джерела потужність індукційного нагріву підтримується постійною до моменту розсіювання збереженої теплової енергії злитком від плазмового джерела. На другому етапі виконується поступове рівномірне зниження температури кристала до температури навколишнього середовища, що забезпечує отримання мінімальних температурних напружень у кристалі на кінцевому етапі вирощування злитка.

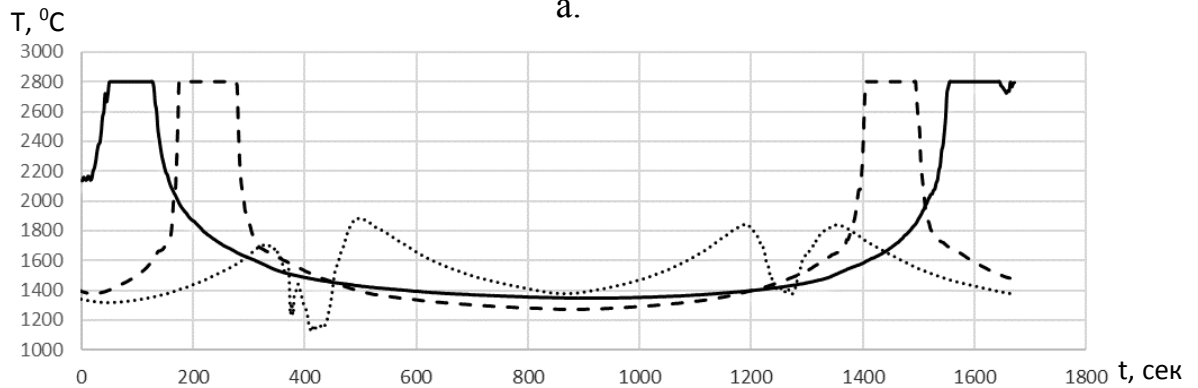
Використана в експерименті схема розподілу термопар у тілі злитка відповідно до методики дає можливість дослідити зміну температури в контрольних точках у широкому діапазоні зміни потужності індукційного нагріву на I стадії. На II стадії в результаті додаткового розігріву злитка плазмовою дугою розташовані термопари у верхніх рядах підлягали температурному впливу, який перевищував робочий діапазон термопар, що призводило до деградації їх характеристик. Для подальшого аналізу отриманих значень температур необхідно було проведення верифікації робочих характеристик термопар. При дослідженні температур в контрольних точках на протязі термічного циклу швидкість плазмового джерела складала 10 мм/хв.

На рис. 3.5 а-в приведені температурні залежності в контрольних точках (рис. 2.11-2.12) 1-3 ряду, які були отримані за допомогою термопар. Як можна спостерігати з наведених залежностей, на відрізку графіків температур T11, T12 та T23, де повинні бути максимальні значення температур, спостерігається мінімальні їх значення, що свідчить про деградацію характеристик відповідних термопар аж до руйнування термопарного спаю. Також із аналізу температурних залежностей на рис. 3.5 а-в можливо зробити висновок, що термопари в точках T21, T22, T31 також мали вплив температури, яка перевищує максимальний робочий діапазон термопар і дорівнює 2200-2800°C. Тому можливо очікувати, що відповідні термопари також зазнали деградацію своїх характеристик. Що стосується термопар в контрольних точках T13, T32 та T33, однозначний висновок з приведених залежностей важко зробити тому, що характер залежностей відповідає очікуваному результату. Що стосується термопар у нижній зоні злитка 4-6 ряду (рис. 3.6 а-в), то значення максимальних температур для них не перевищувало нижньої межі максимально допустимого діапазону.

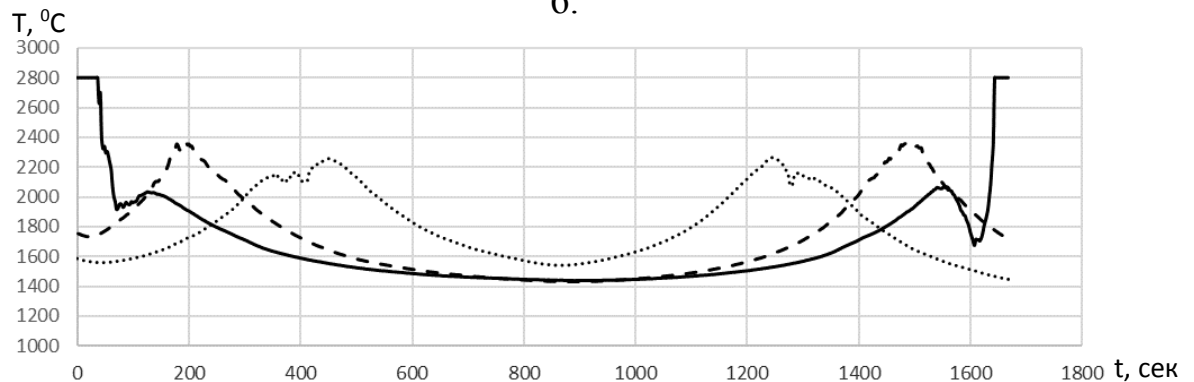
Для більш однозначного вирішення питання отримання достовірних даних з метою можливості проведення подальшого аналізу температурного



а.



б.



в.

Рис. 3.5. Залежності температур верхньої високотемпературної зони в контрольних точках ($^{\circ}\text{C}$): а-Т11, Т12, Т13; б-Т21, Т22, Т23; в-Т31, Т32, Т33, де суцільна лінія відноситься до крайнього лівого ряду, штрихова до середнього, а пунктирна лінія до ряду, який розташований уздовж осі симетрії

поля злитка були відібрані ті температурні залежності, які відповідають наступним умовам. Якщо температура, яка отримана для кожної термопари окремо в кінці I стадії, перед увімкненням плазмового джерела енергії дорівнює температурі III стадії, яка отримана після вимкнення плазмового джерела, з тимчасовою витримкою до того моменту, при якому не відбувалася

зміна температури в контрольних точках, що свідчило про розсіювання тепла накопиченого злитком від плазмового джерела і установлення рівноваги теплового поля в системі індуктор – кристал, при однаковій потужності індукційного нагріву, то дані таких термопар вважалися достовірними та їх характеристики не зазнали деградації.

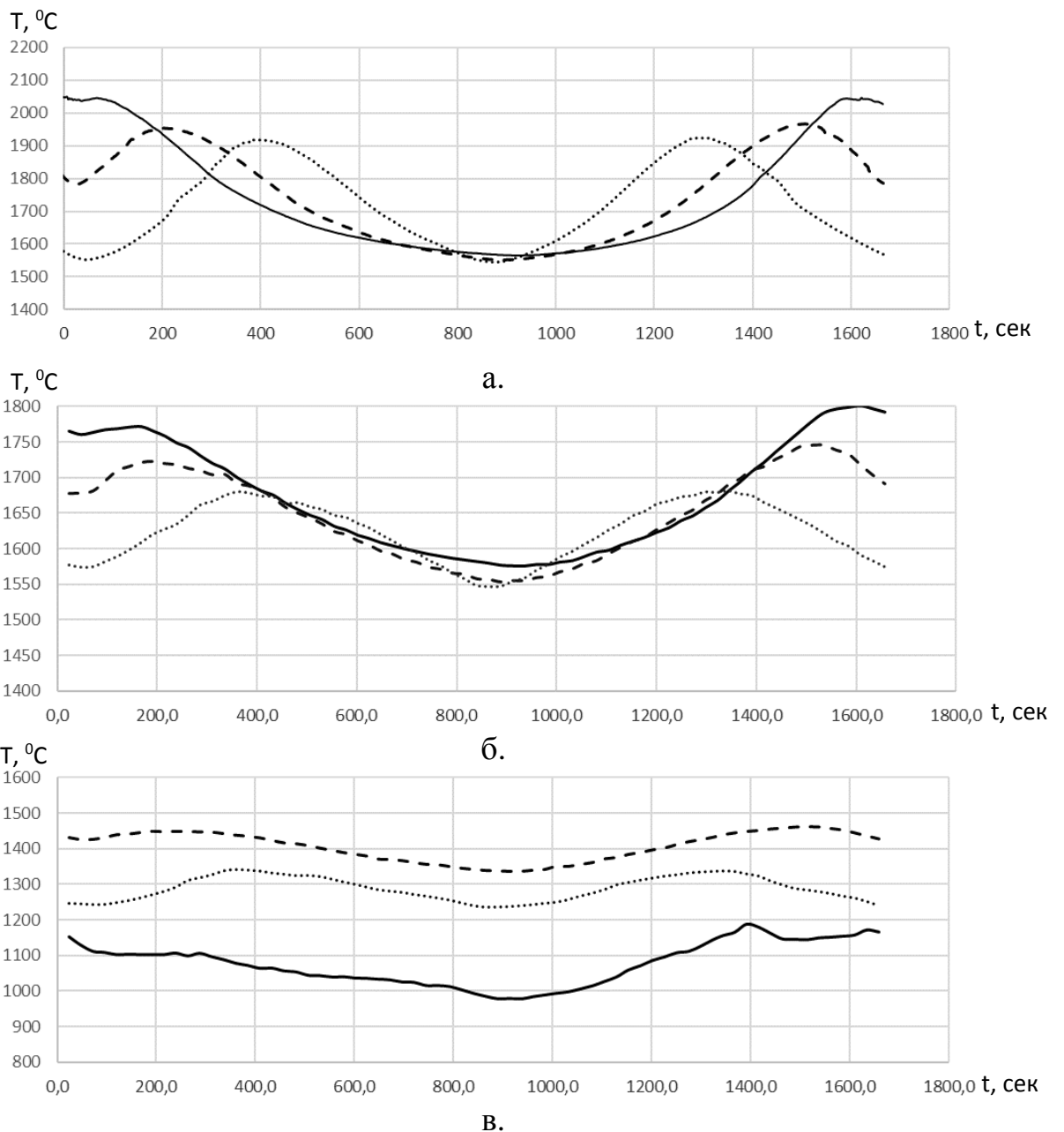
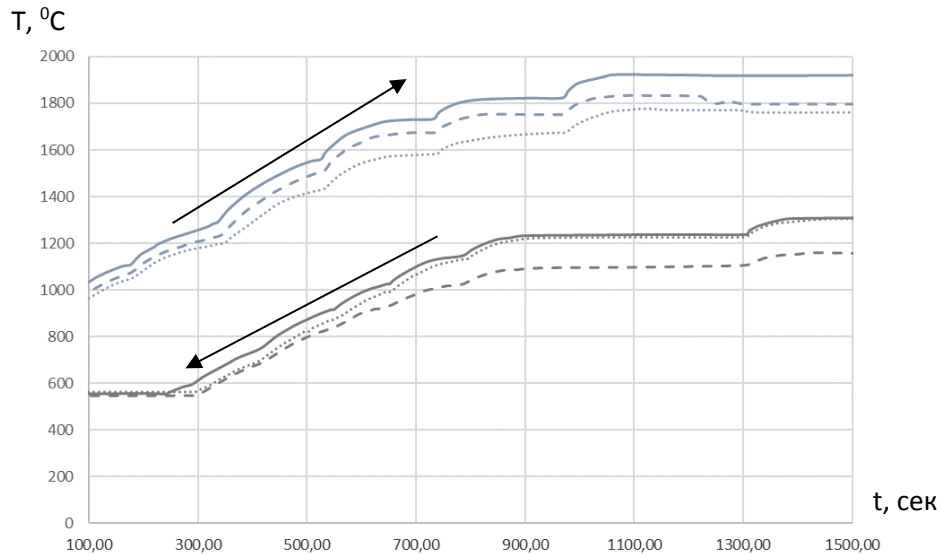
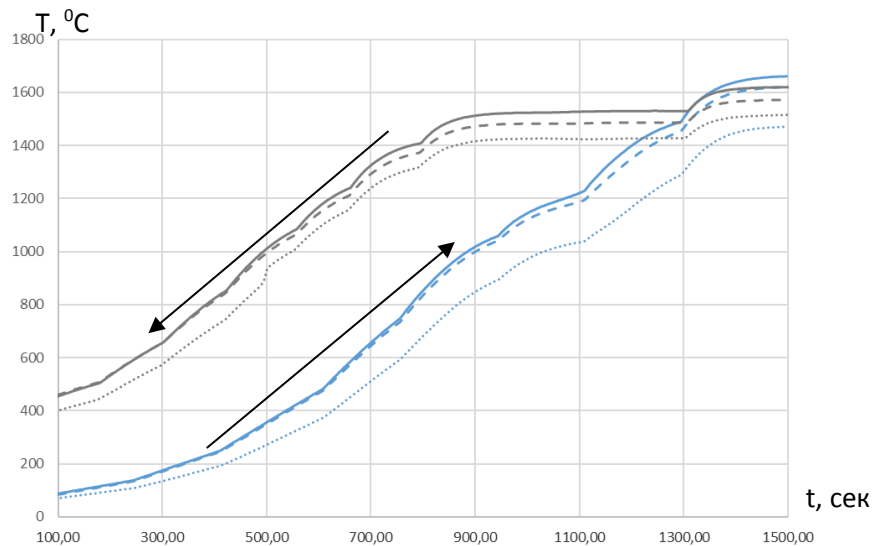


Рис. 3.6. Залежності температури нижньої зони злитка в контрольних точках ($^{\circ}\text{C}$): а-Т41, Т42, Т43; б-Т51, Т52, Т53; в-Т61, Т62, Т63, де суцільна лінія відноситься до крайнього лівого ряду, штрихова до середнього, а пунктирна лінія до ряду, який розташований уздовж осі симетрії

У результаті аналізу температурних залежностей на відповідність установленому критерію було виявлено, що дані 1-3 ряду (рис. 3.5 а-в) не відповідають вимогам, так як спостерігалася різниця в температурах при зазначених умовах. Як приклад на рис. 3.7 а приведені дані залежностей



а.



б.

Рис. 3.7. Залежності температури нагріву (зліва направо) і охолодження (справа наліво) в контрольних точках злитка ($^{\circ}\text{C}$): а-Т11, Т12, Т13; б-Т41, Т42, Т43; де суцільна лінія відноситься до крайнього лівого ряду, штрихова до середнього, а пунктирна лінія до ряду, який розташований уздовж осі симетрії, стрілками вказано напрямки зміни температури

температури нагріву та охолодження для термопар 1 ряду, де спостерігається різниця між температурами нагріву та охолодження, яка досягає приблизно 600°C . І, навпаки, дані температур термопар 4 - 6 ряду забезпечують відповідність умовам критерію, про що свідчить аналіз температурних залежностей, наведених як приклад на рис. 3.7 б нагріву та охолодження для термопар 4 ряду, де не спостерігається різниця між температурами нагріву та охолодженням, тому з великою вірогідністю можна очікувати, що зазначені термопари не змінили своїх характеристик. Для подальшого порівняння фізичної і математичної моделі були обрані дані температурних залежностей 4 ряду, який розташований в більш високотемпературній області злитка, ніж 5 та 6 (рис. 3.6.а).

3.3 Корекція математичної моделі на базі даних натурних експериментів

Вивчення особливостей технологічного процесу за допомогою математичного моделювання знайшло широке застосування в науково-дослідних роботах, тому що дозволяє вирішувати все більш широке коло питань без залучення фізичних експериментів. Однак, не дивлячись на все більше удосконалення математичних моделей, для вирішення фізичних задач, при їх розробці на завершальному етапі реалізації необхідно проведення корекції для отримання в подальшому розрахункових даних, найбільш наближених до реального процесу. Тому з метою проведення в подальшому порівняльного аналізу даних фізичної та математичної моделей, на підставі отриманих даних при проведенні досліджень в умовах реального процесу, в останній були дотримані відповідність конструктивних та геометричних параметрів індукційного вузла, який складається з холодної стінки та індуктора з забезпеченням паралельного підключення його секцій за схемою 2-3-3-4 витків у секції, злитка, підставки, піддону і їх взаємне розташування. Характер і швидкість руху плазмового джерела було забезпечено у відповідності до особливостей натурального експерименту. При цьому алгоритм

розрахунку математичної моделі був реалізований згідно з технологічною схемою вирощування плоских монокристалів тугоплавких металів у відповідності з основними стадіями теплового стану злитка.

На етапі підготовки кінцево-елементної моделі при розбитті геометрії розрахункової області, з метою підвищення збіжності і зниження похибки, було ураховано розмір кінцевих елементів в умовах загасання електромагнітної хвилі в поверхневому шарі відповідно до частоти (66кГц) і властивостями матеріалів.

Із огляду на особливості математичної моделі: висока частота електромагнітного поля і вихрових струмів, що має на увазі істотне зменшення розмірів КЕ на провідних поверхнях моделі, а також тривалість часу, тривалість яких дорівнює у відповідності до реального процесу, а також використання 3D геометричної моделі. Все це позначається на значному збільшенні розрахункового часу і машинних ресурсів, тому була прийнята наступна спрощена схема розрахунків у відповідності з наступних міркувань.

Формування температурного поля в реальному процесі вирощування монокристалів методом ПЗП за схемою зворотно-поступального руху на кожному шарі відбувається в результаті успадкування розподілу температурного поля від етапу наплавлення попереднього шару. В математичної моделі з метою вивчення теплових полів монокристала від висоти злитка її величина задавалася дискретно, що становило близько 20-30 наплавлених шарів. Із огляду на таку особливість, в математичній моделі початковий розподіл температур досягався в результаті декількох попередніх проходів плазмовою дугою при постійній швидкості та висоті злитка, при дотриманні умови незмінності величини висоти меніску, розмір якого контролювався на бічній поверхні кристала за положенням нижньої точки на ізотермі з температурою, яка дорівнює температурі плавлення вольфраму. Таке спрощення прийнято в зв'язку з тим, що в реальному процесі при наступному проході картини температурних полів відрізняються на незначну величину, тому що наплавлений шар становить кілька міліметрів, тому

теплові перехідні процеси незначні і поле швидко вирівнюється. При цьому на зміну температурного поля в більшій мірі впливає складова переміщення плазмотрона, тому при розгляді двох прилеглих шарів зміною теплового поля в результаті наплавленого шару можна знехтувати, а отримання вихідного розподілу теплового поля можливе за кілька проходів без зміни висоти злитка.

На першій стадії теплового стану злитка електрична напруга на підводах індуктора в математичній моделі поступово збільшувалася таким чином, щоб отримати збіг температури в контрольних точках 4-го ряду з вибіркою даних фізичної моделі (натурного експерименту). Беручи до уваги спрощену схему розрахунків, на першій стадії була прийнята схема коли після магнітного розрахунку час теплової задачі приймався таким, щоб температура злитка досягала рівноважного стану, після чого відбувалося підвищення напруги на витках індуктора відповідно до методу половинного ділення і цикл повторювався до тих пір поки необхідна температура в контрольних точках не була досягнута, відповідно до даних вибірки натурного експерименту, що відповідало 6-8 ітераціям. Похибка при такій схемі визначалася інтервалом зміни температури на останньому циклі і відповідала менш 1%.

На етапі другої стадії до моделі ураховувалися граничні умови тепловкладення від плазмового джерела нагріву. При цьому у відповідності до спрощеної схеми була обрана наступна схема циклічного розрахунку теплової та електромагнітної задачі, згідно з якою електромагнітна задача перераховувалася не на кожному часовому кроці теплової задачі. Найбільш раціонально при комбінованому плазмово-індукційному нагріві прив'язатися до пройденого шляху плазмовим джерелом, що призведе зі збільшенням швидкості плазмового джерела до зменшення тимчасового інтервалу перерахунку електромагнітної задачі. Зміна положення плазмового джерела призводить до зміщення ізотерм теплової картини злитка слідом за рухом, що викликає зміну розподілу величини температурної залежності електричної провідності відповідно в кожному об'ємі злитка, а отже, при перерахунку електромагнітної задачі до зміни розподілу потужності теплових джерел від

електромагнітного поля. Крок за часом електромагнітної задачі визначався функціонально від пройденого проміжку, крок за часом теплової задачі визначався автоматично у відповідності до розробленого алгоритму.

Попередні проходи плазмового джерела енергії виконувалися з метою отримання початкового розподілу температурного поля, при якому виникало “насичення” тепловою енергією злитка від плазмового нагріву, та після чого зміна температурного поля здійснювалося тільки за рахунок переміщення плазмового джерела енергії. Останній цикл при циклічній схемі руху плазмового джерела визначався при співпадінні картин температурного поля при однаковому його положенні на початку і в кінці циклу, при цьому максимальна різниця температур у кожній окремій контрольній точці на початку і в кінці термічного циклу не перевищувала 1%, що досягалося за час 3-4 термічних циклів.

При прийнятій схемі розрахунку після кожного перерахунку електромагнітної задачі виникали локальні сплески вниз і вгору (рис. 3.8), на спадаючих та зростаючих ділянках температурної залежності відповідно, що видно з графіка у вигляді порушення плавності зміни температурної залежності в контрольних точках. Незважаючи на те, що така схема призводить до збільшення похибки розрахунків у межах до 2%, однак використання такої схеми дає зниження розрахункового часу в кілька десятків разів, при цьому візуально величину похибки можна визначити за величиною сплесків температурної залежності. З метою порівняння даних математичної моделі з даними натурального експерименту вибірка даних була виконана відповідно до схеми натурального експерименту.

У процесі математичного моделювання були отримані залежності зміни температури за термічний цикл. При їх порівняльному аналізі з даними натурального експерименту в контрольних точках четвертого ряду, який був відібраний на етапі аналізу даних натурального експерименту, спостерігалось

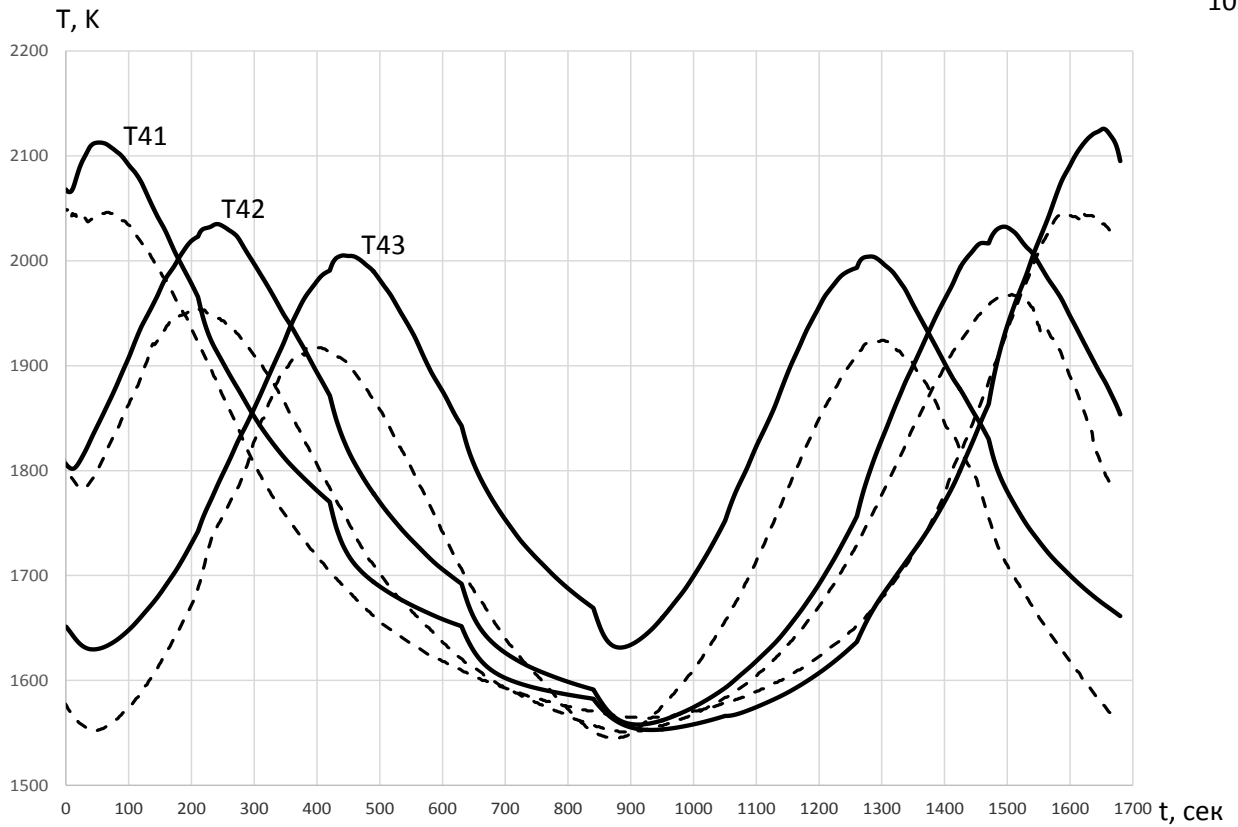


Рис. 3.8. Порівняння даних, отриманих на математичній моделі (суцільна лінія), з даними, отриманими експериментальним шляхом (штрихова лінія) впродовж термічного циклу при швидкості руху плазмотрона 10 мм/хв при зворотно-поступальному русі

відхилення між кривими. При аналізі характеру зміни температури в контрольних точках 4-6 ряду можна відзначити, що відхилення величин зросло знизу (6 ряд) до верху (4 ряд) злитка, а у верхніх точках максимальні значення температури за математичною моделлю перевищували понад 250 К. Така поведінка характеристик кривих указує на джерело внесення похибки в розрахунок теплового поля від плазмового нагріву, тобто тепловкладення від плазмового джерела в математичній моделі перевищує тепловкладення при натурному експерименті. Причина цього лежить у тому, що, незважаючи на вжиті заходи щодо забезпечення теплопередачі від плазмового джерела до твердого тіла, порівняно з реальним процесом, характер передачі тепла при натурному експерименті відрізняється від математичної моделі. При натурному експерименті перегріті шари розплавленого металу рухаються за

рахунок гідродинамічних сил по замкнутим лініях по поверхні ванни до країв, 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 менших потужностях плазмового нагріву, тому з метою корекції 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. 3.8).

При цьому забезпечувалося вирівнювання потужностей плазмового нагріву математичної моделі з експериментом. У результаті корекції математичної моделі при виконанні критерію сталості висоти меніска була отримана залежність тепловкладення потужності плазмового потоку по відношенню до його переміщення уздовж зливка в порівнянні з аналогічною залежністю натурного експерименту (рис. 3.9).

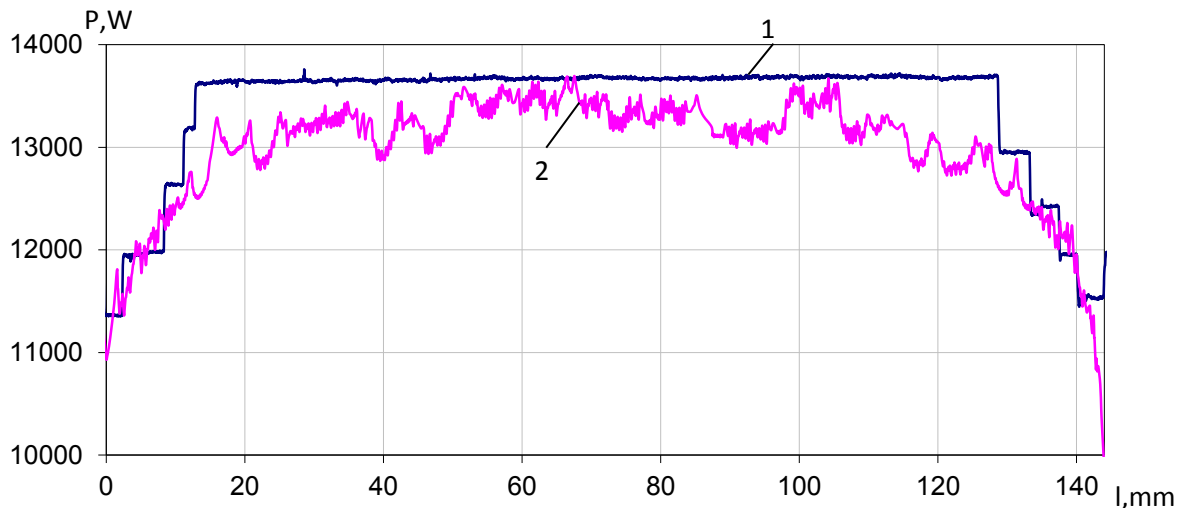


Рис. 3.9. Порівняння потужності плазмотрона при натурному експерименті 1 і математичному моделюванні 2 (з урахуванням ККД = 0,7)

Проведення математичного експерименту з подальшою корекцією забезпечило можливість отримання важливих характеристик картини теплового поля у високотемпературній області у вигляді розподілу температури зливка (рис. 3.10.), отримання якого пов'язано зі значними труднощами при проведенні натурних експериментів і картини температурних градієнтів у перетині площини симетрії (рис. 3.11), які при прийнятих заходах, спрямованих на підвищення точності математичної моделі, мають достатню для практичних цілей відповідність натурному експерименту.

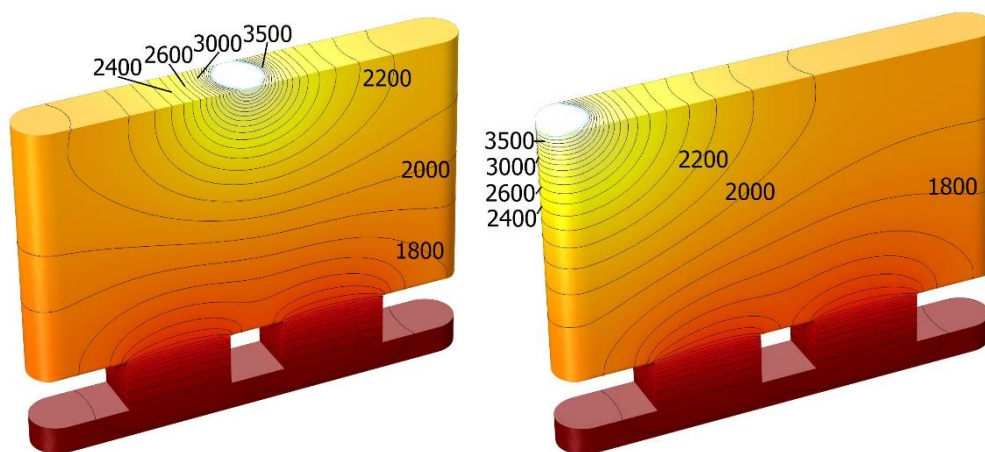


Рис. 3.10. Температурне поле зливка в момент розташування ванни розплаву в центрі і на краю зливка (рух справа наліво, при швидкості 10 мм/хв) крок ізотерм 100 К.

Отримана картина розподілу температури несе інформацію про нерівномірність нагріву зливка, що досягає при існуючій технології 1500°К. Така характеристика теплового поля в умовах динамічного нагріву призводить до високих знакозмінних термічних напружень, які викликають пластичні деформації і, як стало відомо з літературного огляду, призводять до розвитку дислокаційної структури. Беручи до уваги ту обставину, що вектор динамічного збурення теплового поля спрямований в горизонтальній площині, то зниження різниці температур між крайніми зонами зливка по горизонтальних напрямках повинно забезпечити зниження термічних

напружень в умовах динамічного впливу і як наслідок до зниження щільності дислокацій.

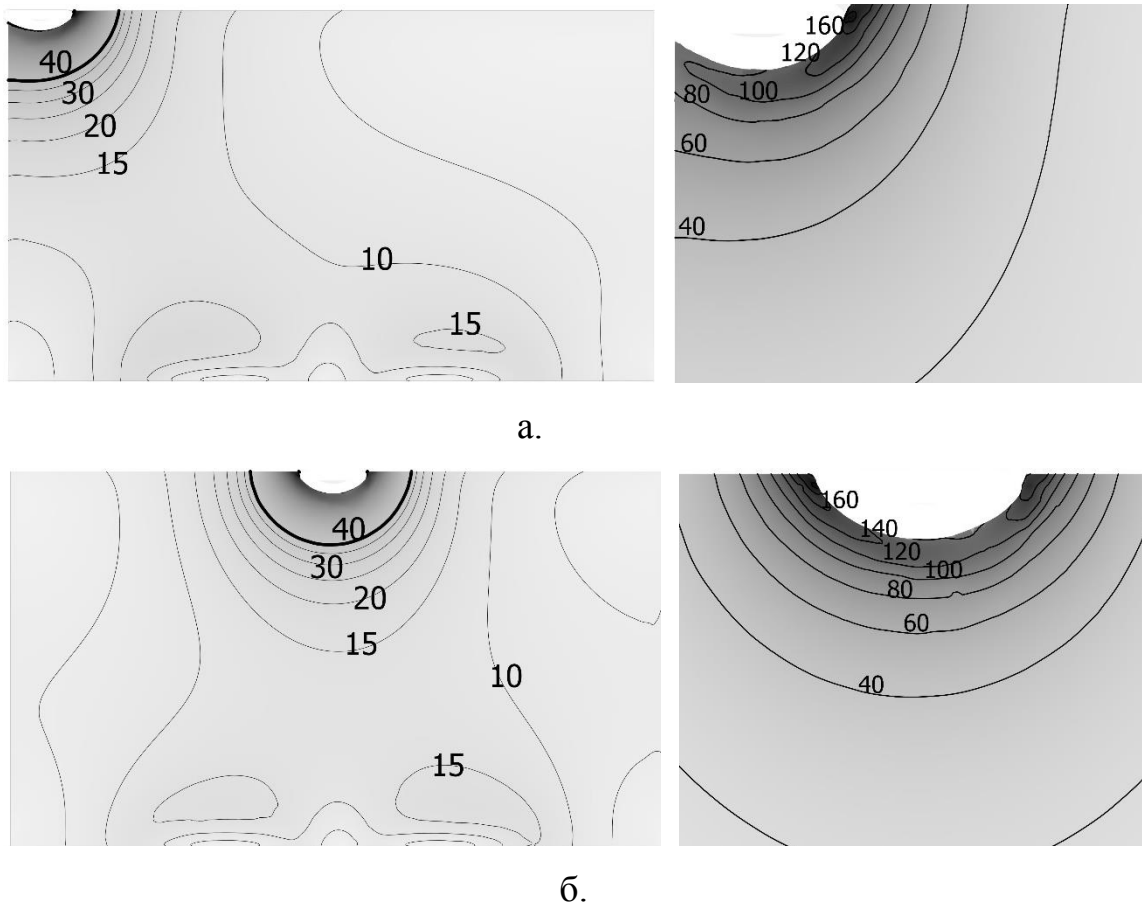


Рис. 3.11. Температурні градієнти у злитку (при русі плазмотрона справа наліво) К/мм: в момент розташування плазмотрона на краю (а) і в центрі (б) злитка зі збільшенням ділянок зони металевої ванни

Однією з важливих характеристик процесу вирощування монокристалів тугоплавких металів є температурний градієнт на фронті кристалізації Gt . Температурний градієнт Gt разом зі швидкістю кристалізації R при вирощуванні монокристалів визначає фізичну кінетику на фронті кристалізації. Це пов'язано з тим, що саме градієнт є наслідком процесів відводу енергії з фронту кристалізації, при цьому Gt/R - визначає тип структури фронту кристалізації монокристала, який формується (у відповідності до моделі концентраційного переохолодження), а $Gt \cdot R$ -

дисперсність структурних складових сплаву за умов присутності домішок в основному металі [145].

У подальшому при проведенні досліджень з метою розроблення технологій з високим ступенем інтенсифікації процесу отримання монокристалів тугоплавких металів на базі існуючого способу ПЗП, із забезпеченням високої ефективності, необхідно виконати вибір найбільш сприятливих її технологічних параметрів за умови прийняття в якості базових параметрів отриманих характеристик картин розподілу температур і градієнтів у злитку. При цьому при проведенні вибору технологічних режимів вимогу до майбутніх технологій можна задати, виходячи з вищевикладеного: забезпечення високої інтенсифікації процесу при зниженні різниці температур крайніх зон з забезпеченням температурного градієнта на фронті кристалізації на рівні з базовою технологією. Такі вимоги забезпечать можливість подальшого послідовного аналізу формування монокристалічної структури при відмінних технологічних режимах. Дані умови визначаються в результаті недостатньо вивченого питання в області кінетики високотемпературної кристалізації і внаслідок обмеженої кількості публікацій, що пояснюється високою складністю проведення практичних експериментів при високотемпературній кристалізації. Виконання зазначених умов дозволить 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. Подальше збільшення даних про структуру монокристалів тугоплавких металів, отриманих при інших технологічних параметрах, дозволить розширити діапазон накладених обмежень, наприклад проведення досліджень впливу збільшення температурного градієнта на формування структури монокристалів тугоплавких металів при інших умовах теплового стану злитка.

3.4 Дослідження інтенсифікації процесу плазмово-індукційної технології вирощування монокристалів вольфраму при базовому індукційному підігріві

При аналізі схеми ПЗП з метою проведення інтенсифікації процесу можна зазначити притаманну особливість технології отримання монокристалів тугоплавких металів, яка полягає в існуванні двох конкуруючих факторів. З одного боку, підвищення інтенсифікації процесу за рахунок збільшення лінійної швидкості плазмового джерела повинно призводити до збільшення нерівноважності теплової картини злитка, з іншого боку, зворотно-поступальна схема переміщення плазмового джерела при збільшенні швидкості повинна забезпечувати збільшення середньої температури шару, по якому відбувається нарощування нового шару, за рахунок зменшення часу циклу, що приводить до забезпечення поліпшення теплових умов і зниження нерівноважності теплової картини злитка. Тому для прояснення існуючого стану необхідно виявити закономірності та провести дослідження впливу підвищення інтенсифікації процесу на теплові характеристики злитка.

Зазначимо, що робочі характеристики теплової картини монокристалічного злитка на етапі вирощування забезпечуються за рахунок результуючого теплового впливу індивідуального тепловкладення від двох незалежних джерел плазмового і індукційного нагрівів. Їх потужність пов'язана через умови забезпечення висоти меніску рідкої металевої ванни, тому неможливо змінювати потужність одного із джерел енергії незалежно від іншого при інших рівних умовах. При цьому технологічні параметри кожного з джерел теплової енергії повинні створювати такі умови при спільній їх роботі при яких забезпечується більш сприятлива картина теплового поля. Тому з метою проведення дослідження щодо інтенсифікації базової технології були отримані картини теплового поля та виконано порівняльний аналіз характеристик теплового стану при різному співвідношенні потужностей

плазмового та індукційного джерел енергії з дотриманням забезпечення критерію висоти меніску.

Для досягнення зазначеної мети були проведені дослідження інтенсифікації процесу базової технології та отримано на математичній моделі характеристики теплової картини з різним ступенем інтенсифікації процесу, що забезпечувалося за рахунок збільшення швидкості переміщення плазмового джерела енергії, яка складала 20, 80, 160, 320 мм/хв, у відповідності до схеми відбору даних рис. 3.12. Характеристики теплової картини базової технології наведені на рис. 3.13-3.21 (див. опис до малюнків), які були отримані при технологічних параметрах нагріву індукційної системи, що забезпечило підігрів верхньої поверхні злитка до рівня у 1773 К. При цьому швидкість переміщення плазмового джерела становила 20 мм/хв.

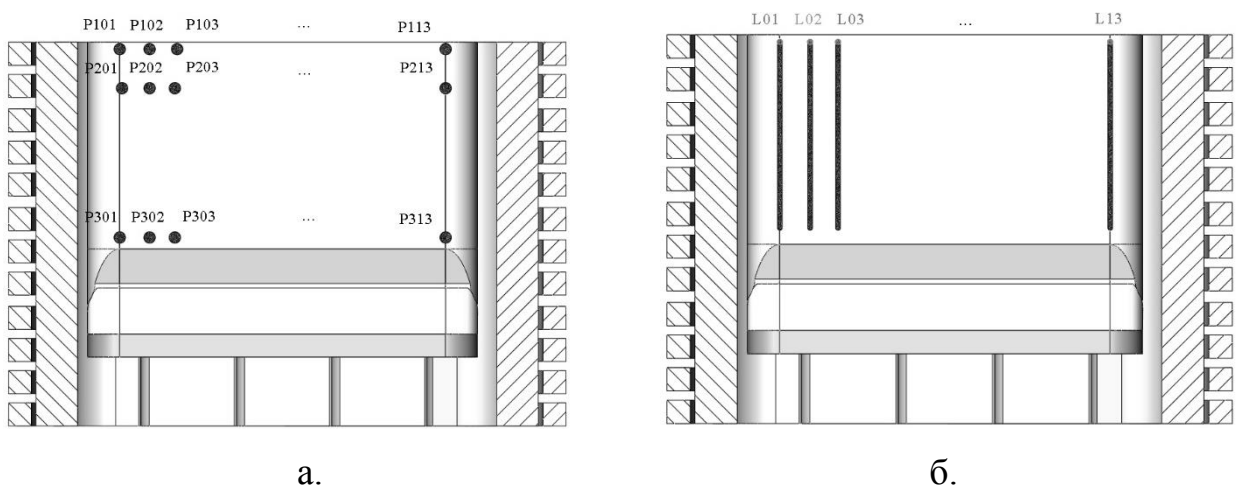


Рис. 3.12. Розташування контрольних точок для виміру температури в математичній моделі

Зазначимо, що при розробці базової технології з метою забезпечення попереднього підігріву виходили з того, щоб нижня температурна межа дії динамічної складової температурного поля повинна знаходитися не нижче 1800 К, відстань до якої було прийнято рівною 2-3 характерним лінійним розмірам кристала, що приблизно становить 50-75 мм від верхнього торця злитка і перебувала в зоні температурного інтервалу не нижче температурної

межі теплової пластичної деформації при сталому режимі, що відповідає 0,5 Тпл. [157]. У подальшому отримані характеристики теплового поля базової технології будуть ураховані при порівняльному аналізі теплових картин при дослідженні впливу ступеня інтенсифікації процесу на теплове поле монокристала.

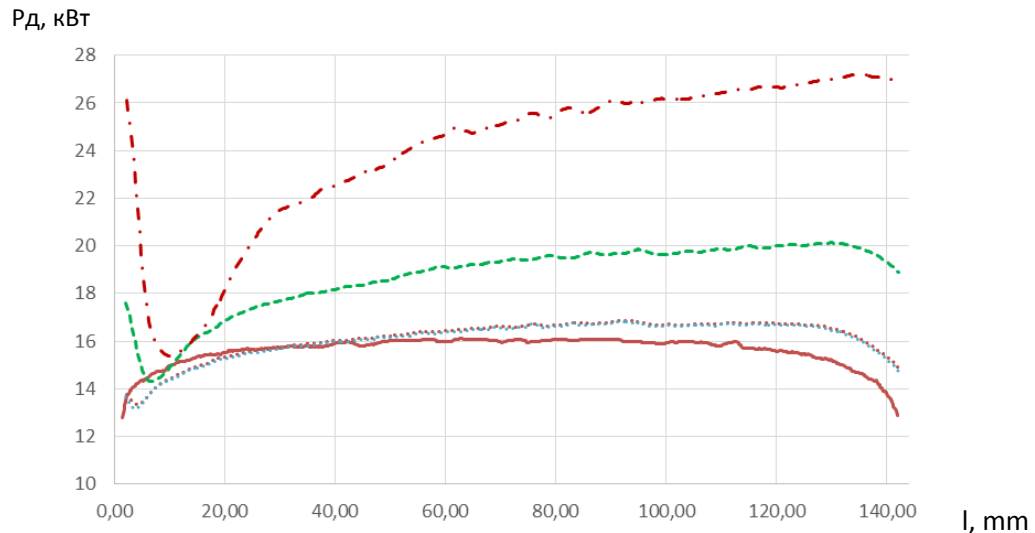


Рис. 3.13. Залежність корисної потужності плазмового джерела від координати переміщення при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

При проведенні досліджень інтенсифікації процесу при базовому підігріві з використанням математичної моделі були отримані характеристики плазмового нагріву при різній швидкості, які наведені на рис. 3.13, де показані залежності корисної потужності від швидкості та координати переміщення плазмового джерела енергії. Як видно з наведених графіків, зі збільшенням швидкості плазмового джерела енергії потужність плазмового нагріву збільшується, що забезпечує збільшення тепловкладення. При ПЗП потужність плазмового джерела обмежена необхідністю забезпечення умов підтримки постійної величини висоти меніску розплавленого металу у ванні на заданому рівні, недотримання чого може призвести до витікання ванни, тому підвищення швидкості дозволяє збільшити розігрів зливка не тільки за рахунок зменшення часу циклу, але також за рахунок збільшення потужності

плазмового джерела, що приводить до більшого тепловкладення на одиницю пройденого шляху при дотриманні виконання критерію висоти меніску. Незважаючи на збільшення потужності плазмової дуги, середня потужність тепловкладення за термічний цикл знижується, що при швидкостях 20, 80, 160, 320 мм/хв становить 144, 78, 23, 15 кВт×год/злиток (без урахування тепловтрат на розплавлення пруткового матеріалу, що дорівнює приблизно 0,27 кВт×год/кг), що сприяє зниженню витрат плазмової енергії і дорогих компонентів плазмоутворюючого газу.

На рис. 3.14 наведені картини теплового поля при 20 і 320 мм/хв. Як видно, при збільшенні швидкості мінімальна температура крайніх зон за термічний цикл підвищується з 1900 К (при 20мм/хв) до 2200 К (320 мм/хв), так як забезпечуються умови при яких крайні зони знаходяться менше часу без теплового впливу на них плазмового джерела, що приводить до вирівнювання температури по горизонтальним напрямкам у злитку.

За допомогою математичних розрахунків також були отримані характеристики температурних картин при різних швидкісних режимах переміщення плазмового джерела нагріву при базовому індукційному

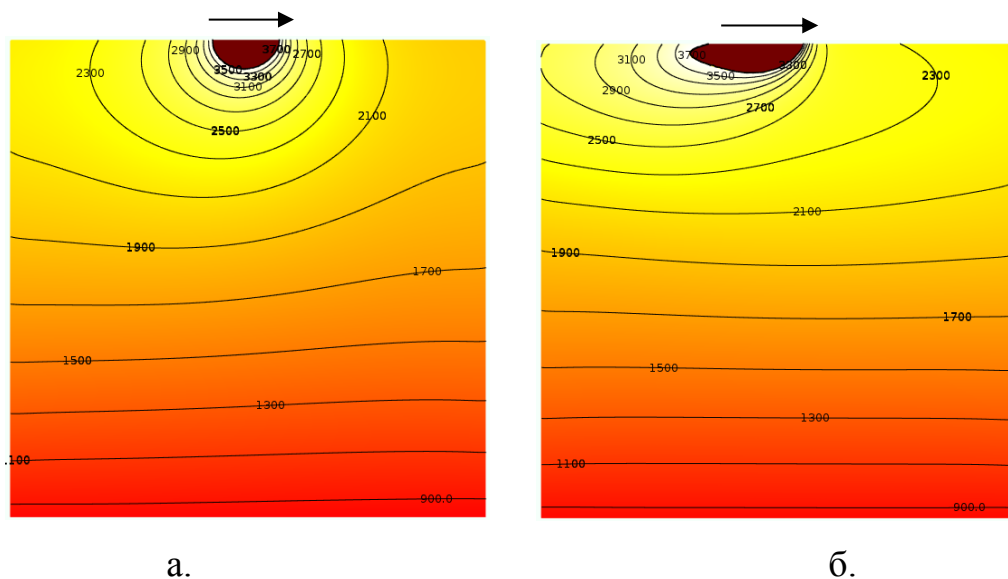


Рис. 3.14. Температурне поле (К) монокристалу при швидкості наплавлення 20 (а.) і 320 (б.) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

підігріві. Температурні залежності в контрольних точках P101, P113 (крайні зони) та P107 (центральна зона), вибірки першого ряду наведені на рис. 3.15 а, б. На даних графіках наведено температурні залежності протягом часу, за який забезпечується термічний цикл. Як видно з наведених залежностей, найбільше зниження температури відзначено в крайових областях злитка при швидкості переміщення плазмового джерела 20 мм/хв і при цьому досягає температури

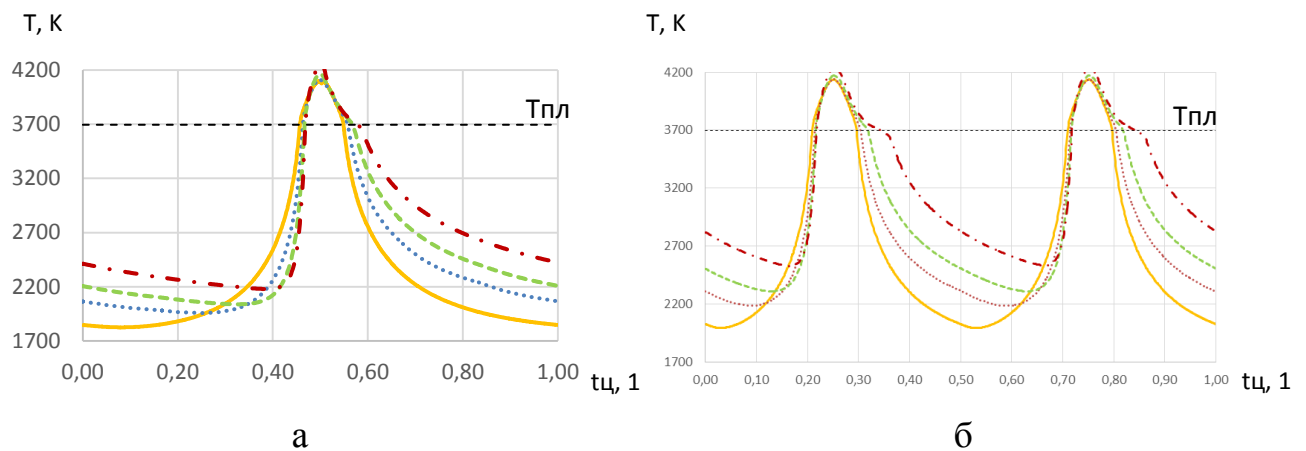


Рис. 3.15. Зміна температури за термічний цикл в крайніх P101, P113 (а) і середній P107 (б) контрольних точках верхнього ряду, при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

1900 К, що практично збігається з рівнем температур при індивідуальному індукційному підігріві, найменша зміна температури відзначається в центральній зоні злитка. Наростання зміни температури з лівого боку вершин кожного з графіка характеризується тимчасовою залежністю фронту температур перед рухомою ванною в контрольній точці, спадаюча характеристика кривої праворуч від піку характеризує зміну температури за рухомою ванною рідкого металу в контрольній точці. Як видно з часових залежностей, при збільшенні швидкості спостерігається більш різкі підйоми кривих температурних, що забезпечує зростання температурних градієнтів

перед фронтом кристалізації (3.16 а-б). Також при збільшенні швидкості спостерігається збільшення протяжності ванни, що видно з відповідних залежностей при аналізі області, яка знаходиться вище температури плавлення.

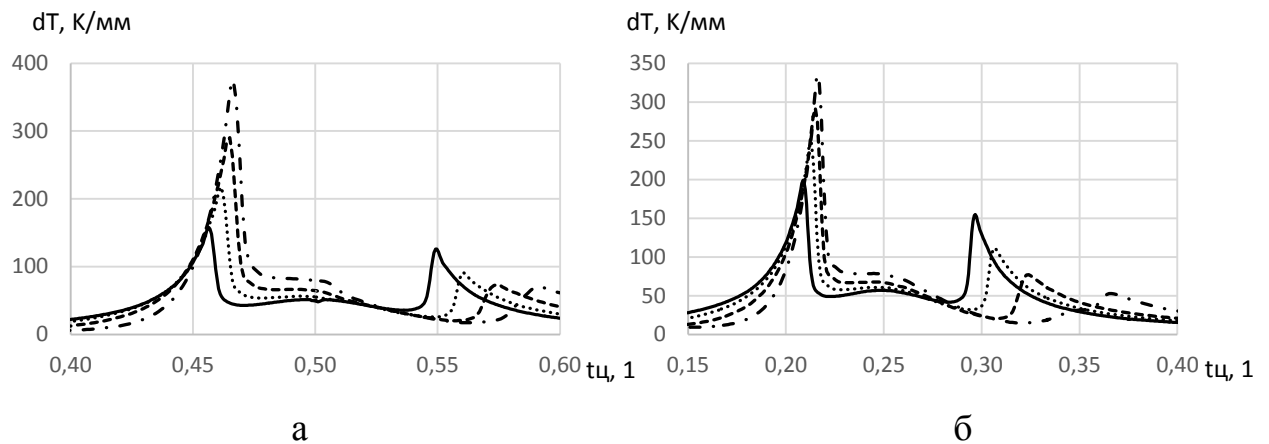


Рис. 3.16. Зміна температурного градієнта за термічний цикл у крайніх P113 (а) і середній P107 (б) контрольній точці верхнього ряду (частина графіка) при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

Для більш наочного уявлення зміни температури по висоті монокристала за термічний цикл також були отримані температурні профілі (розподіл температури в тілі монокристала по висоті за термічний цикл) при зазначених швидкісних режимах плазмового джерела енергії (рис. 3.17 а-г). Як видно з відповідних залежностей, вплив динамічної складової знижується по мірі віддалення від верхньої площини злитка, що спостерігається в зменшенні ширини температурного інтервалу температурного профілю по висоті злитка в порівнянні з базовою технологією. При зміні швидкості від 20 до 320 мм/хв мінімальна температура верхньої площини, по якій відбувається нарощування, збільшується на 300 К. При цьому динамічна складова температури на горизонті 2-3 характерних діаметрів підвищується на 175 К. Цьому сприяє зменшення часу циклу, при якому крайові зони злитка залишаються без підігріву плазмовим джерелом, а також збільшення енергії, що вкладається від

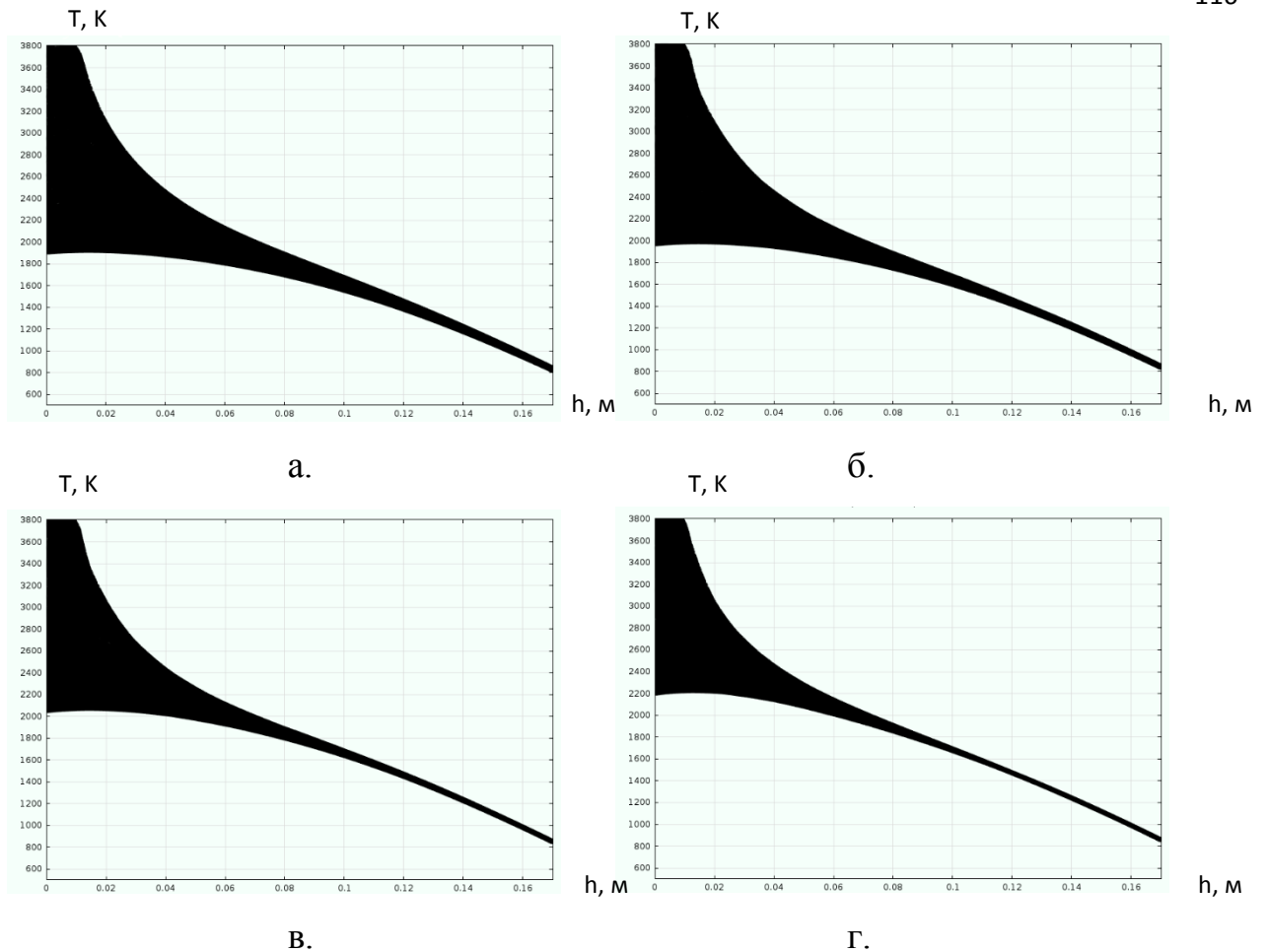


Рис. 3.17. Температурні профілі монокристалічного злитка по висоті в залежності від швидкості переміщення плазмового джерела при швидкостях а) 20, б) 80, в) 160, г) 320 мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

плазмового джерела енергії при збільшенні швидкості вирощування. При порівнянні температурних профілів можна відзначити, що при збільшенні швидкості плазмового джерела енергії спостерігається звуження температурного діапазону по висоті злитка, однак така картина при збільшенні швидкості переміщення не означає зниження динамічного впливу плазмового джерела, а лише свідчить про більш рівномірне прогрівання злитка в горизонтальному напрямку.

Однією з важливих характеристик теплового поля є температурний градієнт. При класичних вісьсиметричних схемах вирощування картина термічних градієнтів, як правило, зводиться до двох складових компонентів радіального та осевого температурного градієнта. Як правило, таким схемам

притаманне квазістаціонарне теплове поле, при якому забезпечуються характеристики картини теплового поля близькі до стаціонарного стану і які характеризуються найменшими температурними градієнтами. При вирощуванні плоских монокристалів картина температурних градієнтів має більш складний характер. Тому для аналізу термічних градієнтів у злитку з метою визначення впливу інтенсифікації на характеристики температурного поля приведення даних не зводилося до опису головних компонентів теплового поля, як при аналізі вісьсиметричних задач. Для аналізу використовувалися картини температурних градієнтів, локалізованих поблизу фазового переходу, отриманих у площині симетрії, яка збігається з напрямком руху, що забезпечує найбільше уявлення про характеристики температурних градієнтів при вивченні динамічного впливу плазмової дуги.

При вивченні впливу руху плазмового джерела при різних швидкісних режимах ступінь динамічного впливу наочно можна оцінити за зміною картини температурних градієнтів на межі міжфазного переходу у твердій фазі при однакових положеннях ванни рідкого металу. На рис. 3.18 наведені характеристики температурних градієнтів, коли ванна рідкого металу розташована в центрі злитка (рис. 3.18 а, в, д, ж) і в положенні, коли ванна знаходиться на краю злитка (рис. 3.18 б, г, е, з) при різних швидкостях переміщення плазмового джерела. Можна відзначити, що при збільшенні швидкості плазмового джерела спостерігається збільшення температурних градієнтів, локалізованих попереду руху ванни, де максимальні значення зростають від нижнього горизонту рідкої ванни вздовж міжфазної межі аж до верхньої площини, по якій виконується нарощування шару. Порівнюючи картини температурних градієнтів в центрі та на краю злитка, можна відзначити, що при підході ванни рідкого металу до краю злитка спостерігається підвищення значень температурного градієнта попереду рухомої ванни, що пояснюється більш інтенсивним відбором

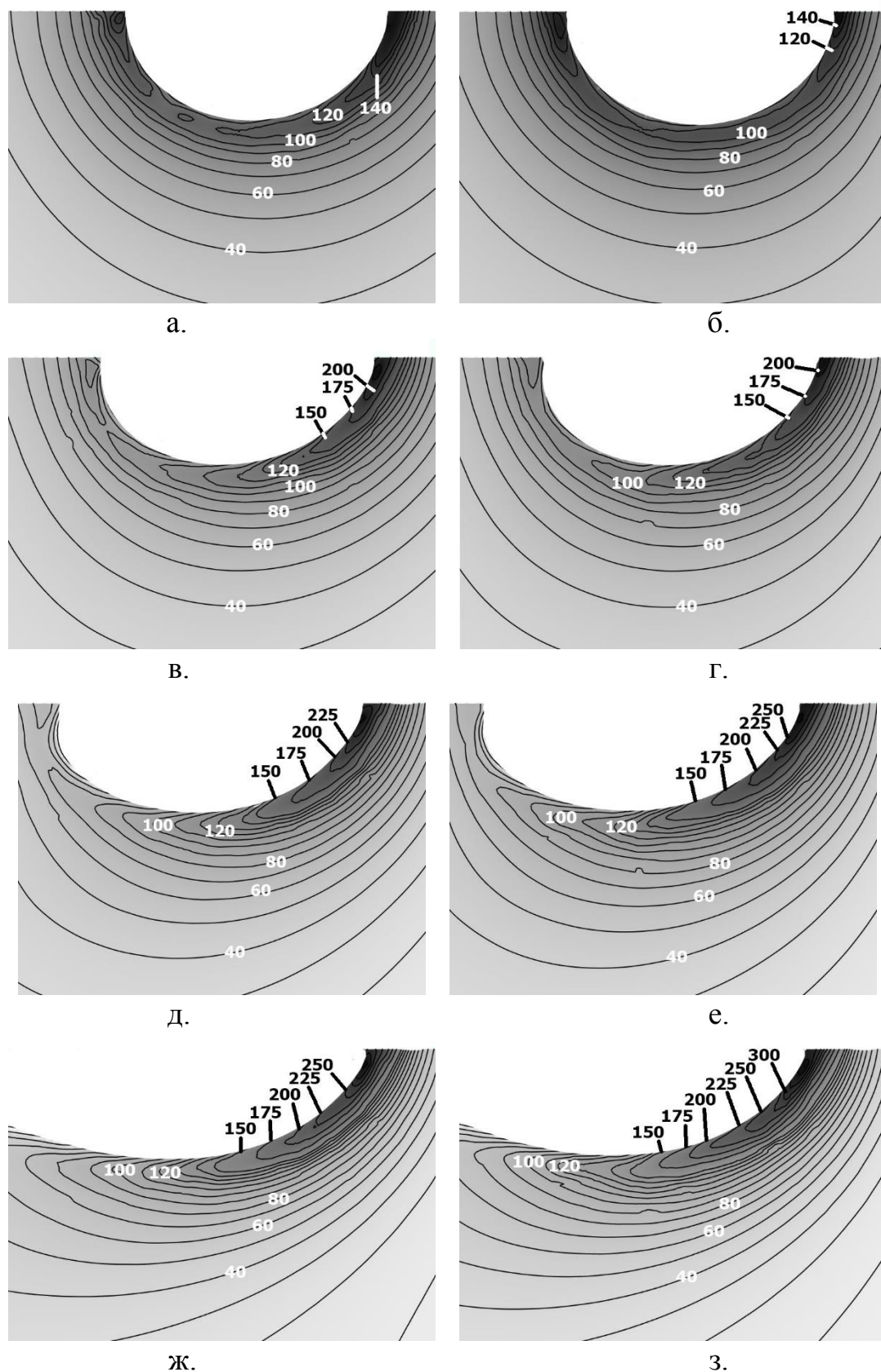


Рис. 3.18. Температурні градієнти (К/мм) у твердій фазі поблизу міжфазної межі в залежності від швидкості переміщення плазмового джерела: а, в, д, ж- по центру і б, г, е, з-на краю зливка при швидкостях 20 (а, б), 80 (в, г), 160 (д, е), 320 (ж, з) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

тепла при наближенні до краю злитка з причини впливу бічної торцевої поверхні, до якої наближається ванна, а також більш значні перепади температур які спостерігаються в цій області за термічний цикл.

При порівнянні зміни градієнта на відстані від фронту кристалізації (рис. 3.19 а, б) при різних швидкісних режимах плазмового джерела можна відзначити, що в основному тілі монокристала при динамічному

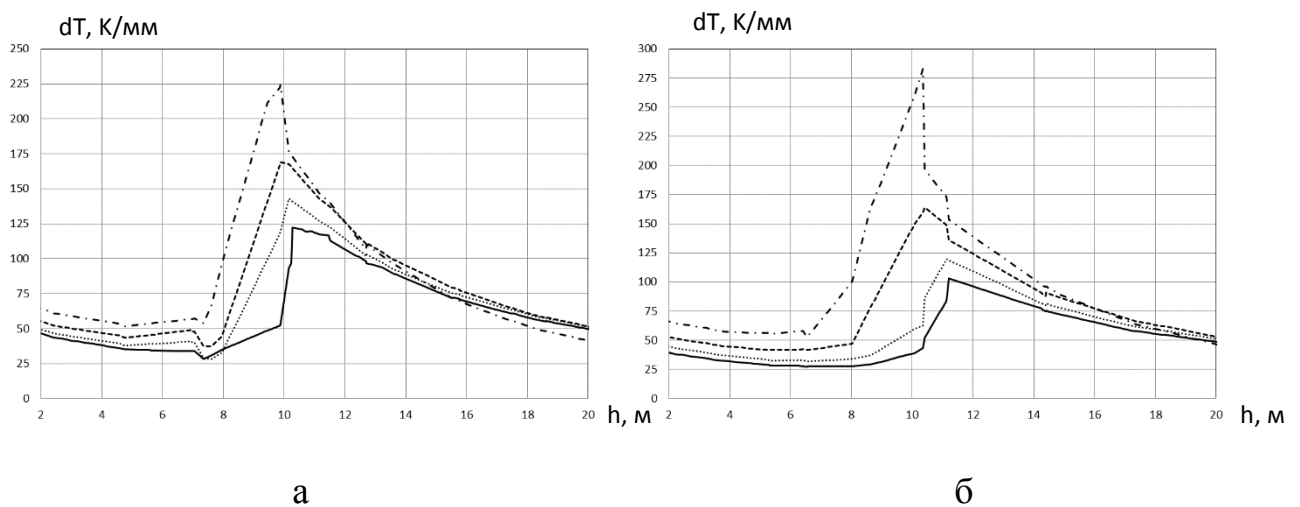


Рис. 3.19. Зміна температурного градієнта уздовж лінії L7 при розташуванні рідкої металевої ванни в середині траєкторії руху (а) і лінії L13 - на краю злитка (б) при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773 К)

нагріві в усьому інтервалі досліджених швидкостей від 20 мм/хв і аж до максимальних 320 мм/хв спостерігається незначне збільшення температурного градієнта по висоті злитка на горизонті від верхньої площині нарощування, віддаленої більш ніж на 40-60 мм, де при зазначених швидкостях уже на горизонті 20 мм зміна температурного градієнта становить від 47 до 52 К/мм в усьому діапазоні зазначених швидкостей. Така картина свідчить про те, що на вказаній відстані внесок динамічної складової температурного градієнта в загальну картину основного масиву тіла

знижується і не залежить від швидкості переміщення плазмового джерела. Беручи до уваги той факт, що температури при різних швидкостях на горизонті 40-60 мм від верхнього торця приблизно зрівнюються (рис. 3.20 а, б), можна припустити, що умови формування структури, яка визначається тепловим станом злитка, на такій відстані від фронту кристалізації значно не відрізняються при зазначених швидкостях.

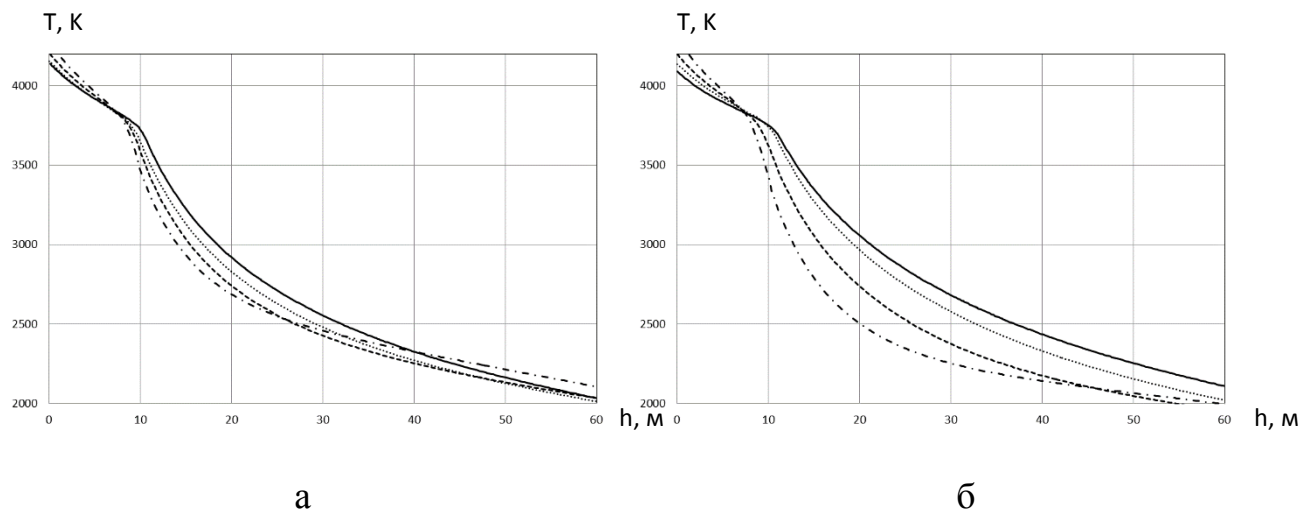


Рис. 3.20. Зміна температури уздовж лінії L7 при розташуванні рідкої металевої ванни по центру траєкторії руху (а) і уздовж лінії L13, коли ванна розташована на краю злитка (б) при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві

При аналізі температурних градієнтів важливе значення має вивчення їх динаміки за термічний цикл, так як це дає уявлення про межові зміни їх характеристик, що дозволяє оцінити вплив швидкісного режиму роботи плазмового джерела енергії на характеристики теплового поля уздовж траєкторії його переміщення та виконати аналіз динаміки протікання теплових процесів за термічний цикл.

При аналізі загальної картини теплового поля можна зазначити, що при русі металевої ванни по площині нарощування характеристики теплового поля навколо ванни зазнають змін, що пов'язано з особливостями геометричної форми монокристала, при якій забезпечується характерний для цієї геометрії

термічний опір ділянки, на який спирається дуга в процесі переміщення плазмового джерела при постійній швидкості. Така особливість позначається на зміні потужності відбору тепла від фронту кристалізації уздовж усього шляху переміщення, де умови теплообміну між рідкою металевою ванною і тілом злитка змінюються від центру до крайових зон. Зміна умов теплообміну позначається на зміні величини температурного градієнта як перед рухомою ванною, так і за нею протягом термічного циклу.

Для отримання значень, наведених на рис. 3.21 а, б, вибірка зміни температурного градієнта здійснювалася попереду рухомої металевої ванни Gf і таким же чином за рухомою металевою ванною Gb за максимальним значенням в об'ємі між горизонтальними рівнями 4 і 6 мм від верхньої площини злитка та з обмеженням по температурному діапазону в інтервалі не вище, ніж 3695 К.

Як видно з наведених кривих, при постійних значеннях швидкостей, в момент коли плазмотрон у крайній зоні змінює свій напрямок руху на протилежний, що відповідає на графіку нульовому значенню шкали переміщення, температурний градієнт Gf має найменше, а Gb найбільше значення, що свідчить про те, що спрямованість зміни характеристик має різний напрямок.

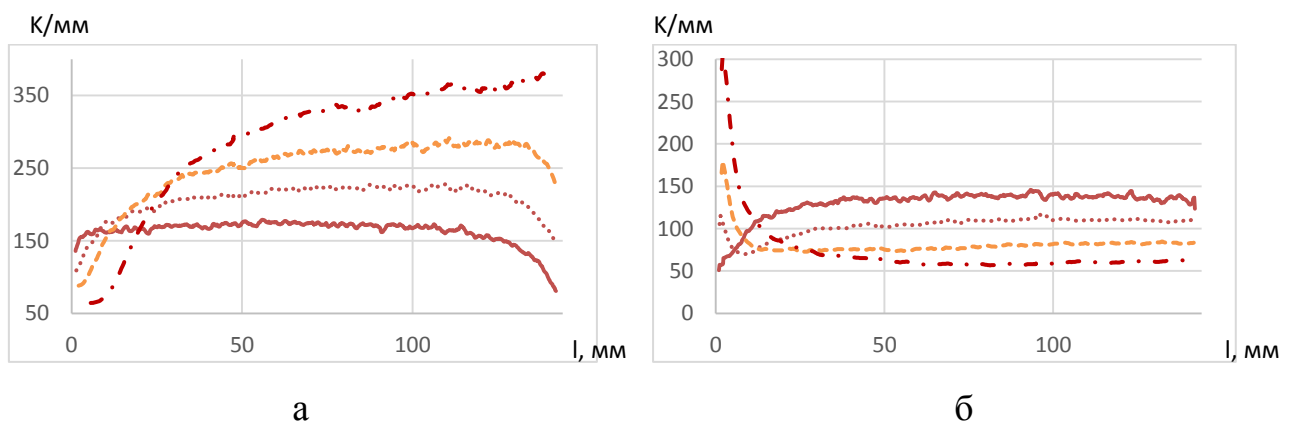


Рис. 3.21. Зміна температурного градієнта на міжфазній межі попереду Gf (а) і позаду Gb (б) рухомого фронту кристалізації між крайніми положеннями плазмового джерела при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при базовому індукційному підігріві (1773К)

При аналізі зміни температурного градієнта по ходу переміщення плазмового джерела температурний градієнт G_f перед рухомою ванною підвищується, а G_b за рухомою ванною знижується. При швидкості 20 мм/хв криві температурних градієнтів G_f і G_b розташовані досить близько одне до одного, що свідчить про технологічний режим, близький до стаціонарного. При збільшенні швидкості переміщення плазмового джерела спостерігається все більша розбіжність кривих, при цьому криві G_f стають все більш похилими. Як видно з наведених графіків, при технологічних параметрах, які відповідають базовій технології, забезпечуються температурні градієнти перед рухомою ванною кристалізації G_f на рівні 160 К/мм і за фронтом кристалізації (за рухомою ванною) G_b близько 120 К/мм, при цьому значення температурного градієнта від лівого краю до правого краю злитка за час переміщення плазмотрона змінюється тільки в крайніх областях. При збільшенні швидкості відзначається збільшення перехідної зони ліворуч, що свідчить про зростання впливу прогріву злитка плазмовим джерелом енергії на попередньому проході на картину теплового поля злитка. Завал кривої праворуч пов'язаний з прогріванням області, розташованої перед рухомою ванною рідкого метала переднім фронтом теплової енергії плазмового джерела нагріву. Як видно з наведених графіків, зі збільшенням швидкості довжина перехідної зони праворуч зменшується.

При рівні індукційного підігріву, порівняного з базовою технологією, але при збільшенні швидкості переміщення плазмового джерела, спостерігається збільшення довжини ділянки, на якій забезпечується зростання температурного градієнта. Уже при швидкості 320 мм/хв можна відзначити, що зростання температурного градієнта спостерігається на всій ділянці переміщення плазмотрона, аж до протилежного краю злитка, при цьому перехідна зона праворуч практично відсутня, що свідчить про те, що вже при такій швидкості тепловий фронт плазмової енергії не забезпечує прогрів зони перед рухомою ванною.

У реальному процесі теплова картина на краю злитка, а отже і картина температурних градієнтів, має відміну, так як у зв'язку з особливостями веденням технологічного процесу періодично виникає необхідність зупинки та примусового підживлення в металеву ванну матеріалу, який витрачається, щоб уникнути звуження геометрії злитка в крайових зонах. Така особливість забезпечує перегрів крайніх зон злитка і призводить до зміщення мінімального температурного градієнта ближче до самого краю злитка, що у свою чергу може призводити при високих швидкостях до утворення паразитних зерен ближче до країв злитка, так як там формуються зони з найменшим градієнтом у зоні біля фронту кристалізації розплаву. Зі зменшенням теплопровідності матеріалу можна очікувати посилення прояву даного ефекту, що несприятливо можуть позначитися, наприклад у випадку при вирощуванні монокристалів молібдену.

Важливо зазначити, що температурний градієнт в області міжфазного переходу є важливим, але недостатнім параметром для оцінки теплових процесів у монокристалічному злитку, який визначає якість. Вибір його в якості критерію дозволить виконати порівняльний аналіз теплових умов у районі металевої ванни і забезпечити більш сприятливі умови кристалізації. Однак сам процес формування структури монокристала триває далеко від фронту кристалізації, де температурні градієнти на міжфазній межі не можуть бути визначальним фактором характеристики динамічного впливу плазмової дуги і протікає аж до повного його охолодження.

Так, при порівнянні показників теплового поля базової технології з характеристиками теплової картини, отриманої при відсутності індукційного підігріву, але при рівних швидкостях переміщення плазмового джерела і інших технологічних характеристиках, можна відзначити, що відмінність між температурними градієнтами поблизу металевої ванни становить для G_f 30 К/мм, а для G_b близько 25 К/мм. Незважаючи на незначну відмінність у величинах характеристик, отримати якісний монокристал з відповідними габаритними розмірами не уявляється можливим. Причиною цього є той факт,

що без індукційного підігріву формується таке температурне поле, при якому дія динамічної складової здійснюється в шарах з температурами, які знаходяться нижче рівня пластичних деформацій, що призводить до умов, при яких термічні градієнти забезпечують виникнення високих термічних напружень. Тому необхідно не тільки забезпечити характеристики теплового поля відповідно до вимог значень температурних градієнтів, але і забезпечити зміщення зони монокристалічного злитка, в якій відбувається дія динамічної складової температурного поля, в температурну область, де забезпечується протікання гарячих пластичних деформацій. Тому критерій температурного градієнта є важливим для аналізу теплової картини поблизу фронту кристалізації, при віддаленні від фронту кристалізації аналіз теплової картини потрібно проводити спільно з температурною картиною злитка.

Також зазначимо, що для зниження динамічного впливу швидкісних режимів плазмового нагріву на характеристики теплового поля в технології отримання монокристалів тугоплавких металів методом ПЗП, зі збільшенням інтенсифікації процесу, найбільшу увагу потрібно приділяти зниженню температурного градієнта, розташованого попереду фронту кристалізації. Температурний градієнт G_f , маючи більше значення величини характеристики в порівнянні з температурним градієнтом за фронтом кристалізації G_b , тим самим вносить більший внесок у розвиток дислокаційної структури, забезпечуючи формування термічнонапруженого стану, при якому протікають пластичні деформації, що забезпечує розмноження і переміщення дислокацій.

Як видно з приведених даних теплових картин, отриманих при різних швидкісних режимах плазмового джерела в умовах пошарового нарощування, збільшення швидкості приводить до підвищення температурного градієнта, при цьому фронт високих значень все більше поширюється в область, яка розташована під ванною рідкого металу, тим самим зачіпаючи нижні шари, які закристалізувалися, що має безпосередній вплив на теплові процеси, які протікають в цій області. При наступному проході велика частина нижчого шару, що закристалізувався, переплавиться, однак прилеглі об'єми в нижній

частині ванни, які були схильні до дії термічних напружень, залишаться недоторканими, тому важливо забезпечити такі умови, при яких вплив температурних градієнтів на нижні шари знижується. Забезпечення даних умов можна реалізувати за рахунок підвищення потужності індукційного підігріву, що підвищить температуру у верхній частині злитка та сприятиме зменшенню динамічного впливу плазмової дуги і забезпечить зниження температурного градієнта перед фронтом кристалізації.

Іншим альтернативним рішенням при неможливості забезпечення підвищення індукційного нагріву є реалізація додаткового підігріву за рахунок додаткового плазмового джерела енергії, що забезпечить підігрів зони попереду рухомої ванни при меншій загальній його потужності, яке може становити приблизно 50-75% від потужності основного джерела.

3.5 Дослідження впливу потужності індукційного джерела нагріву на характеристики картини теплового поля монокристала вольфраму при індивідуальній роботі

Управління розподілом теплового поля монокристалічного злитка при індивідуальному індукційному нагріві (без впливу плазмового джерела нагріву на теплове поле) на початковому етапі і додаткове вкладення теплової енергії в процесі формування геометрії монокристалічного злитка забезпечується за рахунок індукційної системи.

Важливою характеристикою на початковому етапі формування теплового поля монокристала є досягнення необхідної температури у верхній частині злитка. У цей період забезпечується поступове збільшення потужності індукційного нагріву при індивідуальному тепловкладенні до виходу на робочий режим. Потреба в попередньому індукційному нагріві виникає в зв'язку з необхідністю використання плазмового джерела при наведенні рідкої металеві ванни на торці монокристала і проведенням подальшої технологічної операції по наплавленню шарів. При наведенні металеві ванни

в початковий момент часу, при включенні висококонцентрованого джерела плазмової дуги виникає високо нерівнове́сне перехідне теплове поле. Для забезпечення максимального зниження негативного впливу теплового удару на монокристалічне тіло необхідно забезпечити підігрів у верхній частині злитка, що попередить появу великих термічних напружень і значних пластичних деформацій. Надалі індукційний підігрів відіграє значну роль при зниженні динамічного впливу плазмового нагріву в результаті циклічного переміщення плазмової дуги уздовж нарощуваної поверхні злитка.

Характер розподілу температурного поля по висоті монокристалічного злитка при індивідуальному індукційному нагріві визначається конструкційними характеристиками вузла багатосекційного індуктора. Конструкція індукційного вузла виконана у вигляді паралельно з'єднаних одношарових котушок зі змінною кількістю витків у котушці. Мінімальна кількість витків у котушці розташовується у верхній частині злитка, а максимальна в нижній секції, що забезпечує необхідний розподіл потужності по висоті злитка. Варіюючи кількість витків в секції, кількість секцій і висоту витка, можна домогтися зміни розподілу електричної енергії, що вкладається, по висоті відповідно до необхідної залежності ізотерм картини теплового поля злитка.

Як правило, конструкцію індукційного вузла виконано таким чином, щоб потужність тепловкладення по висоті, віднесена до одиниці висоти бічної поверхні злитка, знижувалася від верхньої його площини до зародкового кристала, тим самим забезпечується економія електричної енергії за рахунок зниження втрат на випромінювання і конвекцію. Зниження температури в нижній частині злитка забезпечується зменшенням теплових втрат через мідний водоохолоджуваний піддон, що приводить до зниження теплових навантажень на нього. При збільшенні висоти злитка по мірі його витягування нижня область опускається в область з меншою питомою потужністю індукційного нагріву, тим самим температура області зародкового кристала знижується.

Для конструкції індукційного вузла базової технології при робочих технологічних параметрах на рис. 3.22. показана сумарна потужність, що виділяється у злитку, яка розподілена по висоті монокристала з урахуванням досягненої температури верхньої секції, при цьому кут

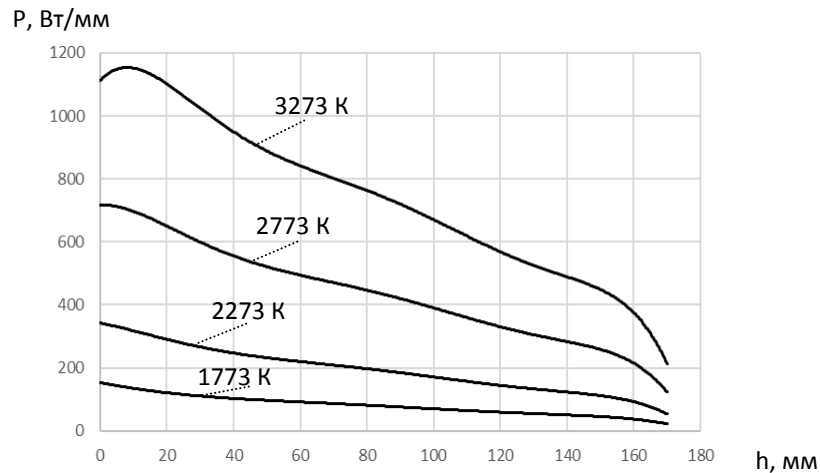


Рис. 3.22. Розподіл сумарної потужності у злитку по висоті від верхньої площині краю в залежності від ступеня індукційного підігріву

нахилу кривої розподілу потужності по висоті визначається в першу чергу конструктивними характеристиками індукційного вузла. На рис. 3.23 наведені температурні профілі злитка, які отримані уздовж повздовжньої площини симетрії в залежності від рівня температури верхньої площини злитка. На рис. 3.24 наведена сумарна потужність індукційного нагріву,

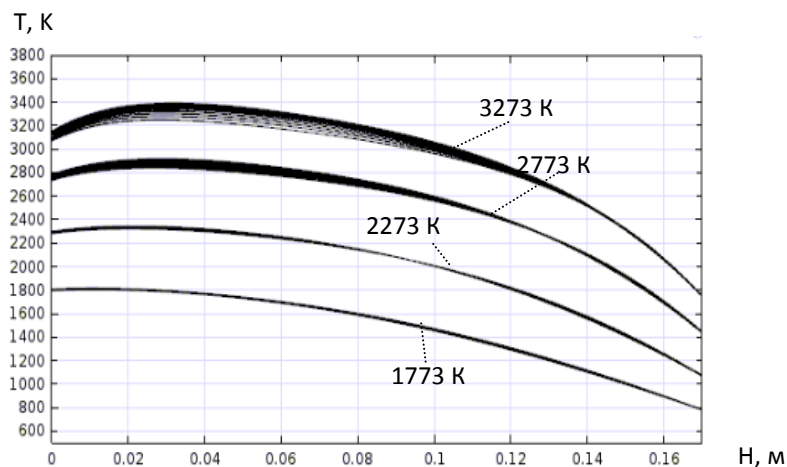


Рис. 3.23. Температурні профілі монокристала в залежності від ступеня індукційного підігріву

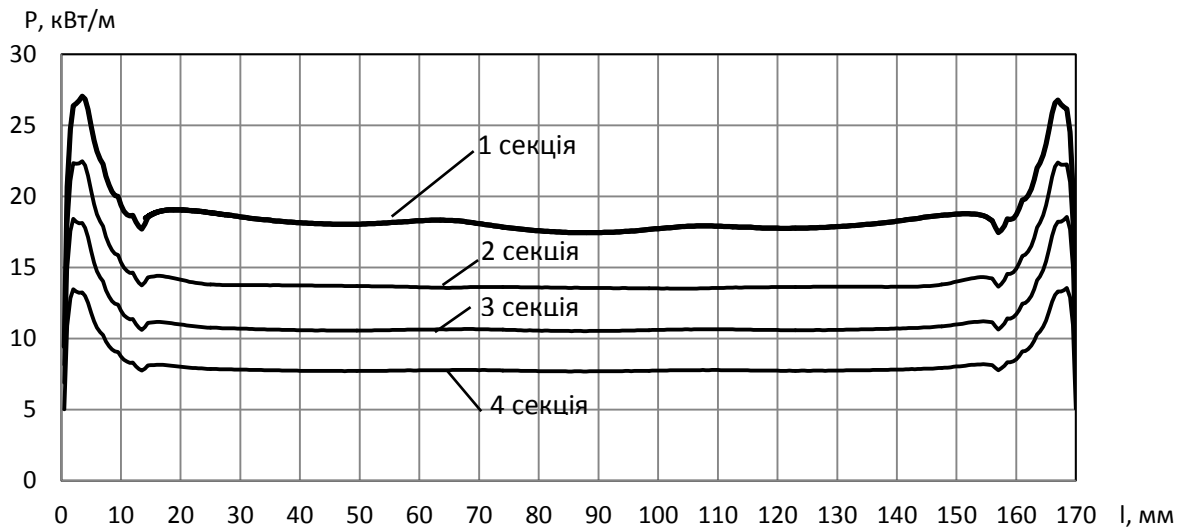


Рис. 3.24. Розподіл сумарної потужності індукційного нагріву у злитку уздовж координати переміщення плазмового джерела, наведена по секціях індуктора і віднесена до висоти верхньої секції при базовому підігріві

що виділяється в злитку, по секціях індуктора в проекції щодо вісі, яка збігається з напрямком переміщення плазмового джерела і віднесена до висоти першої секції. Як видно з наведених графіків, при меншій поперечній площині крайових зон на дані ділянки доводиться максимальне виділення питомої потужності теплової енергії від індукційного вузла. Незважаючи на розвинену поверхню в цих зонах, де спостерігаються максимальні втрати на випромінювання і конвекцію при приведенні їх до одиниці площі поперечного перетину зливу, за рахунок більшого тепловкладення забезпечується більш рівномірний нагрів зливу за поперечним перерізом, з урахуванням крайового ефекту.

У табл.3.1 наведені витрати потужності індукційного нагріву зливу в залежності від необхідної температури верхньої площини, а також у дужках сумарні витрати на нагрів зливу та в індукційному вузлі по кожній секції, де P_1 потужність, яка виділяється в обмеженій по висоті зоні верхньою секцією індуктора, і відповідно P_2 , P_3 , P_4 потужність, яка виділяється в зонах, обмежених по висоті секцій індуктора, які знаходяться нижче, де P_4 відповідає найнижчій секції індуктора (див. рис 2.6).

Табл.3.1.

Витрати потужності в злитку та сумарні витрати в злитку та індукційному вузлі по кожній секції

№ 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)

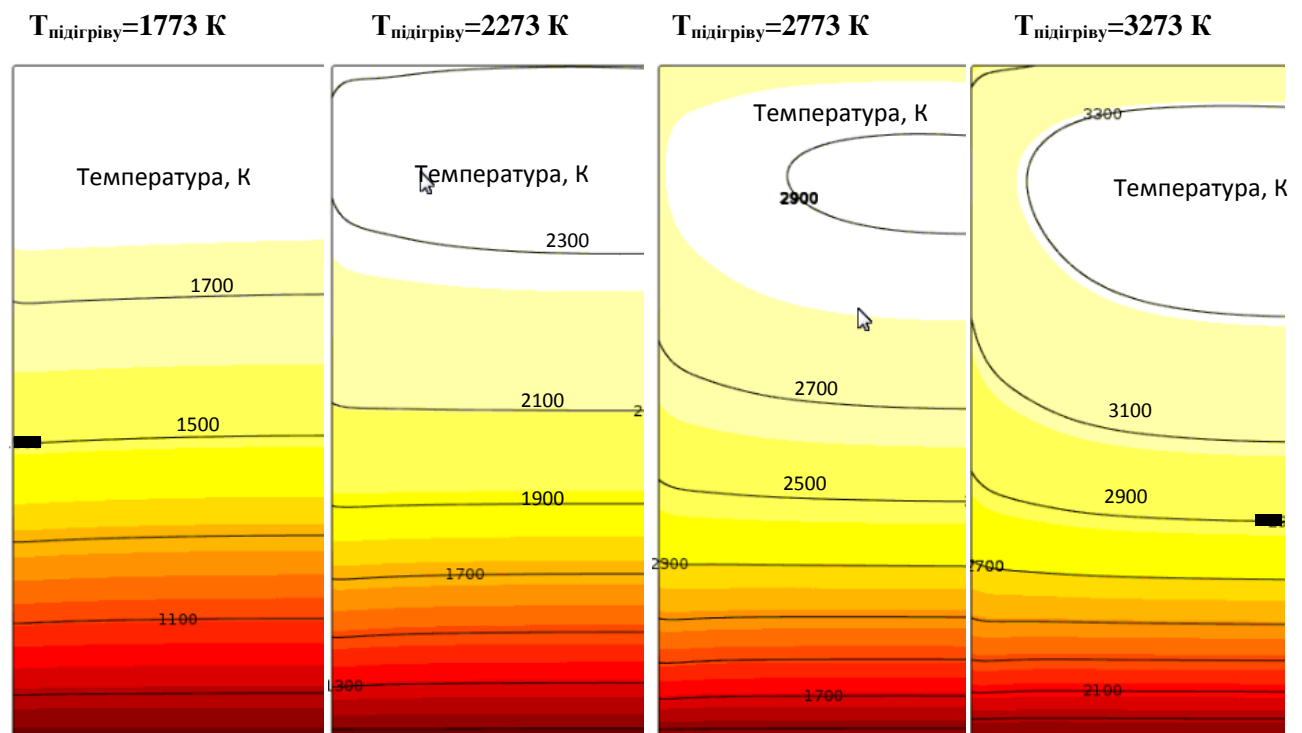


Рис. 3.25. Кінцевий розподіл температурного поля злитків* на попередній стадії індукційного нагріву, К

* - в силу симетрії температурного поля при індивідуальному індукційному нагріві (у відсутності плазмового нагріву) наведені ліві частини температурного поля монокристалічних злитків

На рис. 3.25 наведені залежності розподілу температури по висоті кристала з урахуванням рівня підігріву у верхній зоні, що дорівнює близько

1773 К, при конструктивному виконанні індукційного вузла відповідно до базової технології. Як видно з наведених малюнків, ізотерми розташовані практично горизонтально, при цьому їх щільність зростає від верхньої площини до нижньої, що говорить про збільшення інтенсивності зниження температури. При цьому температура в нижній області злитка в більшій мірі залежить як від його висоти, так і від конструкційного виконання індукційного вузла при однаковому рівні нагріву у верхній зоні.

3.6 Вплив потужності індукційного та плазмово-дугового нагріву на динамічні характеристики теплового поля злитка

Забезпечення додаткового тепловкладення від індукційного джерела нагріву дозволяє отримати зниження термічного впливу від переміщення плазмової дуги, що здійснює зворотно-поступальний рух уздовж верхнього торця злитка.

Для більш детального аналізу характеристик теплової картини монокристала вольфраму її можна розглядати як результат окремої взаємодії статичної та динамічної складових температурних полів. Статична складова температурного поля верхньої площини забезпечується за рахунок підігріву високочастотним полем системи індукційного вузла. Динамічна складова утворюється за рахунок плазмового джерела, що переміщується, яка забезпечує перекриття температурного діапазону, що перевищує рівень діапазону індукційного нагріву у верхній зоні злитка аж до температур, які необхідні для формування ванни рідкого металу. Таким чином, за рахунок збільшення рівня температури індукційного нагріву можна зменшити діапазон температур динамічної складової. Така можливість дозволяє в широкому діапазоні управляти характеристиками теплового стану злитка та забезпечити сприятливі умови для формування монокристалічної структури. Тому з метою дослідження характеристик теплового поля було досліджено вплив підвищення статичної складової температурного поля при різних швидкісних

режимах плазмового джерела на основні характеристики теплового поля монокристалічного злитка.

З метою проведення порівняльного аналізу характеристик теплового стану монокристала, отриманих при вивченні впливу зміни технологічних параметрів на характеристики теплового поля при вирощуванні монокристалів вольфраму, за відомий рівень були взяті дані базової технології, технологічні параметри якої були багатократно апробовані при вирощуванні монокристалів вольфраму за технологією ПЗП. У результаті цього було успішно отримано значну кількість монокристалічних злитків, а також проведені роботи з дослідження їх структурних і фізичних характеристик, що дозволило отримати достатній обсяг даних для уявлення формування монокристалічної структури при базовій технології. При розробці базової технології виходили з того, щоб нижня температурна межа області дії динамічної складової, що відповідає 2-3 характерним лінійним розмірам кристала, перебувала в зоні температурного інтервалу гарячої пластичної деформації. Тому викликає певний інтерес дослідження умов забезпечення цього інтервалу при зростанні інтенсифікації процесу.

Зазначимо, що експерименти, які проводилися раніше в напрямку збільшення швидкості вирощування монокристалів, не дозволяли отримати позитивних результатів, що визначалося збільшенням розорієнтації субзерен, а в деяких випадках і втрати монокристалічності. Така ситуація була пов'язана з труднощами формування загальної картини теплових процесів і виявлення закономірностей між технологічними параметрами і характеристиками теплового поля у зв'язку зі значними проблемами дослідження теплових полів реального процесу. Останнім часом завдяки розвитку числових методів стало можливим проведення більш глибокого аналізу характеристик теплового поля технології отримання тугоплавких монокристалів методом ПЗП з урахуванням впливу основних технологічних параметрів.

Із метою вивчення інтенсифікації процесу в ході проведеної роботи було досліджено вплив швидкості переміщення плазмового джерела нагріву, а

також вплив потужності індукційного джерела на характеристики теплового поля та були проведені дослідження при наступних технологічних параметрах, які зазначені в табл.3.2. Значення швидкості плазмового джерела були прийняті наступні 20, 80, 160 та 320 мм/хв, при цьому необхідний рівень потужності індукційного джерела визначався таким чином, щоб температура верхньої площини дорівнювала 2273, 2773 та 3273 К, що дало можливість отримати та дослідити різні теплові стани монокристала вольфраму при реалізації технологічної схеми в математичній моделі, наближеної до реальної. У таблиці також наведені розрахункові температурні градієнти для порівняння без підігріву (293 К) та при підігріві за базовою технологією (1773 К). Температурний градієнт G_f та G_b визначався аналогічним чином, як і в п.3.4.

Як можна виявити з приведених даних в табл.3.2, зі зростанням потужності індукційного джерела спостерігається зниження температурного градієнта як попереду G_f рідкої ванни, так і позаду G_b при однакових швидкостях плазмового нагріву. Як уже зазначалося, у технології отримання монокристалів тугоплавких металів методом ПЗП при збільшенні швидкості найбільшу увагу потрібно приділяти зниженню температурного градієнта, розташованого попереду фронту кристалізації G_f . Так, збільшення потужності індукційного нагріву до рівня підігріву верхньої площини на 500 К до 2273 К у порівнянні з базовою дозволяє збільшити швидкість від 20 до 80 мм/хв із забезпеченням температурного градієнта G_f близького до базового рівня. Для більш точного аналізу були отримані дані для швидкості 60 мм/хв, при якій температурний градієнт G_f відповідає рівню базової технології. При вищих швидкостях 320 мм/хв забезпечується зниження G_f до 260 К/мм, при цьому G_b знижується до 45 К/мм, у порівнянні з аналогічною швидкістю при базовому індукційному підігріві. Реалізація рішення збільшення підігріву до 2273 К, як видно з таблиці 3.3., пов'язане зі збільшенням потужності індукційного нагріву, що виділяється в монокристалічному злитку з 19,5 до 32,5 кВт та з 40,9 до 67,6 з урахуванням витрат енергії електромагнітного поля

Табл.3.2.

Дані дослідження впливу швидкості плазмового джерела та потужності індукційного нагріву на термічний градієнт попереду ванни G_f та за ванною G_b , яка рухається

№ п/п	Технологічні параметри та умови підігріву		Значення температурних градієнтів	
	Швидкість плазмового джерела (V), мм/хв	Рівень індукційного підігріву (T), К	$G_f = dT_f/dx$, К/мм	$G_b = dT_b/dx$, К/мм
1	0	293	220	220
2	20	293	190	150
3	80	293	240	120
4	160	293	260	80
5	320	293	350	60
6	20	1773	160	120
7	80	1773	200	100
8	160	1773	260	60
9	320	1773	300	60
10	20	2273	135	110
11	60*	2273	155	100
12	80	2273	180	80
13	160	2273	220	60
14	320	2273	260	45
15	20	2773	120	80
16	80	2773	130	60
17	160	2773	155	45
18	320	2773	180	35
19	20	3273	60	50
20	80	3273	85	40
21	160	3273	100	30
22	320	3273	140	30
23	360*	3273	165	27

*-додаткові розрахункові дані, при яких температурний градієнт G_f відповідає базовому рівню при відповідному рівні підігріву.

Табл.3.3.

Дані потужності індукційного нагріву в злитку та сумарна.

№ п/п	Умови підігріву	Швидкість, мм/хв	Усього*, кВт	Коефіцієнт сумарної потужності (Кп)**
1	1773 К	20 (V_B)	19,5 (40,9) (P_B)	1
2	2273 К	60 (V_{P1})	32,5 (67,6) (P_{P1})	0,55
3	2773 К	160 (V_{P2})	73,6 (149) (P_{P2})	0,45
4	3273 К	360 (V_{P3})	125,4 (242) (P_{P3})	0,33

* - Без дужок позначає потужність, яка виділилася у злитку, в дужках - сумарна потужність в злитку, холодній стінці та індукторі.

** - Кп наведений тільки для тих швидкостей, при яких G_f близький до базового рівня.

в індукторі та холодній стінці, що приблизно перевищує в 1,6 рази рівень базової технології. Однак, незважаючи на збільшення потужності підігріву з урахуванням приросту швидкості в 3 рази (60мм/хв), відповідні технологічні режими дозволяють зменшити сумарну потужність індукційного нагріву на 45%, що витрачається, яка віднесена до витрат електроенергії другої стадії вирощування при отриманні одного злитка монокристалу. Для наочності був розрахований коефіцієнт сумарної потужності індукційного джерела, що наведений в табл.3.3., який показує відносні витрати електроенергії на другій стадії вирощування (див.п.3.3) відносно базової технології, при отриманні одного злитка монокристалу:

$$K_{\Pi} = \frac{P_{Pi}}{P_B} \times \frac{T_B}{T_{Pi}} \approx \frac{P_{Pi}}{P_B} \times \frac{V_B}{V_{Pi}}, \text{ де } i = 1 \dots 3$$

де P_p , P_B - середня потужність індукційного джерела кВт, при розрахунковій та базовій технології; T_p , T_B - час, який витрачається на отримання одного злитка при розрахунковій та базовій технології; V_p , V_B - швидкість плазмового джерела при розрахунковій та базовій технології.

Зростання температурного градієнта при швидкостях 80, 160 та 320 мм/хв вище базового рівня вказує на те, що при забезпеченні подальшого збільшення швидкості понад 60 мм/хв для забезпечення параметрів динамічних характеристик теплового поля, наближених до базового рівня, необхідно забезпечити подальше збільшення статичної складової температурного поля. Для забезпечення характеристик теплового поля, наближених до базової технології, повинно виконуватися дві умови: температурні градієнти не повинні перевищувати рівень базової технології, а температура підігріву повинна бути не нижче зазначеної температури базового рівня, що забезпечить сприятливі умови не нижче ніж в базовій технології.

Подальше підвищення потужності індукційного нагріву, при якому забезпечується температура верхньої площини до 2773 К, дозволяє збільшити швидкість плазмового нагріву до 160 мм/хв при забезпеченні температурного градієнта G_f , близького до базового рівня.

Збільшення підігріву до 2773 К, як видно з таблиці 3.3., приводить до збільшення потужності індукційного нагріву з 19,5 (40,9) до 73,6 (149) кВт, що приблизно перевищує в 3,6 рази від базового рівня. Однак, незважаючи на збільшення потужності підігріву з урахуванням приросту швидкості в 8 рази відповідні технологічні режими дозволяють зменшити сумарну потужність індукційного нагріву на 55%, що витрачається, яка віднесена до витрат електроенергії другої стадії вирощування при отриманні одного злитка монокристалу. Із аналізу отриманих даних для забезпечення температурного градієнта на рівні базової технології при необхідності зростання швидкості плазмового джерела понад 160 мм/хв необхідно надалі підіймати рівень статичної складової індукційного нагріву.

Подальше підвищення потужності індукційного нагріву, при якому забезпечується температура верхньої площини на рівні 3273 К, швидкість плазмового нагріву можливо підвищити до 360 мм/хв при забезпеченні температурного градієнта G_f , близького до базового рівня.

При рівні підігріву, який складає 3273 К, як видно з таблиці 3.2., спостерігається збільшення потужності індукційного нагріву з 19,5 (40,9) до 125,4 (242) кВт, що приблизно перевищує в 5,9 рази базовий рівень. При цьому режим роботи плазмового джерела забезпечує приріст швидкості в 18 разів, що при забезпеченні відповідних технологічних режимів дозволяють зменшити сумарну потужність індукційного нагріву на 77%, що витрачається, яка віднесена до витрат електроенергії другої стадії вирощування при отриманні одного злитка монокристалу.

Як видно з наведених розрахунків витрат енергії електромагнітного поля на індукційний нагрів при ПЗП, які були отримані спільно з швидкісними режимами плазмового джерела енергії, можна зробити висновок, що, незважаючи на те, що зростання статичної складової температурного поля призводить до зростання потужності індукційного джерела, однак завдяки зменшенню часу, який витрачається на отримання одного монокристалічного злитка, в кінцевому рахунку призводить до підвищення показника економічної ефективності процесу.

В умовах інтенсифікації процесу при дослідженні теплового стану безпосередній інтерес також викликає питання, як будуть змінюватися характеристики плазмового нагріву при зміні потужності індукційного джерела, потужність якого пов'язана з потужністю плазмового нагріву через сталу висоти меніску при різних швидкостях плазмового нагріву.

Збільшення лінійної швидкості плазмового нагріву викликає збільшення динамічного впливу плазмової дуги на теплове поле монокристалу, яке проявляється в збільшенні нерівномірності характеристик теплового поля, що в кінцевому рахунку впливає на формування дислокаційної картини монокристалічного злитка. При цьому можливо виділити два чинника, що приводять до підвищення термічного напруження в разі збільшення швидкості плазмового джерела. По-перше, це збільшення самої швидкості плазмового джерела, що приводить до того, що ділянка, на яку переміщується плазмово джерело, не встигає прогрітися за рахунок теплопровідності, тим самим

спричиняє підвищення температурного градієнта. По-друге, з причини дії першого чинника та необхідності дотримання умов постійної висоти меніску ванни рідкого металу призводить до необхідності підвищення потужності плазмового джерела і тим самим спричиняє ще більше зростання нерівномірності нагріву та підвищення температурного градієнта навколо рідкої металеві ванни.

При виборі сприятливих характеристик теплового поля також необхідно урахувати межі, які накладаються при виборі технологічних параметрів плазмового джерела енергії. Зі зростанням потужності плазмового нагріву збільшується газодинамічний тиск плазмової дуги, що при великих значеннях може призвести до оголення фронту кристалізації та зародженню паразитних зерен. Також треба урахувати, що при ПЗП велику роль грає стабільність горіння плазмової дуги для забезпечення мінімальних відхилень параметрів шару, що нарощується, від заданої геометрії. При збільшенні потужності високі значення електричного струму призводять до швидкого вигорання присадок катодного матеріалу, що спричиняє появу ефекту коливання дуги. Тому для забезпечення тривалого стабільного процесу нарощування монокристала, без технологічних зупинок по заміні катода, що несприятливо впливає на характеристики монокристала, потужність плазмового джерела повинна бути забезпечена на необхідному рівні.

Приймаючи до уваги вищенаведене та ураховуючи, що кожна ділянка, на яку переміщується плазмове джерело, має свої характеристики теплового стану, що призводить до того, що потужність плазмового джерела при постійній швидкості змінюється, то дослідження залежності такої характеристики від координати переміщення потребує окремої уваги.

Характеристики корисної потужності плазмового нагріву наведені на рис. 3.26 з урахуванням підігріву злитка. Із наведених даних можна відмітити, що при підвищенні потужності індукційного джерела при однакових швидкостях плазмового джерела його потужність зменшується, що пов'язано з тим, що в разі збільшення тепловкладення від індукційного джерела треба

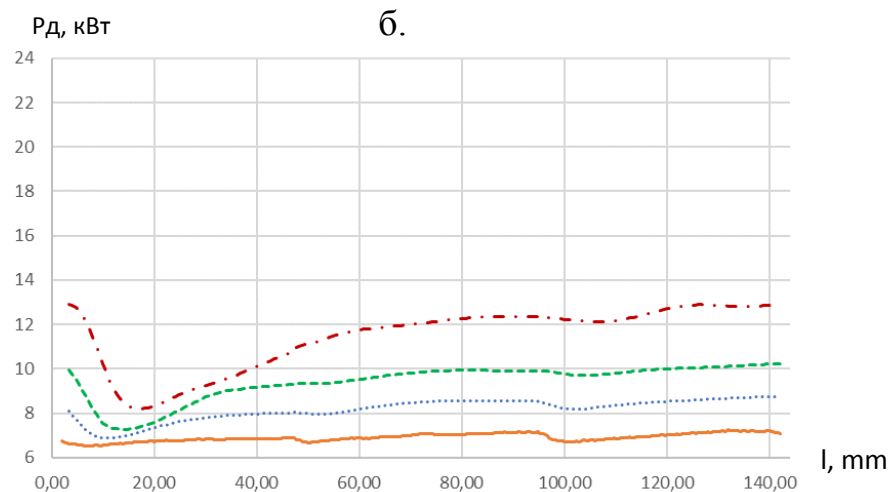
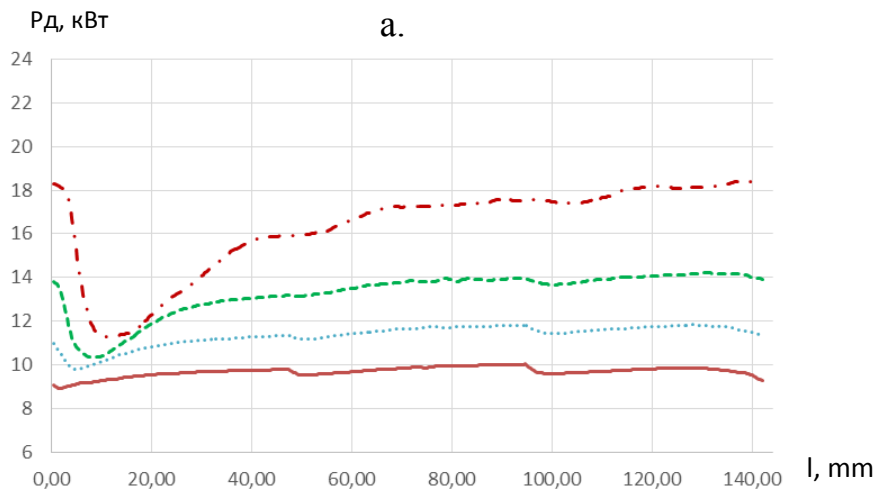
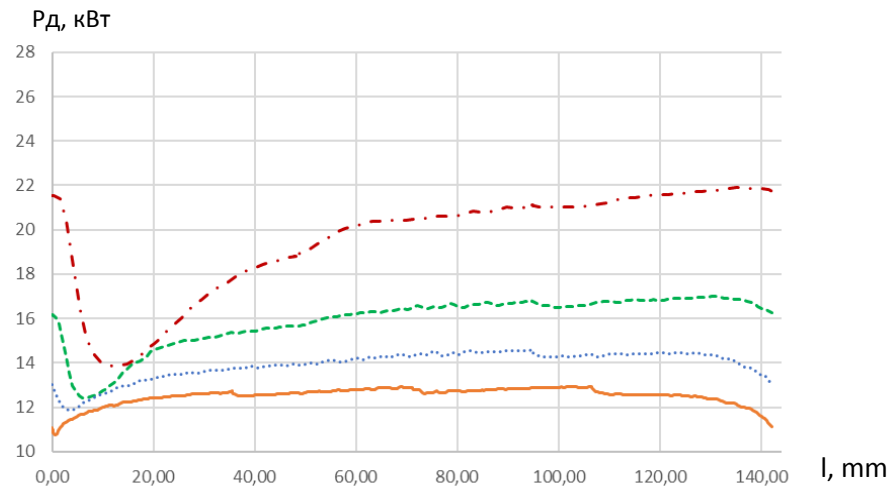
менше витратити енергії, яка вкладається від плазмового джерела на формування металеві ванни, при умові забезпечення критерію висоти меніску, що позитивно сприяє підвищенню робочого ресурсу катодного вузла плазмового джерела енергії. Також з наведених залежностей видно, що в усьому діапазоні потужностей індукційного нагріву потужність плазмового нагріву знижується на краях злитка, що пов'язано з погіршенням умов відбору потужності в цих зонах тілом злитка за рахунок теплопровідності, що веде до швидкого нагріву крайніх зон і як наслідок необхідності зниження потужності плазмового нагріву при умові забезпечення підтримання сталості критерію висоти меніска рідкого розплаву. Із огляду на той факт, що плазмове джерело на зворотному шляху проходить все більшу відстань при збільшенні швидкості по попередньо нагрітій ділянці, то характеристики потужності плазмового джерела стають усе більш пологими.

Із аналізу даних, наведених в табл. 3.2 та на рис. 3.26, можна зробити важливий висновок, що при різному рівні статичної складової та різних швидкостях переміщення плазмового джерела енергії, при яких забезпечується приблизно однаковий рівень потужності останнього, спостерігаються однакові температурні градієнти G_f , що означає що температурні градієнти G_f не залежать від статичної складової теплового поля, а тільки від режиму роботи плазмового джерела енергії. Із цього висновка випливає два наслідки:

1. Із метою підвищення ресурсу роботи плазмового джерела нагріву неможливо при збільшенні статичної складової зменшити його потужність при забезпеченні температурного градієнта на базовому рівні.

2. При неможливості подальшого зростання рівня статичної складової неможливо забезпечити подальший ріст інтенсифікації процесу без збільшення температурного градієнта у відповідності до базової технології за існуючою схемою процесу.

Також у результаті дослідження теплового стану монокристалічного злитка були отримані профілі температурного поля (рис. 3.27), з яких наочно



в.

Рис. 3.26. Залежність корисної потужності плазмового джерела від координати переміщення при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при підігріві: а. 2273 К; б. 2773 К; в. 3273 К

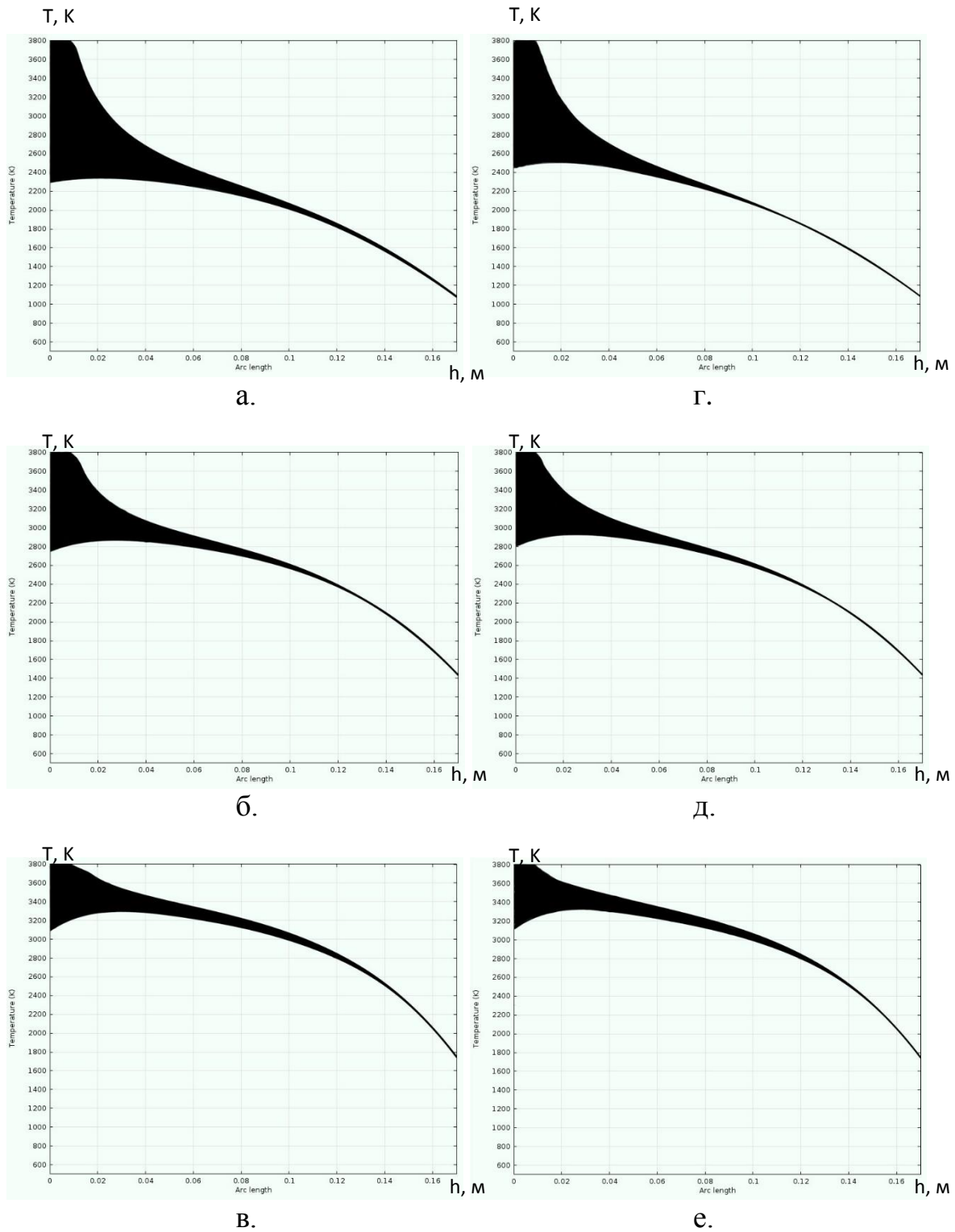


Рис. 3.27. Температурні профілі монокристалічного злитка по висоті в залежності від швидкості переміщення плазмового джерела при швидкостях 20 (а, б, в), 320 (г, д, е) мм/хв при підігріві: 2273К (а, г); 2773К (б, д); 3273К (в, е)

видно, що при збільшенні індукційного підігріву температурне поле по висоті і по ходу плазмотрона вирівнюється, що приводить до більш рівномірного нагріву всього тіла злитка, а також можна очікувати зниження термічних напружень у всьому тілі злитка. При цьому можна відмітити зниження впливу динамічної складової по висоті, що спостерігається в результаті звужування температурного діапазону температурних профілів.

Відзначимо, що при збільшенні індукційного підігріву спостерігається переміщення області дії динамічної складової з області менших температур в область з більшими температурами, що можна спостерігати в усьому інтервалі проміжку, який дорівнює 2-3 характерним лінійним розмірам кристала від верхньої площини злитка, де межові значення змінюються від 2200-2400 К (2273 К) та 2800-2900 К (2773 К) аж до 3200-3300 К (3273 К). Така особливість при забезпеченні умов з однаковими температурними градієнтами повинна приводити до більш сприятливих умов формування монокристалічної структури.

Також треба зазначити, що при збільшенні швидкості крайні зони знаходяться менше часу без теплового впливу на них плазмового джерела, тому мінімальна температура крайніх зон за термічний цикл підвищується, що також приводить до кращого прогрівання монокристалічного злитка. У порівнянні з температурою підігріву за базовою технологією при вищих рівнях статичної складової між температурними профілями, при різних швидкостях плазмового джерела, але при одній потужності індукційного нагріву, відмічається дуже незначні відмінності у формуванні температурної області, тому на рис. 3.27 наведені тільки дані при швидкостях плазмового нагріву 20 та 320 мм/хв та при різному ступені статичної складової.

Як видно з наведених даних (рис. 3.28), при збільшенні швидкості руху плазмотрона при пошаровому нарощуванні призводить до збільшення температурного градієнта попереду фронту рідкої ванни, при цьому

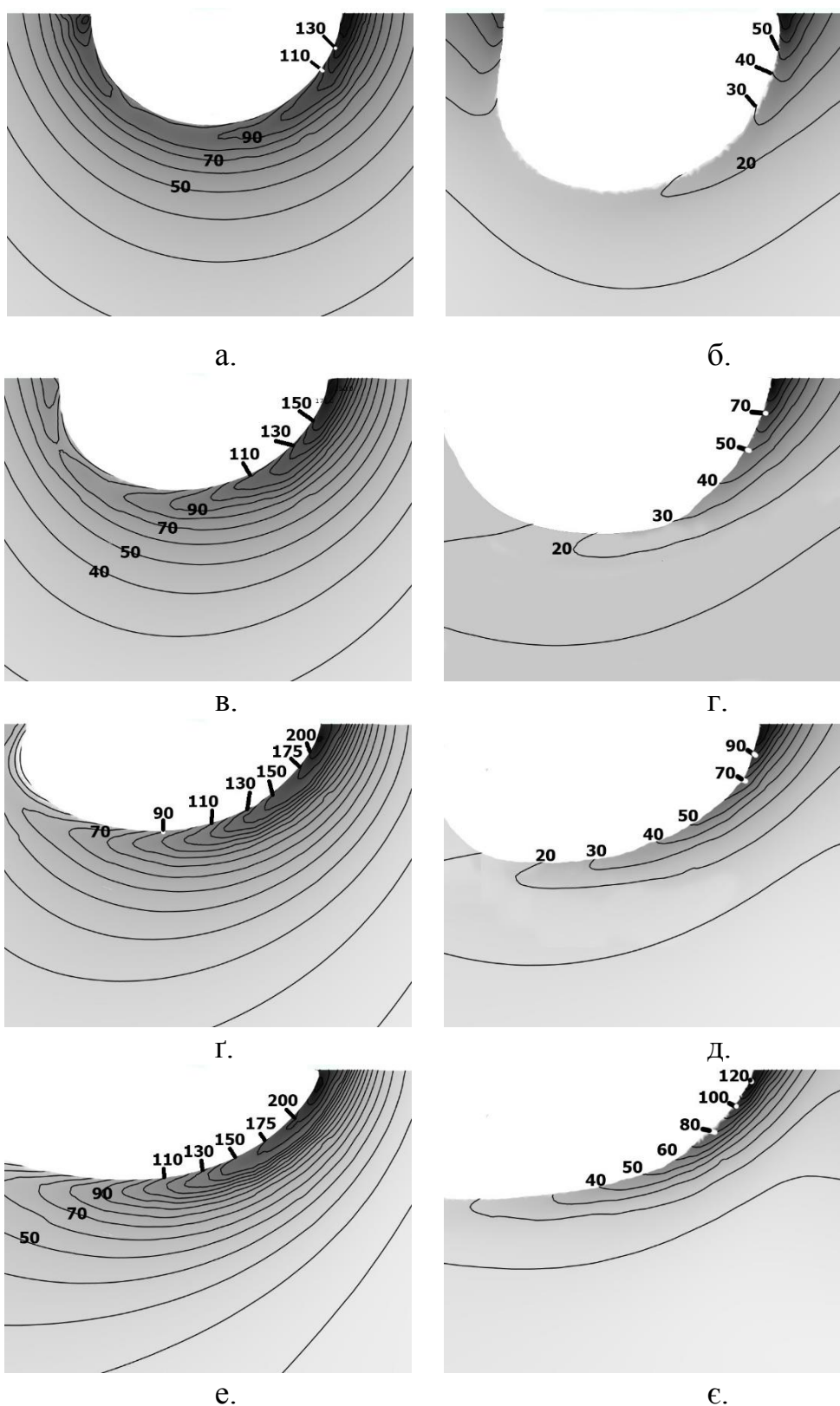


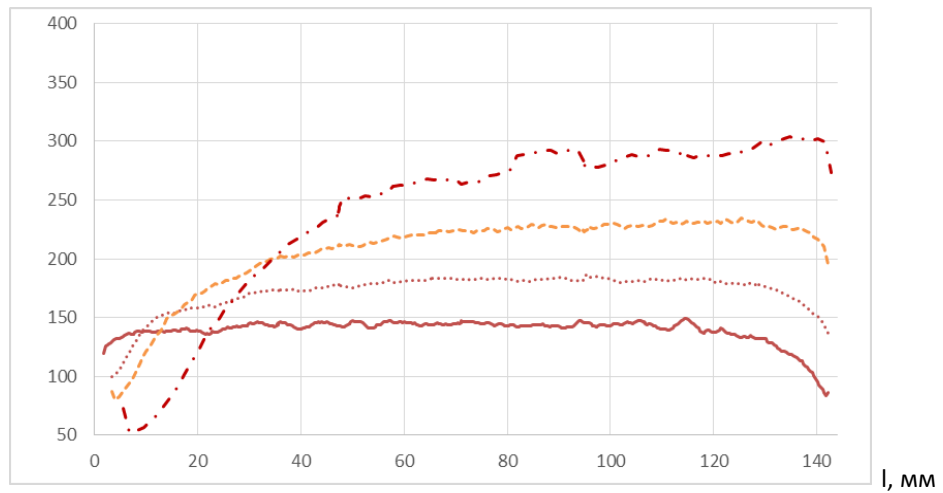
Рис. 3.28. Температурні градієнти у твердій фазі (К/мм) поблизу міжфазної межі в залежності від швидкості переміщення плазмового джерела в момент, коли ванна знаходиться по центру злитка при швидкостях 20 (а, б), 80 (в, г), 160 (г, д), 320 (е, є) мм/хв при підігріві: 2273К (а, в, г, е); 3273К (б, г, д, є)

спостерігається зростання фронту високих значень температурного градієнта в нижній частині ванни, тому з причин, зазначених в п.3.4., важливо забезпечити такі умови, які не призводять до зростання температурних градієнтів в області нижніх шарів. Збільшення потужності індукційного підігріву сприяє зменшенню динамічного впливу плазмового джерела енергії, що приводить до зменшення температурного градієнта позаду та попереду фронту кристалізації при однакових швидкостях плазмового нагріву зі зростанням ступеня інтенсифікації процесу.

Однак треба зазначити, що отримання характеристик температурного поля, наближених до характеристик базового рівня при більшому підігріві, не означає отримання схожості дислокаційної картини на тому ж рівні, тому що при високих швидкостях формування дислокаційної структури забезпечується при інших теплових умовах, проте при орієнтації на базову технологію при дослідженні структурних особливостей в подальшому дозволить оцінити зміну дислокаційної картини при схожих характеристиках температурних градієнтів.

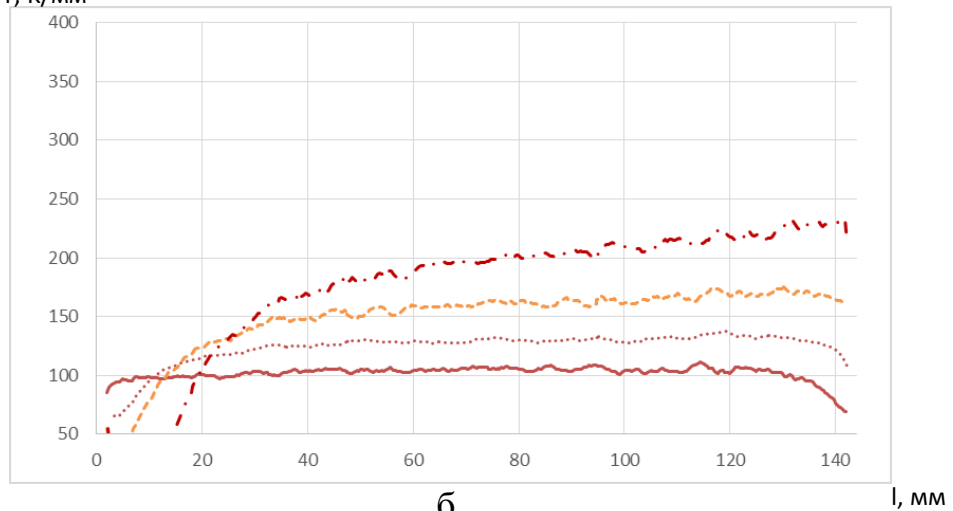
Як уже зазначалося, при аналізі зміни температурного градієнта в ході переміщення плазмового джерела, значення яких наведені на рис. 3.29-3.30, можна відзначити, що велику частину часу максимальний градієнт розташований попереду рухомої ванни.

Із аналізу наведених даних зазначимо, що з огляду на важливе значення температурного градієнта G_f при аналізі динамічних характеристик теплового поля поблизу міжфазного переходу потрібно приділити особливу увагу тому факту, що температурний градієнт, розташований попереду фронту кристалізації, при постійній швидкості переміщення плазмового джерела зазнає зміну своєї величини, де картина значень температурного градієнта G_f досягає мінімальних значень у момент, коли ванна здійснює зворотній рух, а максимальних значень - коли ванна підходить до краю злитка, збільшуючи своє значення від одного краю до іншого, що при великих швидкостях



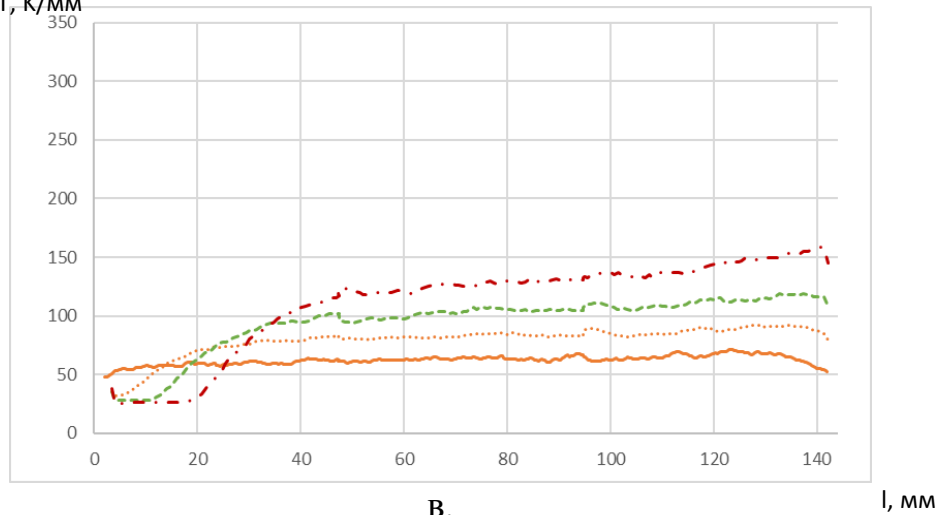
а.

dT, K/мм



б.

dT, K/мм



в.

Рис. 3.29. Залежність температурного градієнта на міжфазній межі попереду рухомого фронту кристалізації між крайніми положеннями плазмового джерела при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при підігріві: а. 2273К; б. 2773К; в. 3273К

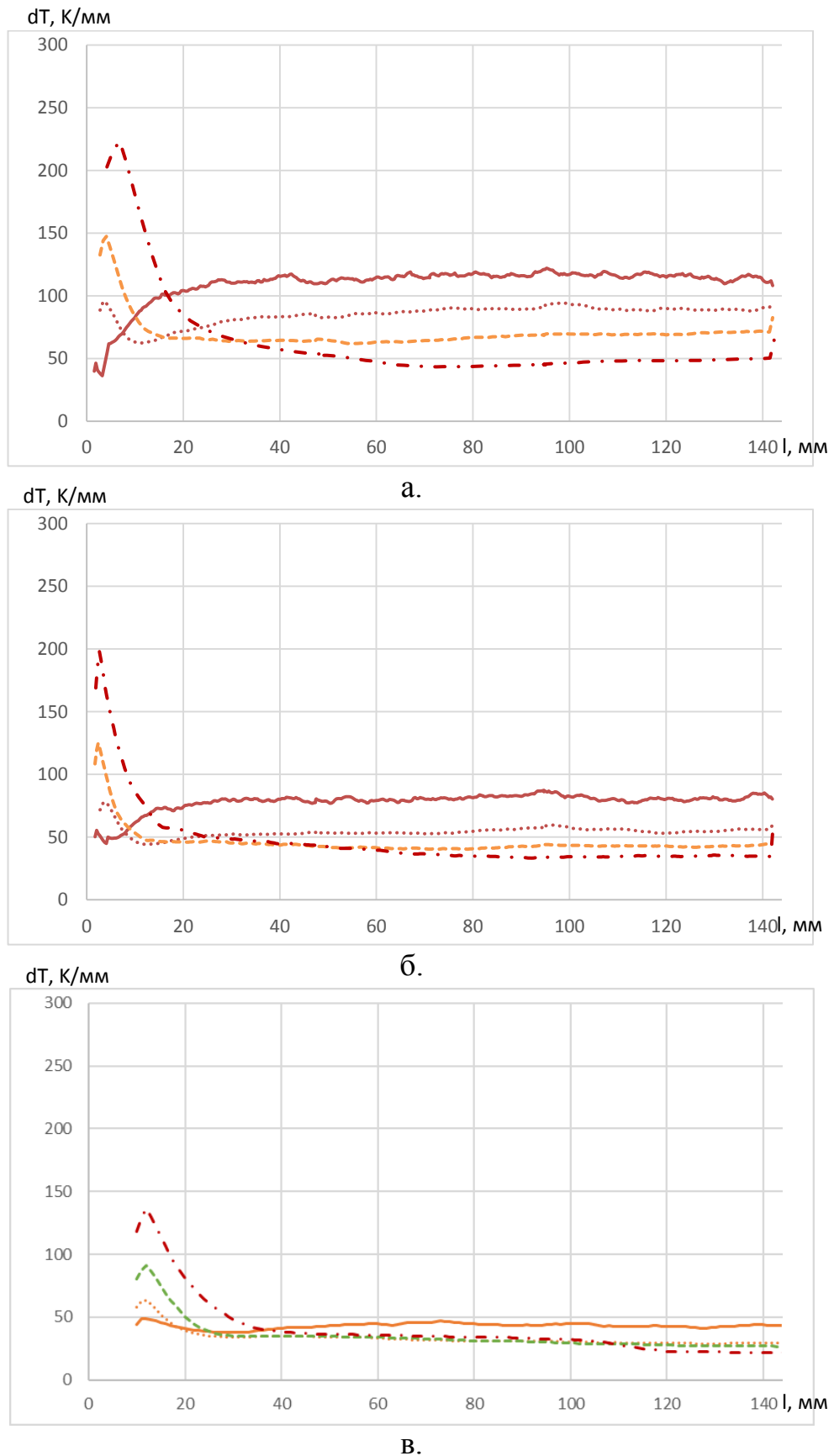


Рис. 3.30. Зміна температурного градієнта на міжфазній межі позаду рухомого фронту кристалізації між крайніми положеннями плазмового джерела при швидкостях 20 (суцільна), 80 (пунктирна), 160 (штрихова), 320 (штрих-пунктирна) мм/хв при підігріві: а. 2273К; б. 2773К; в. 3273К

плазмового джерела в технологічному процесу стає більш вираженим. Тому можна зробити важливе припущення, що зміна теплових умов у районі міжфазового переходу і як наслідок зміна температурного градієнта в перебігу термічного циклу може впливати на зміну однієї з важливих характеристик монокристалічної будови, таких як щільність дислокацій уздовж шару, що нарощується. Внаслідок чого для забезпечення більш стабільних характеристик теплового поля, а саме з метою вирівнювання значення температурного градієнта уздовж усієї траєкторії переміщення плазмового джерела доцільно проводити технологічний процес зі змінною швидкістю наплавлення шарів, яка змінює своє значення в процесі переміщення плазмового джерела від одного краю до іншого. На ділянці з високими значеннями температурного градієнта необхідно сповільнювати швидкість плазмового джерела, а на ділянках з низьким значенням прискорювати її, забезпечуючи постійне значення температурного градієнта. Забезпечення змінної швидкості за термічний цикл також дозволить знизити несприятливий вплив плазмової дуги при великих швидкостях на тих ділянках шляху плазмового джерела енергії, коли спостерігається збільшення його потужності.

Зазначимо, що подальше підвищення температури статичної складової може буде пов'язано з труднощами забезпечення стабільності процесу, що пов'язано з зменшенням здатності автостабілізації процесу при зменшенні температурного градієнта по висоті злитка. Що може приводити при незначних коливаннях тепловкладення до значних коливань об'єму рідкого металу. До таких збурюючих факторів відносяться як нестабільність горіння дуги (коливання та непостійність потужності), так і крапельне перенесення витратного матеріалу. Тому подальше удосконалення технології може бути спрямовано в напрямку забезпечення постійності температурного градієнта як функції від швидкості режиму роботи плазмового джерела.

Для деяких цілей ми не виключаємо отримання монокристалів при вищих градієнтах, ніж це передбачено базовою технологією, що також може підняти

рівень інтенсифікацію та економічну ефективність процесу, але при цьому треба забезпечити характеристики структури у відповідності вимогам які висуваються до монокристала.

Як видно з температурних профілів, при збільшенні швидкості плазмового джерела енергії для підвищення інтенсифікації та збільшення підігріву злитка у верхній зоні з метою забезпечення характеристик теплового поля, близькими до базових, при існуючій конструкції індукційного вузла відбувається перегрів у середній зоні по висоті кристала, що збільшує втрати тепла на радіаційне випромінювання і конвекцію, а також через мідний піддон, тому при високих рівнях статичної складової необхідна модернізація конструкції індуктора. Зміна конструкції в напрямку збільшення електричного опору в нижніх секціях індуктора дозволить забезпечити більш пологі характеристики витрат електричної енергії по висоті індуктора, що приведе як до зменшення витрат дорогої високочастотної енергії, так і забезпечити зниження теплового навантаження на мідний водоохолоджуванний піддон, а також дозволить підвищити коефіцієнт економічної ефективності процесу.

Висновки

1. У результаті проведених досліджень встановлено характеристики геометричних параметрів рідкої металевої ванни від складу плазмоутворюючого газу з використанням двох- і трьохкомпонентних сумішей (Ar, Ar+He, Ar+H₂, Ar+He+H₂), швидкості руху фронту кристалізації, потужності плазмового та індукційного нагрівів. Практично обґрунтовано, що застосування трьохкомпонентної суміші Ar+30об.% He+10%об.%H₂ замість базової суміші (30 об.% Ar+70 об.% He), дозволяє зменшити витрати дорогого газу гелію більш ніж у 2 рази без погіршення формування профілю рідкої металевої ванни.

2. Проведені натурні дослідження теплового поля широкоформатного монокристала вольфраму розмірами 20x90x160 мм та встановлено

взаємозв'язок між технологічними параметрами та характеристиками теплового поля.

3. На математичній моделі проведені дослідження впливу інтенсифікації процесу на теплове поле монокристалу при ПЗП в умовах при спільному вирішенні електромагнітної і теплової задач із забезпеченням конструкційних та технологічних параметрів індукційного вузла, піддону, геометрії злитка та ін., у відповідності до технологічного процесу. На підставі отриманих даних натурального експерименту виконана корекція та верифікація математичної моделі.

4. Розроблена методика математичного моделювання дозволяє проводити прогнозування сприятливих технологічних параметрів на основі аналізу теплової картини при зміні в широкому діапазоні параметрів геометрії монокристалічного злитка і конструкції електромагнітної системи з забезпеченням зміни основних технологічних параметрів у широкому діапазоні значень, що робить розроблену модель гнучкою для уточнення розрахунків на етапі проектування обладнання для забезпечення необхідних характеристик теплового поля монокристала.

5. Установлено, що інтенсифікація технологічного процесу ПЗП при базовому індукційному підігріві забезпечує зниження витрат плазмової енергії в розрахунку на злиток та вирівнювання температурного поля по висоті злитка, але вагомим негативним моментом є динамічний вплив плазмової дуги на теплове поле монокристала, яке проявляється в збільшенні нерівноважності характеристик теплового поля безпосередньо в ближній зоні межі фазового переходу, з метою зниження динамічного впливу плазмової дуги запропоновано підвищити температуру у верхній області злитка за рахунок збільшення потужності, що вкладається від індукційного джерела нагріву.

6. При дослідженні теплового поля монокристала вольфраму за умов індивідуального індукційного підігріву установлено, рівень потужності, який потрібно забезпечити для отримання необхідного ступеня підігріву, що

дозволяє досягти температуру верхньої площини злитка у 2273, 2773 та 3273 К.

7. Досліджено характеристики температурного поля в умовах збільшення ступеня інтенсифікації процесу отримання монокристалів вольфраму при ПЗП та встановлено, що при рівні підігріву індукційного джерела енергії, при якому забезпечується температура площини нарощування 2273 К, 2773 К, 3273 К, можна 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.

8. Встановлено, що інтенсифікація процесу вирощування монокристалів вольфраму, незважаючи на необхідність збільшення потужності індукційного джерела енергії з метою підвищення статичної складової температурного поля злитка, призводить до зменшення витрат електромагнітної енергії в наслідок зменшення часу отримання злитка, що становить при швидкостях плазмового джерела 60, 160, 360 мм/хв та відповідно при температурі площини нарощування 2273 К, 2773 К, 3273 К дозволяє отримати економію витрат електроенергії при індукційному нагріві, що витрачається на другій стадії вирощування злитка по відношенню до базової технології на рівні 45, 55 та 77 % відповідно.

РОЗДІЛ 4

РОЗРОБКА ТЕХНОЛОГІЇ ВИРОЩУВАННЯ ПЛОСКИХ ТУГОПЛАВКИХ МОНОКРИСТАЛІВ ВОЛЬФРАМУ В УМОВАХ ПЛАЗМОВО-ІНДУКЦІЙНОЇ ЗОННОЇ ПЛАВКИ З ВИСОКИМИ ПОКАЗНИКАМИ ІНТЕНСИФІКАЦІЇ ПРОЦЕСУ

4.1 Технологія вирощування крупних плоских монокристалів вольфраму з високими показниками інтенсифікації процесу

4.1.1 Підготовка установки до процесу отримання монокристалів вольфраму

Як свідчить попередній досвід отримання монокристалів тугоплавких металів з метою забезпечення стабільності і тривалості процесу вирощування перед кожною плавкою були виконані роботи з проведення попередньо підготовчого етапу, що складався з підготовки робочого простору, в якому безпосередньо проводився процес отримання монокристалів та підготовки пруткового матеріалу, який витрачається.

З метою забезпечення умов в процесі плавки, при яких спостерігається низький рівень забруднюючих домішок в об'ємі камери, перед герметизацією її внутрішню поверхню знежирювали, очищували від возгонів попередньої плавки, а також проводили знежирювання мірного пруткового матеріалу технічним спиртом з послідуною їх установкою в бункер механізму подачі витратного матеріалу. Також на цьому етапі проводили ревізію плазмотрона, що полягала у заміні відпрацьованого катодного матеріалу.

На останньому етапі перед герметизацією камери проводили встановлення зародкового кристала. Цей етап має важливе значення, від якого залежить відповідність орієнтації отриманого кристала до заданої.

В якості зародкового кристала застосовувалися монокристалічні прутки вольфраму, які були отримані засобом електронно-променевої плавки діаметром 15...20 мм, поверхню якого також піддавали знежирюванню. Орієнтацію зародкового кристала попередньо виконували за допомогою зворотної рентгенівської зйомки за Лауе, яка давала можливість виведення площини з необхідним направленням росту. Зародковий кристал встановлювався на піддон співвісно індуктору з контролем проміжків між ним та холодною стінкою, які дорівнювали по 4-5 мм з кожної сторони одночасно забезпечуючи контроль горизонтального розташування площини нарощування.

Після чого плавильну камеру герметизували та проводили її вакуумування за допомогою форвакуумним насосом до тиску залишкових газів порядку 13-15 Па. Далі камеру двічі “промивають”, що полягає в заповнюванні камери газом аргоном після її вакуумування та з послідуєчим його відкачуванням. Це дозволяє отримати залишкові гази на один два порядки нижче без застосування дорогого вакуумного обладнання. На останньому підготовчому етапі остаточно проводили заповнення камери інертним газом аргоном з забезпеченням надлишкового тиску на рівні 0,02 МПа.

4.1.2 Технологічні режими вирощування

В результаті проведених досліджень з інтенсифікації процесу вирощування широкоформатних монокристалів вольфраму засобом ПЗП з використанням отриманих даних на натурній моделі (див. п.3.1-3.2), а також даних результатів отриманих за допомогою математичної моделі (п.3.3-3.6), з залучення розроблених методик (див. 2.3-2.6), були вивчені умови формування характеристик теплового поля при різних технологічних параметрах плазмового та індукційного джерела енергії, в результаті чого було отримано широкий ряд технологічних параметрів, які забезпечують умови

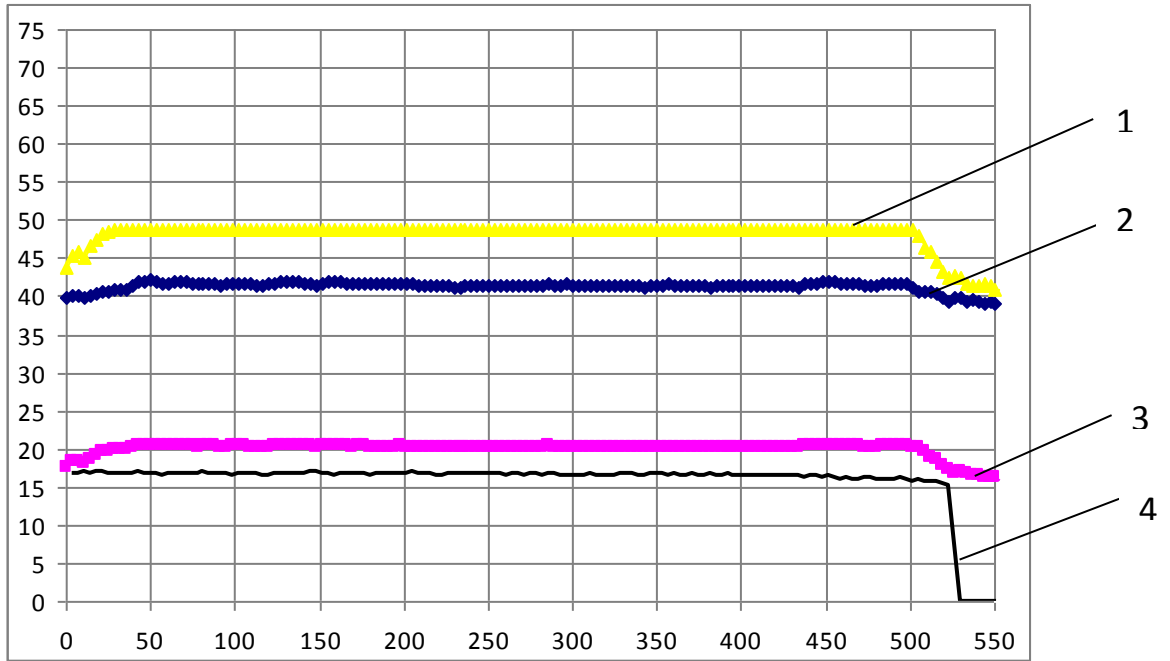
вирощування монокристалів вольфраму з різним ступенем інтенсифікації процесу з характеристиками теплового поля на рівні чи кращі за базову технологію.

Дослідження впливу характеристик теплового поля на характеристики монокристалічної структури є важливим, що практично підтверджує можливість отримання злитка з монокристалічною структурою. У зв'язку з певними технологічними обмеженнями існуючої установки, а також приймаючи до уваги вище наведене, дослідження інтенсифікації процесу на структурні особливості монокристала були виконані на натурних злитках при базовому індукційному підігріві та швидкістю плазмового джерела енергії, яка становила від 17 до 70 мм/хв, що перевищувало за інтенсифікацією процесу в порівнянні з базовим рівнем більш ніж у 4 рази у відповідності до розробленої методики (див. п. 2.4).

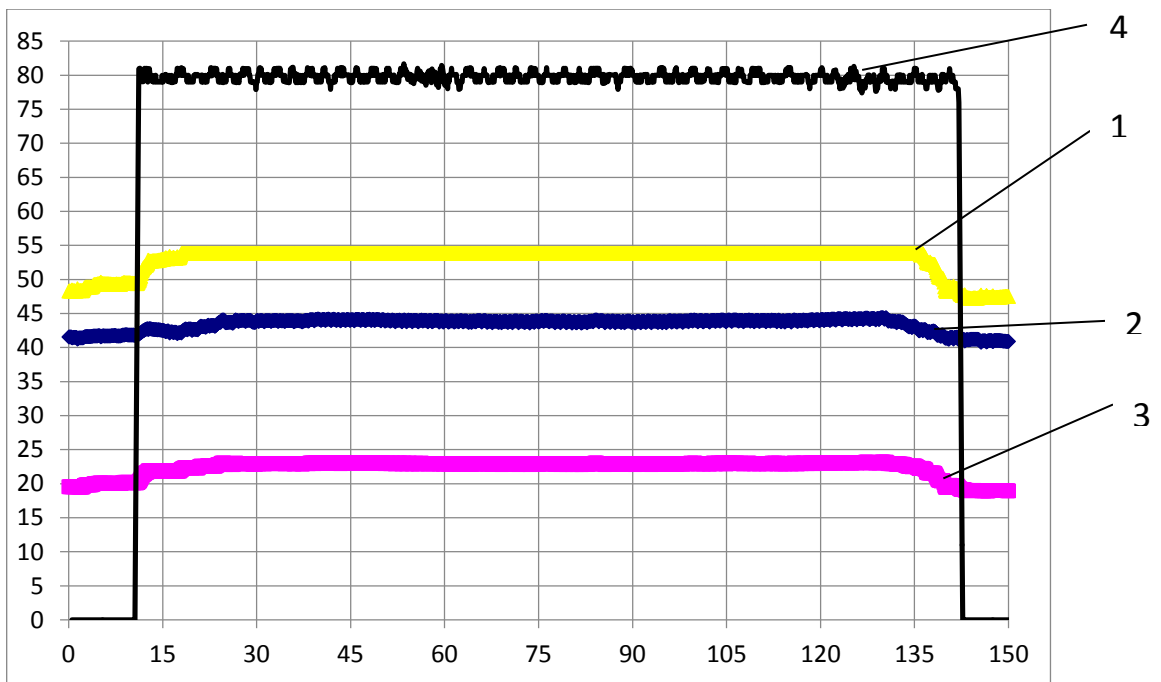
Як свідчать проведенні дослідження на математичній моделі (див. п. 3.4) зміна інтенсифікації процесу в такому діапазоні викликає незначне підвищення потужності плазмового джерела енергії, при чому такий основний показник нерівноважності процесу як температурний градієнт зростає приблизно з 160 до 220 К/мм, що повинно позначатися на характеристиках монокристалічної структури, тому виникає певний інтерес проведення досліджень в розрізі питання як зростання нерівноважності процесу впливає на структурні характеристики монокристала та чи можливо збереження монокристалічної структури злитка при підвищенні інтенсифікації процесу.

На рис. 4.1 показані основні технологічні характеристики плазмового джерела енергії, які отримані при вирощуванні монокристала вольфраму при швидкості плазмового джерела за базовою технологією 17 мм/хв та за інтенсифікованою технологією 70 мм/хв.

Крім розробленої реальної технології (Р.Т.), також запропоновані технологічні режими (Режим 1, 2, 3), які були отримані на базі розрахункових даних. У табл.4.1 наведено технологічні характеристики розробленої реальної технології і розрахункових режимів.



а.



б.

Рис. 4.1. Технологічні режими плазмового джерела енергії при русі з швидкістю 17 мм/хв та 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

Табл.4.1.

Технологічні параметри розробленої технології та розрахункові режими

Параметри	Р.Т.	Режим 1	Режим 2	Режим3
Потужність плазм. дуги (макс.), кВт	24	20	20	20
Потужність ВЧ – нагріву, кВт×год	110	183	416	709
Швидкість руху плазмотрона, мм/хв	70	60	160	360
Концентрація гелію в плазмоутворюючому газі Ar+He, об.%	70	70	70	70
Витрати плазмо-утворюючого газу, л/хв	17	17	17	17

4.1.3 Технологія вирощування

Після дотримання всіх умов стосовно підготовки матеріалів та установки до процесу вирощування монокристалів вольфраму починають процес який дозволяє забезпечити його тепловий стан.

Особливістю старту вирощування монокристалів в умовах ПЗП на першій стадії утворення теплового стану є попередній розігрів зародкового кристала в продовж 30 хв високочастотним полем індуктора при струмі в анодній цепі до 4 А і напругою на блоці контуру навантаження до 2 кВ при поступовому підвищенні потужності індукційного джерела енергії. Перед наведенням ванни рідкого металу на зародковому кристалі, потужність індукційного джерела нагріву виводять на оптимальний режим, що контролюється оптичним пірометром за рівнем температури на поверхні, по якій відбувається процес нарощування шару монокристала і яка дорівнює 1773 К.

Після чого плазмове джерело переміщують таким чином щоб його вісь зайняла крайнє положення по відношенню до зародкового кристала. В таких умовах при включенні плазмового джерела відбувається перехідний процес з високими температурними градієнтами, але завдяки розташуванні плазмового джерела на краю зародкового кристала не відбувається згинальних сил які

діють на зародковий кристал. Збудження плазмової дуги відбувається на мінімальному струмі який дорівнює 150...200 А. Наступним кроком забезпечують плавне збільшення електричного струму плазмової дуги до необхідного робочого рівня при стаціонарному положенні плазмового джерела 480...550 А. При досягненні стаціонарного теплового режиму, що контролюється за допомогою оптичного пірометра, починають переміщення плазмового джерела енергії вздовж зародкового кристала, одразу зменшуючи струм плазмової дуги до рівня 300...350 А.

Так як найбільші градієнти спостерігаються при перехідному процесі від моменту включення плазмового-дугового джерела до виходу на робочий режим, коли зміна температурного поля відбуватись тільки за рахунок зворотно-поступального переміщення плазмового нагріву формуючи циклічну зміну характеристик теплового поля, що залежать від координати і напрямки руху плазмового джерела, то з метою зниження його динамічного впливу, перші кілька термічних циклів проводять на малій швидкості з потужністю нагріву на рівні 50-60 % від робочої величини з поступовим збільшенням відповідних технологічних параметрів до робочого рівня. Така "м'яка" схема дозволяє вийти на робочі технологічні параметри, що забезпечить мінімальні термічні напруги на етапі прогріву верхньої зони зливка плазмовим джерелом. Така схема особливо затребувана при старті технологічного процесу від зародкового кристала, де при поперечних розмірах зародкового кристала 14-16 мм локальний перегрів зони може привести до деформації кристала під дією термічних напружень. Таким чином забезпечується прогрів зливка, при якому його температурне поле зміщуються в область робочих температур.

Після 2-3 проходів, що залежить від режиму "м'якої" схеми, відбувається досягнення робочих технологічних параметрів, при яких забезпечується наведення локальної металевої ванни, при струмі плазмового джерела 480...550 А, далі в активну зону плавлення подають прутковий матеріал, що витрачається, і надавши плазмовому джерелу зворотній рух, починають процес вирощування зливка. По мірі наплавлення шарів проводять процес

витягування злитка підтримуючи межі ванни рідкого металу на постійному рівні, тим самим забезпечуючи стабільність геометричних розмірів злитка по товщині від шару к шару.

При досягненні необхідної висоти монокристалічного злитка струм дуги знижують, переміщення плазмового джерела відбувається без підживлення прутковим матеріалом рідкої металевої ванни. За декілька проходів (2-4 проходи) в зворотно-поступовому режимі досягається низький рівень електричного струму плазмового джерела, після чого плазмове джерело переміщується в крайнє положення, де остаточно виконують поступове зменшення електричного струму та його відключення.

З моменту відключення плазмового джерела відбувається підтримання потужності індукційного джерела енергії на робочому рівні до того часу поки “накопичена” енергія від плазмового джерела не розсіється, що контролюється оптичним пірметром до моменту досягнення стаціонарної температури верхньої поверхні злитка. На останньому етапі відбувається поступове зменшення потужності індукційного джерела енергії до мінімального рівня та його відключення. Деякий час злиток охолоджується до кімнатної температури без дії на нього теплових джерел. Після чого камера вакуумується, заповнюється повітрям та відбувається витягування отриманого монокристалічного злитка. В результаті чого були отримані монокристалічні злитки рис. 4.2 (див.п.2.4).

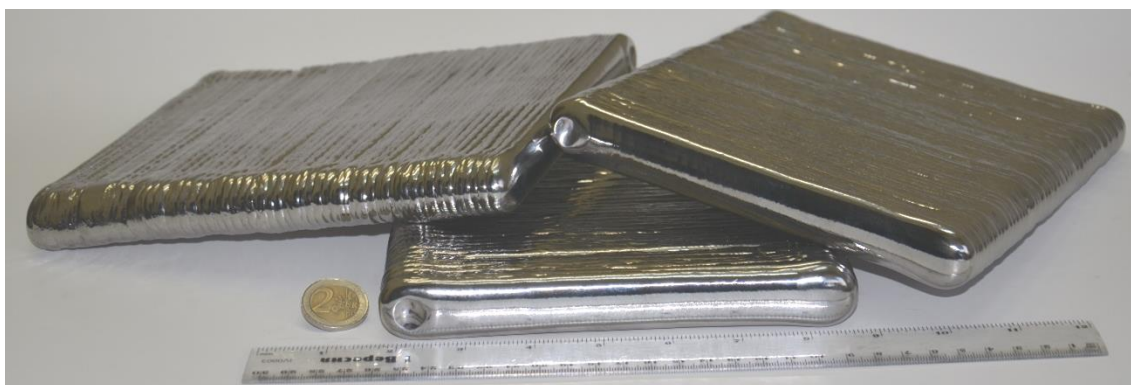


Рис. 4.2. Монокристалічні вольфрамові злитки, отримані за технологією з високими показниками інтенсифікації процесу

4.2 Структурна досконалість монокристалів вольфраму отриманих за інтенсифікованою технологією

Приймаючи до уваги, що на сьогодні не існує інформації про вплив інтенсифікації на структуру тугоплавких монокристалів при вирощуванні їх в умовах ПЗП і як слідство на властивості отриманих злитків. Тому в даній роботі було проведено металографічні дослідження на прикладі монокристалів вольфраму, отриманих за розробленою технологією з метою дослідження структурної досконалості вольфраму [105].

Для дослідження були отримані експериментальні монокристали у відповідності до розробленої методики дослідження впливу інтенсифікації процесу на структурну досконалість вольфраму п.2.4. та режимами наплавлення табл. 2.4. за технологією п. 4.1.3, з яких були виготовлені зразки для подальшого вивчення структурної досконалості (рис.4.3).

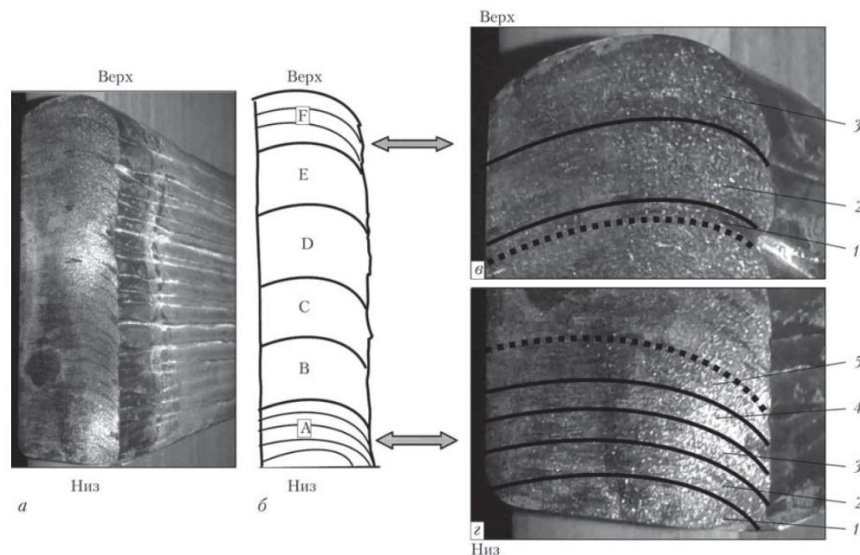


Рис. 4.3. Загальний вигляд монокристалічного вольфрамового злитка (а), його схематичне зображення в поперечному перерізі з зазначенням режимів (А-Ф)-вирощування (б) і мікроструктура злитка на різних режимах: в - $V = 17\text{мм/хв}$; г - $V = 46\text{мм/хв}$; д - $V = 70\text{мм/хв}$ із зазначенням шарів (1-5)

При дослідженні структури поперечного перетину монокристалла вольфраму орієнтованого за площиною (110) засобами металографічного аналізу було встановлено що товщина шарів, що нарощується становить 2...3 мм. Структура шарів однорідна, дефектів та пор не виявлено. Ямки травлення, які утворилися на поверхні мають однакову огранку по всій висоті монокристалічного злитка, що свідчить о ідентичності кристалографічної орієнтації (рис.4.4).

При дослідженні мікротвердості було встановлено, що при переході від мінімальної швидкості вирощування ($V_{\min}=17$ мм/хв) до середньої ($V_{\min}=46$ мм/хв) і максимальній ($V_{\min}=70$ мм/хв) спостерігається її зменшення (у середньому на 4-6 %) мікротвердість ($HV_{0.5}$) металу від 4290...4400 до 4110...4220 і 4010...4200 відповідно.

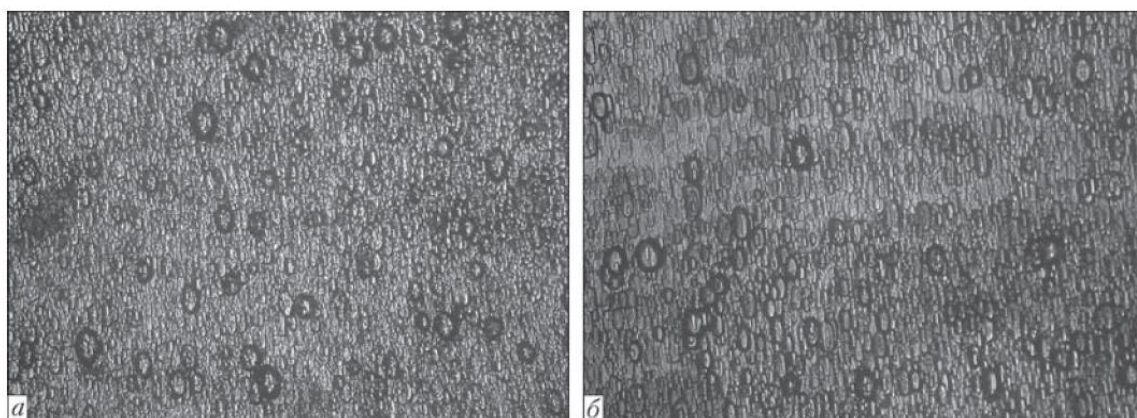


Рис. 4.4. Мікроструктура (x100) поперечного перетину монокристалічного злитка вольфраму, отриманого при різному ступені інтенсифікації плазмово-індукційного процесу, мм/хв: а-17; б-70

Дослідження субструктури, при різному ступені інтенсифікації процесу, в поперечному перетині при її спостереженні від мінімальної швидкості вирощування до максимальної можна відмітити незначне її подрібнення у середньому в 1,3 рази. Так при швидкості 17 мм/хв розмір субзерен дорівнює

20...32 мкм, а при швидкостях 46 та 70 мм/хв їх розмір дорівнює 18...25 та 15...25 мкм відповідно (рис. 4.5).

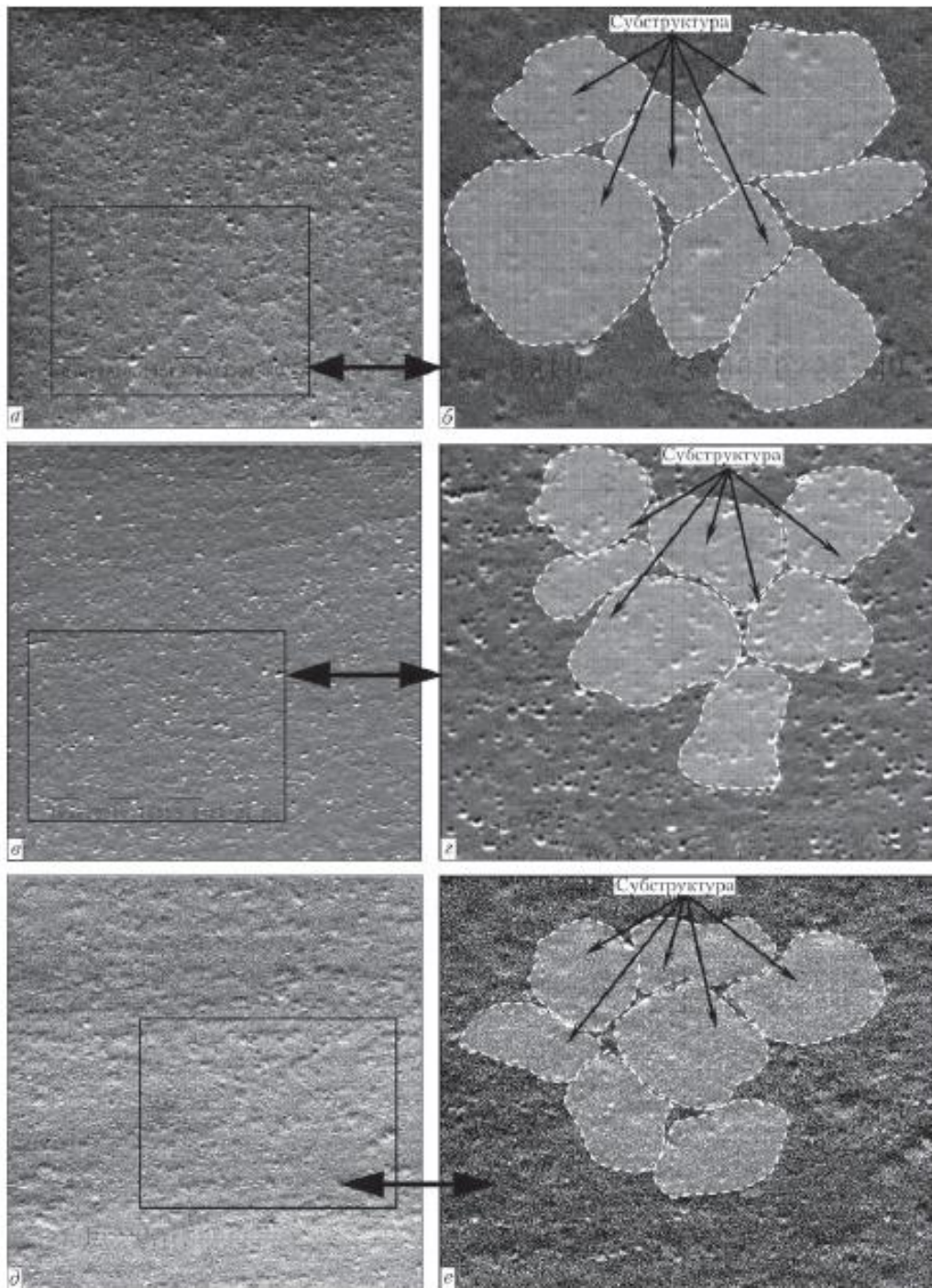


Рис. 4.5. Мікроструктура (РЕМ) поперечного перетину монокристалічного злитка вольфраму, отриманого при різному ступені інтенсифікації процесу ПЗП, мм/хв: а, б - 17; в, г - 46; д, е - 70. Пунктирними лініями (б, г, е) схематично позначені межі субзерен (а, в, д - $\times 1050$; б, г, е - $\times 2100$ рази)

Дані дислокаційної картини були отримані при дослідженні тонкої структури на просвіт при збільшенні роздільної здатності понад $\times 25000$, що дозволяло спостерігати окремі дислокації.

При дослідженні поперечної зони яка була отримана при швидкості 17 мм/хв в об'ємі монокристала спостерігалася рівномірний розподіл дислокацій. Щільність дислокацій становила $(4...6)\times 10^7 \text{ см}^{-2}$. Було виявлено існування зон з зафіксованим мінімальним розподілом дислокацій $(2...4)\times 10^6 \text{ см}^{-2}$ та максимальним до $(2...3)\times 10^8 \text{ см}^{-2}$ (табл. 4.2). При цьому спостерігається різниця в характері дислокаційної структури.

Табл.4.2.

Параметри дислокаційної структури при різному ступені інтенсифікації процесу

Швидкість вирощування, мм/хв	Структурна зона	$\rho_{\min}, \text{ см}^{-2}$	$\rho_{\max}, \text{ см}^{-2}$
17	Об'єм металу	$(2...4)\times 10^6$	$(2...3)\times 10^8$
	Межа субзерен	$(2...4)\times 10^8$	10^9
46	Об'єм металу	$(1...2)\times 10^8$	$(1...2)\times 10^8$
	Межа субзерен	$(3...5)\times 10^8$	$(5...7)\times 10^8$
70	Об'єм металу	$(2...3)\times 10^8$	$(2...3)\times 10^8$
	Межа субзерен	$(4...6)\times 10^8$	$(6...8)\times 10^8$

При дослідженні поперечної зони, яка була отримана при середній швидкості вирощування 46 мм/хв та максимальній швидкості 70 мм/хв, спостерігався більш рівномірний розподіл дислокацій в об'ємі монокристала без різких градієнтів та складав $(1...2)\times 10^8 \text{ см}^{-2}$ та $(2...3)\times 10^8 \text{ см}^{-2}$ відповідно. Характер дислокаційної картини однорідний. Субструктура має чіткі субграниці з однорідною дислокаційною структурою, без градієнтів по щільності дислокації, а також їх відсутність між внутрішніми об'ємами субзерен та між субзеренними межами.

Для дослідження структурної досконалості монокристалічного злитка, отриманого на різних режимах вирощування, також було приділено увагу вивченню питання стосовно зміни кута розорієнтації субзерен в залежності від ступеня інтенсифікації процесу. Такі дослідження були виконані способом дифракційної мікроскопії на просвіт з послідуєчим розрахунком отриманих дифракційних картин (мікроелектронограмм) від сусідніх субзерен.

Як показали дослідження кута розорієнтації субзерен за дифракційними картинами (табл. 4.3), що при мінімальній швидкості яка дорівнює 17 мм/хв його значення становлять в межах 0,294...0,920 град, при цьому при максимальній спостерігається його збільшення до 1,923 град., але це значення не перевищує граничне допустиме для металевих монокристалів, яке становить 5 град [86].

Табл.4.3.

Параметри розорієнтації субзерен при різному ступені інтенсифікації процесу

Швидкість вирощування, мм/хв	Розорієнтація Θ , град
17	0,294...0,920
46	0,211...0,855
70	0,495...1,923

Для підтвердження того факту, що отримані монокристали є суцільним монокристалічним тілом були взяті висновки роботи Шаповалова В.О. [156], де виконані дослідження та показано, що широкоформатні пластини монокристала вольфраму та молібдену є суцільним монокристалічним тілом в тому випадку, якщо при дослідженні засобом рентгенівського дифракційного аналізу за значною вибіркою розорієнтації субзеренної структури в об'ємі злитка за максимальним значенням не перевищує 5 град. Тому з метою підтвердження цього факту були проведенні дослідження за допомогою зворотної рентгенівської зйомки за Лаує дані якої свідчать що монокристалічність злитка зберігається по всій його висоті (рис.4.6).

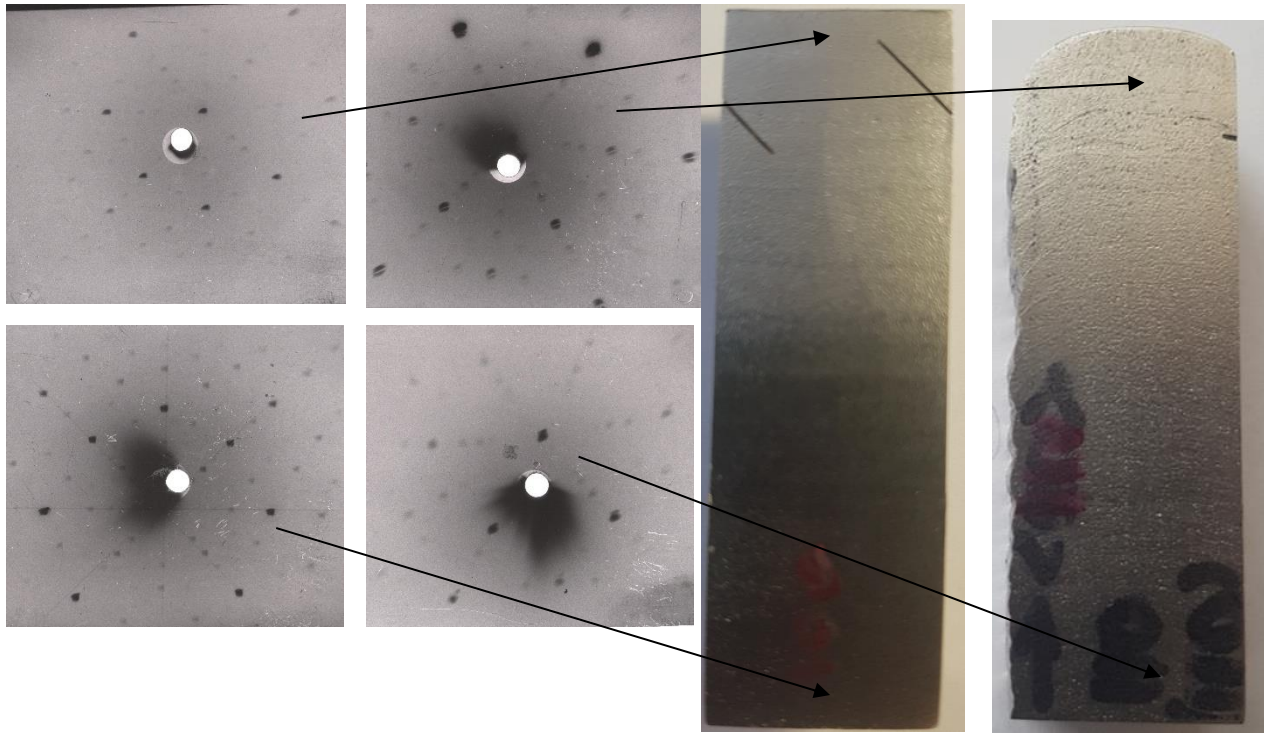


Рис. 4.6. Контроль якості крупних широкоформатних пластин монокристалів вольфраму

4.3 Техніко-економічні показники інтенсифікації процесу вирощування

При розрахунку техніко-економічні показники процесу вирощування монокристалічного злитка виходили з того що основним показником є витрати електроенергії, які впливають на собівартість монокристалічних злитків.

Розрахунку загальних витрат електроенергії технологічного циклу отримували із суми їх витрат на кожній стадії технологічного процесу. На першій стадії, яка відповідає стадії попереднього розігріву злитка до робочої температури, виробляють поступове збільшення потужності індукційного нагріву і виходу на робочий температурний діапазон. При цьому необхідна потужність витрат електроенергії може бути розрахована за наступною формулою:

$$P_I = \frac{1}{2} P_{\text{ген.}} \times t_I = \frac{1}{2} P_{\text{інд.}} \times t_I / \eta_{\text{нагр.}} \approx \frac{1}{2} P_{\text{інд.}} (\Delta T_{\text{нагр.}} / V_{\text{нагр.}}) / (\eta_T \times \eta_{\text{інд.}}), \text{ кВт} \times \text{год}$$

де $P_{\text{ген.}}$ – робоча потужність високочастотного генератора (кВт), $P_{\text{інд.}}$ – робоча потужність індуктора (кВт), t_I – витрати часу для досягнення робочого

режиму при нагріві (год), $\Delta T_{\text{нагр.}} \approx T_{\text{роб.}}$ – різниця температур при нагріві, що приблизно дорівнює робочій температурі зливка ($^{\circ}\text{C}$), $V_{\text{нагр.}}$ – швидкість нагріву ($^{\circ}\text{C}/\text{год}$), $\eta_{\text{нагр.}} = \eta_{\text{т}} * \eta_{\text{інд.}}$ – загальний ККД індукційного нагріву, $\eta_{\text{т}} \approx 0,68$ – ККД трансформації електричної енергії до індукційного вузла, $\eta_{\text{інд.}} \approx 0,26$ – ККД індукційного вузла.

На другій стадії забезпечується нарощування шарів монокристалів, тривалість якої залежить від масової швидкості плавки і маси одержуваного монокристала і розраховується за формулою:

$$P_{\text{II}} = (P_{\text{ген.}} + P_{\text{плазм.}}) \times t_{\text{II}} \approx (P_{\text{інд.}}/\eta_{\text{нагр.}} + P_{\text{плазм.}}) \times \\ \times \left(\frac{M_{\text{злит.}}}{V_{\text{мас.1}} * K_1 + V_{\text{мас.2}} * K_2} \right), \text{кВт} * \text{год}$$

де $P_{\text{плазм.}}$ – середня потужність плазмового нагріву за термічний цикл (кВт), t_{II} – витрачається час на вирощування монокристалів (год.), $M_{\text{злит.}}$ – маса зливка, що вирощується (кг), $V_{\text{мас.1}}$, $V_{\text{мас.2}}$ – масова швидкість наплавлення при переміщенні плазмового джерела нагріву і масова швидкість наплавлення в кінцевих зонах (кг/год), K_1 , K_2 – коефіцієнти що визначають відносну частку зливка, який наплавляється при $V_{\text{мас.1}}$ і $V_{\text{мас.2}}$ відповідно.

При розрахунку масової швидкості наплавлення $V_{\text{мас.1}}$ виходили з того, що при технологічному процесі пруток по відношенню до плазмового джерела нагріву стаціонарний, тому масову швидкість можна розрахувати за такою формулою:

$$V_{\text{мас.1}} = \pi \times \frac{D^2}{4} \times V_{\text{плазм.}} \times \rho, \text{кг/год}$$

де D – діаметр прутка (при розрахунках 8 мм), (м); $V_{\text{плазм.}}$ – швидкість переміщення плазмового джерела, (м/год); ρ – щільність вольфраму ($\text{кг}/\text{м}^3$).

Масова швидкість наплавлення $V_{\text{мас.2}}$ була отримана експериментальним шляхом на основі аналізу часу, який необхідно витратити для отримання зливка і було встановлено, що в процесі наплавлення крайових зон, коли плазмотрон залишається стаціонарним, а пруток подається в зону плавлення, процес забезпечується при швидкості наплавлення 0,2 кг/час, при цьому об'єм зливка, який отримують таким чином становить 15-20 % від загальної маси (при розрахунках $K_1=0,8$, $K_2=0,2$).

На третій стадії відбувається охолодження монокристала і поступове зниження потужності індукційного нагріву, що забезпечує зниження температури монокристалу до кімнатної, після відключення плазмового джерела нагріву забезпечується тимчасова витримка, для розсіювання теплової енергії, яка була акумульована злитком при плазмовому нагріванні. Загальні витрати електроенергії на третій стадії розраховуються за формулою:

$$P_{III} = P_{ген.} \times t_{III1} + \frac{1}{2} P_{ген.} \times t_{III2} \approx P_{інд.}/\eta_{нагр.} \times t_{III1} + \frac{1}{2} P_{інд.}/\eta_{нагр.} \times (\Delta T_{охол.}/V_{охол.}), \text{ кВт}\times\text{год}$$

де t_{III1} – витрати часу, при якому забезпечується розсіювання потужності від плазмового джерела нагріву при постійній потужності індукційного нагріву (в розрахунках приймалося $t_{III1} = 10$ хв.) (год), t_{III2} – витрати часу, при якому забезпечується зниження потужності індуктора при охолодженні (год), $\Delta T_{охол.} \approx T_{роб.}$ – різниця температури при охолодженні злитка, що наближено дорівнює робочій температурі злитка ($^{\circ}\text{C}$), $V_{охол.}$ – швидкість охолодження злитка ($^{\circ}\text{C}/\text{год}$).

Потужність індуктора, яка приведена в таблиці 4.4. була отримана для швидкості 17 мм/хв експериментальним шляхом, а для швидкостей, які становлять 60, 160, 360 мм/хв, потужність індуктора розраховувалася за допомогою математичної моделі (табл.3.1.) Після чого була перерахована щодо потужності, споживаної з мережі з урахуванням $\eta_{нагр.}$.

Загальні витрати при індукційному нагріві, які віднесені на кілограм злитка ($P_{заг.інд.}$, кВт \times год/кг), загальні сумарні витрати електроенергії індукційного та плазмового нагріві, які віднесені на кілограм злитка ($P_{заг.елект.}$, кВт \times год/кг) та загальна економія електроенергії, яка віднесена до базової технології (E, %) розраховувалися за наступними формулами:

$$P_{заг.інд.} = (P_I + P_{II} + P_{III})/M_{злит.}, \text{ кВт}\times\text{год}/\text{кг}$$

$$P_{заг.елект.} = (P_I + P_{II} + P_{III} + P_{плазм.})/M_{злит.}, \text{ кВт}\times\text{год}/\text{кг}$$

$$E = \left(1 - \frac{P_{заг.елект.}^i}{P_{заг.елект.}^{17}}\right) * 100, \%$$

Табл.4.4.

Дані економічного розрахунку процесу ПЗП при вирощуванні монокристалу вольфраму

Швидкість переміщення плазмотрону ($V_{\text{плазм.}}$), мм/хв.															
Робоча температура злитка (Троб.), °С															
Рекомендована маса злитка (Мзлит.), кг															
Час витрачений для вирощування злитка ($t_{\text{п}}$), год															
Робоча потужність височастотного генератору ($P_{\text{ген}} = P_{\text{інд.}}/\eta_{\text{нагр.}}$), кВт															
Швидкість нагріву та охолодження ($V_{\text{нагр.}}$, $V_{\text{охол.}}$), °С/хв.															
Витрати часу для нагріву та охолодження (t_1 , $t_{\text{п2}}$), хв.															
Витрати електроенергії на індукційний нагрів першої стадії (P_1), кВт*год															
Витрати електроенергії на індукційний нагрів другої стадії (P_2), кВт*год															
Витрати електроенергії на індукційний нагрів третьої стадії (P_3), кВт*год															
Потужність плазмового нагріву ($P_{\text{плазм.}}$), кВт															
Загальні витрати на плазмовий нагрів, кВт*год															
Загальні витрати при індукційному нагріві, які віднесені на кілограм злитка, кВт*год/кг															
Загальні витрати електроенергії індукційного та плазмового нагріві, які віднесені на кілограм злитка, кВт*год/кг															
Загальна максимальна економія електроенергії, яка віднесена до базової технології (Емак.), %															
Загальна економія електроенергії при рекомендованій масі злитка, яка віднесена до базової технології (Е), %															
Технологічні параметри базової технології															
17	1500	14	16,88	110	50	30	27,5	1856,4	27,5	20	337,5	136,5	160,6	0,0	0,0
Технологічні параметри реальної технології, з вищими температурними градієнтами відносно базової технології															
70	1500	14	4,25	110	50	30	27,5	467,9	27,5	24	102,1	37,4	44,6	74,6	72,2
Технологічні параметри розрахункових режимів, що забезпечують температури градієнти на рівні базової технології															
60	2000	14	4,95	183	50	40	61,0	906,4	61,0	20	99,1	73,5	80,5	55,2	50,0
160	2500	30	4,02	416	50	50	173,3	1670,4	173,3	20	80,3	67,2	69,9	63,5	56,5
360	3000	55	3,28	709	50	60	354,5	2326,6	354,5	20	65,6	55,2	56,4	72,5	64,9

де $P_{\text{заг.елект.}}^{17}$ - загальні витрати електроенергії $P_{\text{заг.елект.}}$ при базовій технології при швидкості 17мм/хв., $P_{\text{заг.елект.}}^i$ - загальні витрати електроенергії $P_{\text{заг.елект.}}$ при i що дорівнює швидкості 70, 60, 160, 360 мм/хв.

При аналізі даних, які були отримані за наведеними швидкістними режимами було встановлено, що при отриманні злитка масою 14 кг з підвищенням швидкості зростають витрати електроенергії на підготовчі технологічні режими (P_I, P_{III}) відносно режиму при якому відбувається нарощування злитку (P_{II}), таким чином співвідношення витрат корисної електроенергії до витрати електроенергії на підготовчі технологічні режими зменшується $P_{II}/(P_I + P_{III})$, що впливає на економічну ефективність процесу. Для підвищення економічної ефективності процесу треба збільшити час стадії (P_{II}), що пов'язано з необхідністю отримувати монокристалевий злиток більшою масою. Тому були отримані розрахунки залежності загальної економії електроенергії (E) в залежності від маси отриманого монокристалу, що приведені на рис. 4.7.

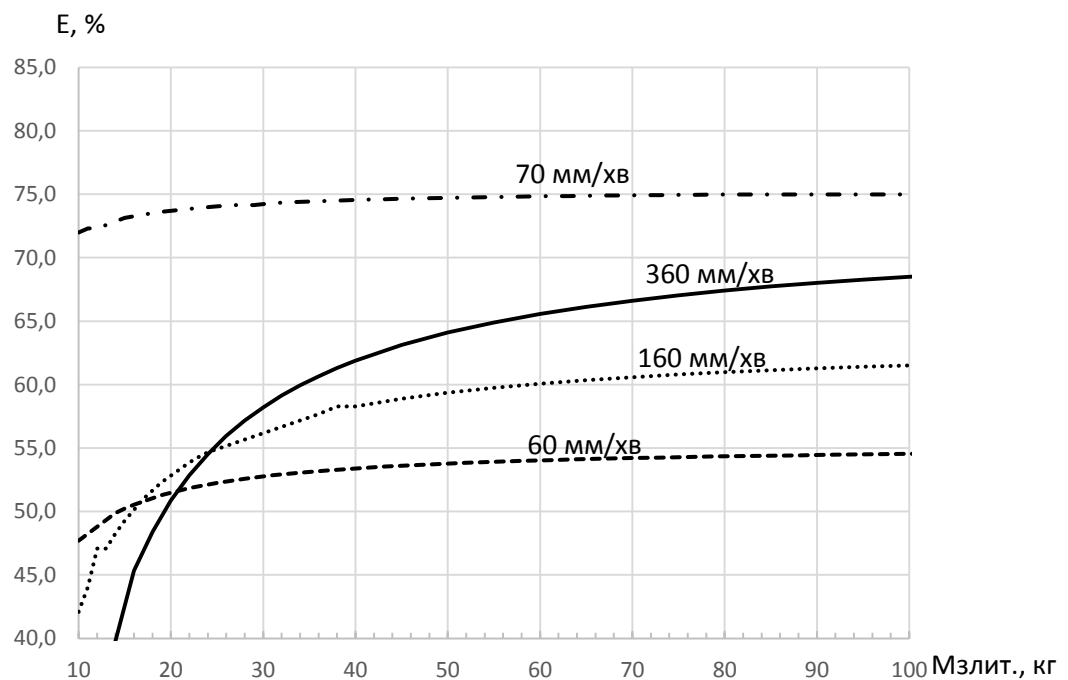


Рис.4.7 Загальна економія електроенергії в залежності від маси злитка відносно базової технології

Виходячи з наведених залежностей загальної економії електроенергії (E) від маси злитка, яка віднесена до базової технології, спостерігається її зростання на значному інтервалі маси злитка, то для практичних цілей виходили з визначення кінцевої маси злитка, яка приймалася при загальній економії електроенергії на рівні $E = 0,9 * E_{\text{мак.}}$, де $E_{\text{мак.}}$ значення межі кожної з функції. Таким чином були отримані рекомендовані мінімальні маси злитків для кожного швидкісного режиму, що забезпечують високу економію електроенергії на рівні 90 % від максимальної. Та при рекомендованій масі злитка, що становить 14, 30, 55 кг для швидкісних режимів 60, 160, 360 мм/хв забезпечує відповідно економію електроенергії на рівні 50, 57, 66 % від базової технології. Як свідчать отримані дані, що при необхідності отримувати більші за розміром монокристали вигідніше застосовувати режими з високими швидкостями нарощування.

Висновки

1. Досліджено структурну досконалість крупного профільованого монокристала вольфраму отриманого при різному ступені інтенсифікації процесу, та показано що при всіх швидкостях які були застосовані при вирощуванні монокристала вольфраму злиток представляє собою монокристалічне тіло з кристалографічною орієнтацією яка відповідає орієнтації зародкового кристала.

2. Встановлено, що при переході від мінімальної швидкості ($V_{\text{min}}=17$ мм/хв) до максимальної швидкості ($V_{\text{max}}=70$ мм/хв) вирощування, структура по всій висоті злитка однорідна з збереженням кристалографічної орієнтації.

3. Показано, що з зростанням ступеня інтенсифікації процесу вирощування до максимальної швидкості (70мм/хв), відбувається подрібнення субструктури при рівномірному (безградієнтному) розподілу щільності

дислокаційної картини, що дозволяє отримувати монокристали вольфраму з монокристалічною структурою із забезпеченням розорієнтації малокутових меж значно меншою в порівнянні з граничним значенням, яке становить 3 град.

ЗАГАЛЬНІ 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 металевої 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 металевої 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 металевої ванни, і установлено, 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 ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Ажажа В. М., Ковтун Г. П., Тихинский Г. Ф. Получение и металлофизика особо чистых металлов. *Металлофизика и новейшие технологии*. Киев. 2000. т.22. № 2. С.21–35.
2. Багдасаров Х. С. Высокотемпературная кристаллизация из расплава (тепло- и массоперенос). М.: Физматлит, 2004. 160 с.
3. Багдасаров Х. С., Горяинов Л. А. Тепло- и массоперенос при выращивании монокристаллов направленной кристаллизацией. Москва: Физматлит, 2007. 223 с.
4. Багмут А. Г., Косевич В. М. Несовершенства кристаллических решеток. Сборник задач с подробными решениями. Х.: Підручник НТУ «ХП», 2015. 72 с.
5. Бауэр В. Х., Филд В. Г. Метод Вернейля. / Теория и практика выращивания монокристаллов. М.: Металлургия, 1968. С. 471–485.
6. Бдикин И. К., Божко С. И., Семенов В. Н. и др. Наблюдение аномального прохождения рентгеновских лучей в монокристаллах вольфрама. Письма в ЖТФ. 1999. вып. 23. С. 16–21.
7. Беннет К. О., Майерс Дж. Е. Гидродинамика, теплообмен и массообмен. М.: Недра, 1966. 726 с.
8. Бережной Д.В., Секаева Л.Р. Вопросы термодинамики в механике деформируемого твердого тела. Часть 1.: Основные положения механики сплошных сред. Учебное пособие. В 2-частях. - Казань: Казанский университет, 2012. - 51 с.
9. Берковский Б.М., Ноготов Е.Ф. Разностные методы исследования задач теплообмена. Минск: Наука и техника, 1976. 141 с.
10. Бессонов Л. А. Теоретические основы электротехники. Электромагнитное поле. Учебник для электротехн., энерг., приборостроит., спец. вузов-8-е изд., перераб. М: Высш. шк., 1986. 263 с.
11. Блецкан Д. И., Братусь В. Я., Лукьянчук А. Р. и др. Определение остаточных примесей в монокристаллах сапфира методами электронного парамагнитного резонанса и ядерно-активационного анализа. Письма в ЖТФ. 2008. вып. 14. С. 54–60.
12. Боголюбов Н.В., Михин И.В., Родионов В.В., Роот Е.А. Изделия из молибдена и вольфрама для производства монокристаллов лейкосапфира.

[Электронный ресурс], ОАО «ПОЛЕМА», Тула, Россия, Режим доступа: <http://www.polema.net/press/izdelija-iz-molibdena.html>, свободный. — Загл. с экрана.

13. Бондаренко В. П., Андреев И. В., Тарасенко Л. Г. Перспективи створення високоефективних матеріалів для захисту обернених до плазми деталей термоядерного реактора (огляд). Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. — К.: ИНМ ім. В.М. Бакуля НАН України, 2013. Вип. 16. С. 422-426.

14. Будаев В.П. Результаты испытаний вольфрамовых мишеней дивертора при мощных плазменно-тепловых нагрузках, ожидаемых в ИТЭР и токамаках реакторного масштаба (обзор). ВАНТ. Сер: "Термоядерный синтез". 2015. Т.38. Вып.4. С. 5-33.

15. Бурханов Г. С., Кузмищев В. А. Плющева С. В. и др. Получение монокристаллов высокой чистоты. *Высокочистые вещества*. 1995. №1. С.18-21.

16. Бурханов Г. С., Шишин В. М., Кузьмищев В. А., Сергеев Н. Н., Шнырёв Г. Д. Плазменное выращивание тугоплавких монокристаллов. М.: Металлургия, 1981. 200 с.

17. Ван-Бюрен Х. Г. Дефекты в кристаллах. М.: Иностранная литература, 1962. 610 с.

18. Веников В.А. Применение теории подобия и физического моделирования в электротехнике. М.: ГЭИ, 1949. 196 с.

19. Веников В.А., Веников Г.В. Теория подобия и моделирование. М.:Высшая школа, 1984. 440 с.

20. Вержбицкий В.М. Основы численных методов. М.: Высшая школа, 2002. 840 с.

21. Вигдорович В. Н. Зонная плавка. Под ред. В. Н. Вигдоровича: Сб. науч. тр. – М.: Мир, 1970. – 366 с.

22. Воронин А. В., Судьенков Ю. В., Семенов Б. Н. и др. Деградация вольфрама в результате воздействия плазменной струи. *Журнал технической физики*. 2014. вып. 7. С. 36–43.

23. Гладков А. С., Амосов В. М., Копецкий Ч. В. и др. Металлы и сплавы для электровакуумных приборов. М.: Энергия, 1969. 600 с.

24. Глебовский В. Г., Семенов В. Н., Ломейко В. В. Влияние условий кристаллизации на структурное совершенство монокристаллов вольфрама. *Высокочистые и монокристаллические металлические материалы.* / Под ред. А.И. Манохина. М.: Наука, 1987. С. 38-42.
25. Глебовский В. Г., Семенов В. Н., Ломейко В. В. Влияние условий кристаллизации на структурное совершенство монокристаллов Мо и W. ФММ. 1988. Т.65. №4 С.784-789.
26. Глебовский В.Г. Исследование процессов получения и особенностей свойств высокочистого вольфрама. Серія фізична: “Ядра, частинки, поля”. Вісник Харківського університету. №845 Вип.1(41). 2009. С.67-70.
27. **Гниздыло А. Н.** Перспективы и совершенствование плазменно-индукционной технологии выращивания монокристаллов тугоплавких металлов. *Современная электрометаллургия.* 2015. №3. С.16-22.
28. **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.
29. **Гниздыло А.Н.** 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 электрометаллургия.* – 2018. – № 1.– С. 28–36.
30. **Гниздыло А.Н., Якуша В.В.** Влияние состава плазмообразующего газа на формирование металлической ванны при выращивании монокристаллов вольфрама. Збірка тезисів III Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів „Зварювання та суміжні технології”.– Киев. - 2005. – с. 75-77.
31. Голубчиков Л.Г., Курбатов Д.К. Материаловедческие задачи реактора ИТСР. Вопросы атомной науки и техники. Серия: “Термоядерный синтез”. №2. 2004. С.80-94.
32. Гонтарева Р. Г., Жолудь В. В., Засимчук Е. Э. и др. Масштабные уровни структуры в крупных профилированных монокристаллах вольфрама, полученных плазменным нагревом. *Металлофизика и новейшие технологии.* 1994. №1. С. 43–49.

33. Гранкин С. С., Свердлов В. Я. Исследование градиента температуры на фронте кристаллизации монокристаллов Ni-W-сплавов. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (17). 2008. № 1. С. 162 – 165.
34. Гуртов В. А., Осауленко Р. Н. Физика твердого тела для инженеров. Учебное пособие. М.: Техносфера, 2007. 520 с.
35. Гусева М. И., Гуреев В. М., Домантовский А. Г. и др. Исследование эрозии поверхности различных сортов вольфрама и морфологии продуктов их эрозии в имитационных экспериментах по срывам плазмы. *Журнал технической физики*. 2002. №7. С. 48–51.
36. Даценко О. А., Кондрик А. И. Перспективы использования вольфрама в термоядерных установках. Вісн. Харк. нац. ун-ту. Сер. фіз. "Ядра, частинки, поля". 2010. № 899, вип. 2. С. 4-13.
37. Девярых Г. Г., Бурханов Г. С. Высокочистые тугоплавкие и редкие металлы. М.: Наука, 1993. 224 с.
38. Девярых Г. Г., Бурханов Ю. С., Бурханов Г. С. Получение высокочистых монокристаллов тугоплавких металлов твердофазными методами с использованием жидкой фазы. *Высокочистые вещества*. №3. 1992. С. 10-17.
39. Девярых Г. Г., Бурханов Г. С. Высокочистые тугоплавкие и редкие металлы. М.: Наука, 1993. - 223 с.
40. Дехтяр А. И., Кобяков В. П. Жаропрочность монокристаллических вольфрамовых электродов термоэмиссионных преобразователей. *Атомная энергия*. 1995. т.79. № 1. С. 13-18.
41. Долиненко В. В., Шаповалов Е. В., Коляда В. А., Гнатушенко А. В., Якуша В. В. Уточнение инерционных свойств термопар, применяемых при исследованиях металлургических и сварочных процессов. Современная электротехнология. 2012. №4. С. 33–36.
42. Дриц М. Е. (ред.) Свойства элементов. Справочник. М.: Металлургия, 1985 - 672 стр.
43. Елманов Г. Н., Залужный А. Г., Скрытый В. И. и др. Физическое материаловедение. Физика твердого тела. Учебник для вузов. В 6 т. Том 1. М.: МИФИ, 2007. 636 с.
44. Есин В. О., Белова Н. В. Особенности субструктуры монокристаллов ниобия, обусловленные неоднородностью кривизны поверхности фронта

кристаллизации. *Металлические монокристаллы. Получение и исследование свойств*. М.: Наука. 1976. С. 45-51.

45. Есин В. О., Ушкова Т. В. Макромозаичная субструктура монокристаллов молибдена, вольфрама, тантала, полученных методом бестигельной электроннолучевой зонной плавки. Рост и несовершенства металлических кристаллов. Киев: Наукова думка, 1986. С. 278-289.

46. Жадкевич М. Л., Шаповалов В. А., Шейко И. В. и др. Исследование технологических параметров плазменно-индукционной выплавки монокристаллов тугоплавких металлов. *Проблемы специальной металлургии*. Киев. 2001. № 4. С. 27–31.

47. 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.

48. Жуков Н.П., Майникова Н.Ф., Никулин С.С., Антонов О.А. Решение задач теплопроводности методом конечных элементов: учеб. пособие. Тамбов: Изд-во ТГТУ, 2014. 80 с.

49. Задиранов А. Н. Теоретические основы кристаллизации металлов и сплавов. МГИУ, 2008. 193 с.

50. Заков Б. М., Зыкова В. Н., Лебедев В. Н. и др. Состав примесей и очистка цилиндрической поверхности газофазного монокристаллического вольфрама. *Журнал технической физики*. 2002. вып. 6. С. 90–100.

51. Закономерности улучшения структуры и свойств слитков и деформированных полуфабрикатов из магниевых сплавов при применении ультразвуковой обработки расплава в процессе кристаллизации. / *Магниевые сплавы*. М.: Наука, 1978. С.136-140.

52. Залужный А.Г. Дислокации в кристаллах их движение и упругие свойства. М.: МИФИ, 1990. 92 с.

53. Засимчук И. К. Монокристаллы металлов. *Неорганическое материаловедение. Энциклопедическое издание: в 2 т. Материалы и технологии* / Под ред. Г. Г. Гнесина, В. В. Скорохода. К.: Наукова думка, 2008. Т. 2. Кн. 1. С. 712–726.

54. Зеликман А. Н., Никитина Л. С. Вольфрам. М.: Металлургия, 1978. 272 с.

55. Зенкевич О. Метод конечных элементов в технике. М.: Мир, 1975.
56. Зиновьев В.Е. Теплофизические свойства металлов при высоких температурах.- справочное издание. - М.: Металлургия, 1989. - 384 с.
57. Изучение температурного поля профилированных монокристаллов вольфрама, получаемых плазменно-индукционным способом/ В.А.Шаповалов, В.В.Якуша, Ю.А.Никитенко, В.В.Долиненко, А.Н.Гниздыло, В.В.Жолудь // Современная электрометаллургия. – 2014. – № 3.– С. 31–35.
58. Калиниченко А.С., Бергманн Г.В. Управляемое направленное затвердевание и лазерная обработка: теория и практика. Минск: *Технопринт*, 2001. 367 с.
59. Каретников Д. В., Корюкин В. А., Обрезумов В. П. Эмиссионные свойства монокристаллического газофазного хлоридного вольфрама цилиндрической геометрии. *Высокочистые и монокристаллические металлические материалы* / Под ред. А. И. Манохина. М.: Наука, 1987. С. 154–158.
60. Карпачев Д.Г. и др. Тугоплавкие, редкие металлы и сплавы. Справочник. М.: Металлургия, 1977. 240 с.
61. Келли А., Гровс Г. М. Кристаллография и дефекты в кристаллах. Москва Мир, 1974. 504 с.
62. Кервалишвили И. Д., Бурханов Г. С., Щелкин Ю. Ф. и др. Анализ тепловых условий получения монокристаллов тугоплавких металлов с использованием плазменно-дугового источника нагрева. Металлические монокристаллы: сб. науч. тр. / под ред. Г. Г. Девярых, Г. С. Бурханова. М.: Наука, 1990. С. 22–34.
63. Кервалишвили И. Д., Щелкин Ю. Ф. Тепловые условия – фактор, определяющий получение совершенных кристаллов. *Физика и химия обработки материалов*. 1982. №5. С. 70–78.
64. Кервалишвили И. Д., Щелкин Ю. Ф. Тепловые условия – фактор, определяющий получение совершенных кристаллов. *Физика и химия обработки материалов*. 1982. № 5. С. 70-78.
65. Кисилевский Ф. Н., Шаповалов В. А., Долиненко В. В., Щербаков П. А., Якуша В. В., Гниздыло А. Н. Микрокомпьютерный пульт оператора-технолога АСУ ТП выращивания монокристаллов. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 2003. №1. С. 25–27.

66. Клейн Г. А., Осипова Л. Х., Михайлов С. М. и др. Влияние температуры на физико-механические свойства и структуру ориентированных монокристаллов вольфрама. *Структура и свойства монокристаллов тугоплавких металлов* / Под ред. Е. М. Савицкого. М.: Наука, 1973. С. 127–132.
67. Клименко Г. Л., Блохин А. А., Глебовский В. Г., Ермолов С. Н., Майоров Д. Ю., Копырин А. А. Применение метода ионного обмена в технологии получения вольфрама и молибдена высокой чистоты. *Металлы*. Москва. 2001. № 3. С. 49-51.
68. Кобяков В.П. Перспективные варианты монокристаллических вольфрамовых электродных оболочек для высокоэффективных термоэмиссионных преобразователей. *Журнал технической физики*. 2002. т.72. № 10. С.107-113.
69. Кобяков В.П., Каландаришвили А.Г. Перспективы увеличения мощности дуговых цезий-кислородных термоэмиссионных преобразователей с вольфрамовыми электродами при повышенных эмиттерных температурах. *Журнал технической физики*. 2003. т.73. № 2. С.65-70.
70. Коваленко А. А., Шаповалов В. А., Латаш Ю. В. и др. Температурные поля в крупных монокристаллах вольфрама плоской формы при плазменно-индукционном методе выращивания. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 1994. №3. С. 48–52.
71. Коваленко А. А., Латаш Ю. В., Шаповалов В. А. и др. Исследование структуры монокристаллов вольфрама и молибдена плоской формы. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 1994. №1. С. 65-70.
72. Коваленко А. Д. Введение в термоупругость. Киев: Наукова думка, 1965. 204 с.
73. Коваленко, А. Д. Основы термоупругости. Киев: Наукова думка, 1970. 308 с.
74. Конаков П. К., Веревоцкий Г. Е., Горяинов Л. А. и др. Тепло- и массообмен при получении монокристаллов. М.: Metallurgy, 1971. 239 с.
75. Копецкий Ч. В., Плющева С. В., Сатункина Л. Ф., Цепкова З. А., Клименко Г. Л. Получение вольфрама особой чистоты. *Металлы*. Москва. 1981. № 2. С. 59-61.

76. Корнеев Н. И., Певзнер С. Б., Разуваев Е. И. и др. Обработка давлением тугоплавких металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1975. 440 с.
77. Коттрел А. М. Теория дислокаций. М.: Мир, 1969. 96 с.
78. Кралина А. А., Есин В. О., Жолтикова Т. В. Влияние ориентации на характер субструктуры монокристаллов молибдена. *Выращивание монокристаллов тугоплавких и редких металлов* / Под ред. Е. М. Савицкого. М.: Наука, 1973. С. 110–116
79. Краснов А. Н., Шаривкер С. Ю., Зильберберг В. Г. Низкотемпературная плазма в металлургии. М: Металлургия, 1970. 208 с.
80. Кузнецов Г. В., Шеремет М. А. Разностные методы решения задач теплопроводности: учебное пособие. Томск: Изд-во ТПУ, 2007. 172 с.
81. Кутателадзе С.С. Анализ подобия и физические модели. Новосибирск: Наука, 1986. 290 с.
82. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика в 10 томах. Том 8. Электродинамика сплошных сред, Учебное пособие. — 2-е изд., перераб. и доп. — М.: Наука, 1982 — 621 с.
83. Латаш Ю. В., Шаповалов В. А., Коваленко А. А. и др. Получение крупных монокристаллов тугоплавких металлов. *Высокочистые вещества*. 1995. №1. С. 5-17.
84. Лившиц Б.Г. Металлография: учеб. для вузов. М.: Металлургия, 1990. 236 с.
85. Луковский И. А. Аналитические, численные и аналоговые методы в задачах теплопроводности. Отв. ред И.А. Луковский. Киев: Наукова думка, 1977. 240 с.
86. Лякишев Н. П., Бурханов Г. С. Металлические монокристаллы. М.: ЭЛИЗ, 2002. 311 с.
87. Мазуль И. В. Идеология выбора материалов защиты первой стенки и дивертора ТЯР. Конструкционные материалы для КТМ. Международный семинар. Экспериментальные возможности токамака КТМ и программа исследований. 10-12 октября 2005 г., г. Астана. -. Курчатова, 2005. 136 с.
88. Манохин А. И., Бурханов Г. С. Современное состояние проблемы металлических монокристаллов. *Высокочистые и монокристаллические металлические материалы* / Под ред. А.И. Манохина. М.: Наука, 1987. С. 5-13.

89. Мармер Э.Н, Гурвич О.С., Мальцева Л.Ф. Высокотемпературные материалы. –М.: Металлургия, 1967г.- 216 с.
90. Маханьков А.Н. Вольфрамовая облицовка диверторной мишени для термоядерного реактора токамак. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Санкт-Петербург, 2003. 125 с.
91. Миттра Р. Вычислительные методы в электродинамике. М.: Мир, 1977. 485 с.
92. Михайлов С. М., Чеченцев В. Н., Шмаков А. М. Опыт получения беспористых монокристаллов молибдена увеличенного диаметра. Выращивание монокристаллов тугоплавких и редких металлов. М.: Наука, 1973. С. 65-68.
93. Модель индукционного нагрева для плазменно–индукционного выращивания монокристаллов/ В.А.Шаповалов// Проблемы специальной электротехнологии.-2002.-№1.-С.32-36.
94. Мурашкевич А. Н. Теория и методы выращивания монокристаллов: Учеб. пособие для студентов. Минск:БГТУ. 2010. 214 с.
95. Мурашкевич А. Н, Жарский И. М. Теория и методы выращивания монокристаллов: учебное пособие для студентов высших учебных заведений по специальности "Химическая технология неорганических веществ, материалов и изделий" Минск: БГТУ, 2010. 213 с.
96. Немков В.С., Демидович В.Б. Теория и расчет устройств индукционного нагрева.-Л.: Энергоатомиздат, 1988. — 280 с.
97. Новиков И. И. Дефекты кристаллического строения металлов. Учебное пособие. М.: Металлургия, 1975. 208 с.
98. Новокрещенов В. В., Родякина Р. В. Структура и механические свойства сварных соединений монокристаллов вольфрама, выполненных электронно-лучевой сваркой. Вестник МЭИ. Изд. дом МЭИ (М.), 2013. № 5. С. 16-22
99. Новокрещенов В.В., Родякина Р.В. Формирование структуры металла шва при электронно-лучевой сварке монокристаллов вольфрама. Вестник МЭИ. Изд. дом МЭИ (М.), 2013. № 4. С. 19-24
100. Овсиенко Д. Е. О природе образования дислокационной структуры в металлических кристаллах при росте из расплава. Рост и несовершенства металлических кристаллов. Киев: Наукова думка, 1986. С. 164-191.

101. Освенский В. В., Мильвидский М. Г., Кулагин В. В. и др. Исследование условий образования дислокаций в монокристаллах арсенида галлия при выращивании из расплава. *Рост и дефекты металлических кристаллов.* / Под ред. Д.Е. Овсиенко. Киев. Наукова думка, 1972. С. 251-261.
102. Панфилов П. Е. Пластическая деформация и разрушение тугоплавкого металла с ОЦК решеткой: дис. на соискание уч. степени док. физ.-мат. наук: спец. 01.04.07 – “Физика конденсированного состояния”. Екатеринбург., 2005. 225 с.
103. Парр Н. Зонная очистка и ее техника. Пер. с англ. — М.: Metallurgizdat. 1963. 210 с.
104. Патанкар С. Численные методы решения задач теплообмена и динамики жидкости. М.: Энергоатомиздат, 1984. 152 с.
105. 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 электрометаллургия.* 2018. №4. С. 42–51.
106. Пикунов М. В., Шишков В. В., Костюхин Ю. А., Батанов Ю. В., Жидовинова С. В. Выращивание монокристаллов ванадия электроннолучевой бестигельной зонной плавкой. М.: Наука, 1969. С. 7 - 11.
107. Портной В. К., Новиков А. И., Головин И. С. Дефекты кристаллического строения металлов и методы их анализа. М.: МИСИС, 2015. 507 с.
108. Предтеченский Б. С., Старостина Л. С. Дислокации в монокристаллах молибдена, полученных зонным плавлением. *Рост и дефекты металлических кристаллов* / Под ред. Д.Е. Овсиенко. Киев. Наукова думка, 1972. С. 213-217.
109. Пфанн В. Зонная плавка. М.: «Мир». 1970. 368 с.
110. Ратников Д. Г. Бестигельная зонная плавка. М.: Metallurgiya, 1976. 224 с.
111. Реймонд Л., Карват Ф. Листы из монокристаллического вольфрама. *Ракетная техника и космонавтика.* 1966. № 5. С. 161-166.
112. Рид В.Т. Дислокации в кристаллах. М., Metallurgiya, 1957. 279 с.
113. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С. Монокристаллы тугоплавких и редких металлов и сплавов. М.: Наука, 1972. 260 с.

114. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С. *Металловедение тугоплавких металлов и сплавов*. М.: Наука, 1967. С. 46-53.
115. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С. *Редкие металлы и сплавы физико-химический анализ и металловедение*. М.: Наука, 1980. 255 с.
116. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Бондаренко К. П. и др. Развитие плазменных методов выращивания монокристаллов тугоплавких металлов и сплавов. *Монокристаллы тугоплавких и редких металлов, сплавов и соединений*. М.: Наука, 1977. С. 5-10.
117. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Кузьмищев В. А. Влияние режимов термоциклирования на стабильность структуры монокристаллов вольфрама и сплава вольфрама с 8% рения. *Структура и свойства монокристаллов тугоплавких металлов* / Под ред. Е. М. Савицкого. М.: Наука, 1973. С. 185–191.
118. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Оттенберг Е. В. Металлографический анализ структуры монокристаллов молибдена с разным содержанием углерода. Монокристаллы тугоплавких и редких металлов: Труды I и II совещаний по получению, структуре, физическим свойствам и применению монокристаллов тугоплавких и редких металлов. М.: Наука, 1969. С. 58-65.
119. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Раскатов Н. Н., Кузьмищев В. А. Применение плазменного нагрева для выращивания монокристаллов тугоплавких металлов. *Металлические монокристаллы*. М.: Наука, 1978. С. 5-10.
120. Савицкий Е. М., Иванова В. С., Шнырев Г. Д. и др. Высокотемпературная ползучесть монокристаллов тугоплавких металлов. *Структура и свойства монокристаллов тугоплавких металлов* / Под ред. Е. М. Савицкого. М.: Наука, 1973. С. 139–143.
121. Савицкий Е. М., Поварова К. Б., Макаров П. В. *Металловедение вольфрама*. М.: Metallurgy, 1978. 224 с.
122. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Раскатов Н. Н., Оттенберг Е. В., Шнырев Г. Д., Сергеев Н. Н. Получение, структура и механические свойства крупных монокристаллов молибдена. *Структура и свойства монокристаллов тугоплавких металлов*. М.: Наука, 1973. 258 с.
123. Савицкий Е. М., Бурханов Г. С., Раскатов Н. Н., Шнырев Г. Д. Образование структуры роста при выращивании монокристаллов вольфрама из расплава.

Монокристаллы тугоплавких и редких металлов и сплавов. М.: Наука, 1971. 223 с.

124. Самарский А. А. Теория разностных схем. М.: Наука, 1977. 656 с.

125. Сегерлинд Л. Применение метода конечных элементов. М.: Мир, 1979. 392 с.

126. Сергиеико Г. В., Недоспати А. В., Зыкова Н. М. Исследования тугоплавких металлов в токамаке TEXTOR. *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез.* 2007. вып. 3. С. 10–18.

127. Случинская И. А. *Основы материаловедения и технологии полупроводников:* монография / И. А. Случинская. – Москва, 2002. 134 с.

128. Смирнов В. П. Термоядерная энергетика – крупнейший международный инновационный проект. *Российский химический журнал.* 2008. Т.52. № 6. С.79-94.

129. Соболев Б.М. Основы технической термодинамики в процессах металлургии. Учеб. пособие, - ФГБОУВПО «Комсомольск-на-Амуре. Комсомольский-на-Амуре гос. техн, ун-т». 2013. 98 с.

130. Сорокин С.Р., Кузьмищев В.А, Князев А.И. Нестабильность кристаллографически ориентированного роста монокристаллов вольфрама, легированных рением // *Металлические монокристаллы.* М., Наука, 1990. С.34-40.

131. Стренг Г., Фикс Дж. Теория метода конечных элементов. М.: Мир, 1977. 349 с.

132. Сысоев Л. А., Райскин Э. К., Гаврилюк Ю. Н. О влиянии некоторых параметров роста на форму фронта кристаллизации при выращивании монокристаллов. *Рост и несовершенства металлических кристаллов.* Киев: Наукова думка, 1986. С. 129-133.

133. Таиров Ю. М., Цветков В. Ф. Технология полупроводниковых и диэлектрических материалов. М.: Высшая школа, 1990. 423 с.

134. Тамм И.Е. Основы теории электричества: Учеб. пособие для вузов. - 11-е изд., испр. и доп.-М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003.- 616 с.

135. Тепловая модель плазменно-дугового процесса выращивания монокристаллов вольфрама/ В.А.Шаповалов// *Проблемы специальной электротехнологии.*-2002.-№3.-С.20-23.

136. Тиллер В.А. Основные положения теории затвердевания. Теория и практика выращивания кристаллов. М.: Металлургия, 1968. С. 294-350.

137. Тихинский Г. Ф., Ковтун Г. П., Ажажа В. М. Получение сверхчистых редких металлов. М.: Металлургия, 1986. 160 с.

138. Тихомиров М. Д. Особенности постановки задач при моделировании литейных процессов. Численные методы. Преимущества и недостатки. Компьютерный анализ литейной технологии: проблемы и перспективы: материалы семинара 15-19 окт. 2007 г. СПб.: ЦНТИ «Прогресс», 2007. С. 20-29.

139. Тихомиров М. Д., Комаров И. А. Основы моделирования литейных процессов. Сравнение метода конечных элементов и конечных разностей. Что лучше? *Литейное производство*. 2002. №5. С. 22-28.

140. Тихомиров М.Д. Основы моделирования литейных процессов. Тепловая задача. *Литейное производство*. 1998. № 4. С. 30-34.

141. Туманов Ю. Н. Низкотемпературная плазма и высокочастотные электромагнитные поля в процессах получения материалов для ядерной энергетики. М.: Энергоатомиздат, 1989. 280 с.

142. Туманов Ю. Н. Современное состояние развития плазменных процессов в технике, технологии и металлургии. *Химия плазмы*. Вып. 13 / Под ред. Б. М. Смирнова. М.: Энергоатомиздат, 1986. 163 с.

143. Уманский Я.С. Рентгенография металлов. М., Металлургия, 1967. 236 с.

144. Филатов О. Г., Мазуль И. В. Экспериментальный комплекс НИИЭФА для имитации эксплуатационных факторов «первой стенки» реактора ИТЭР. *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез*. 2003. вып. 3. С. 3–31.

145. Флемингс М. Процессы затвердевания. М.: Мир, 1977. 423 с.

146. Фридель Ж. Дислокации. Монография. М.: Мир, 1967. 660 с.

147. Хрипунов Б. И., Петров В. Б., Корниенко С. Л. и др. Исследования взаимодействия стационарной плазмы с материалами термоядерного реактора на модельных установках. *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез*. 2008. Вып. 4. С. 24–31.

148. Цветков Ю.В., Николаев А.В., Панфилов С.А. и др. Низкотемпературная плазма. Т.8: Плазменная металлургия. Новосибирск: Наука, 1992. 265 с.

149. Чернышов А. И., Шишков В. В., Доломанов Л. А. Изучение субструктуры монокристаллов молибдена увеличенного диаметра. *Высокочистые и монокристаллические металлические материалы*. М.: Наука, 1987. С. 103-105.

150. Чупрунов Е. В., Хохлов А. Ф., Фадеев М. А. Основы кристаллографии. М.: Физматлит, 2004. 501 с.

151. Шаповалов В.А., Жадкевич М.Л., Якуша В.В., **Гниздыло 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.

152. Шаповалов В. А., Шейко И. В., Латаш Ю. В., Жолудь В. В. Рафинирование вольфрама при плазменно-индукционном выращивании. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 1997. №2. С. 43–48.

153. Шаповалов В. А. Тепловое поле монокристалла вольфрама при плазменно-индукционной зонной плавке. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 2002. №4. С. 30–32.

154. 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.

155. 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*. № 3, 2014 С. 31–35.

156. Шаповалов В. О. Наукові та технологічні основи плазмово-індукційного вирощування крупних монокристалів тугоплавких металів: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня докт. техн. наук: спец. 05.16.07 "Металургія високочистих металів та спеціальних сплавів". К., 2003. 36 с.

157. Шаповалов В. О. Наукові та технологічні основи плазмово-індукційного вирощування крупних монокристалів тугоплавких металів: автореф. дис. на здобуття наук. ступеня докт. техн. наук: спец. 05.16.07 "Металургія високочистих металів та спеціальних сплавів". К., 2003. 36 с.

158. Шаповалов В. А., Жадкевич М. Л., Торхов Г. Ф., Якуша В. В., Жолудь В. В., Боримская С. Т. Влияние способов нагрева на форму межфазной границы при выращивании крупных монокристаллов тугоплавких металлов. *Сб. докладов 8-го Международного симпозиума "Высокочистые металлические и полупроводниковые материалы"*. Харьков, Украина. 2002. С. 48-51.

159. Шаповалов В. А., Коваленко А. А., Латаш Ю. В. и др. Перспектива применения монокристаллов вольфрама и молибдена для изготовления элементов светотехнических устройств. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 1995. №3. С. 57–61.

160. Шаповалов В. А., Коваленко А. А., Латаш Ю. В., Шейко И. В., Жолудь В. В. Исследование процесса выращивания плоских монокристаллов вольфрама и молибдена. *Проблемы специальной металлургии*. Киев. 1993. №1. С.79–82.

161. Шаповалов В. А., Латаш Ю. В., Боримская С. Т. и др. Ориентированные монокристаллы вольфрама: получение, исследование и применение. *Металлы*. 2001. №1. С. 60–64.

162. Шаповалов В. О. Застосування обробки тиском монокристалів вольфраму для отримання дроту. *Сб. наукових праць "Удосконалення процесів і обладнання обробки тиском в металургії і машинобудуванні"*, Краматорськ. 2000. С. 199-201.

163. Шаповалов В.А. Затравочные кристаллы для плазменно-индукционного выращивания монокристаллов вольфрама и молибдена. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 2001. №3. С. 38–40.

164. Шаповалов В.А., Гниздыло 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.

165. 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.

166. 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. №а201000456; заявл. 18.01.2010; опубл.: 10.08.2011, Бюл. № 15.

167. 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 Восточнoукраинского национального университета им. В. Даля.* – Луганск. – 2003. №11 –с. 252-259

168. Шаповалов В. О., Торхов Г. Ф., **Гніздило О. М.**, Якуша В. В. Пристрій для вирощування монокристалів тугоплавких металів: патент на винахід № UA 81184, Україна. №а200604686; заявл. 27.04.2006; опубл.: 10.12.2007, Бюл. № 20.

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

170. Шаповалов В.А., Якуша В.В., **Гниздыло А.Н.** Тепловое поле монокристалла при комбинированном нагреве. *Проблемы специальной электрометаллургии*. 2003. №1. С. 22–24.

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

172. 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.

173. Шевченко С. Ю., Окунь А. А. Анализ методов расчета электрических полей установок высоких напряжений. *Электротехника и электромеханика*. 2010. № 4. С. 59-62.

174. Юм-Розери В. Введение в физическое металловедение (строение кристаллов и диаграммы состояния). М.: Металлургия, 1965. 204 с.

175. Ющенко К. А., Задерий Б. А., Котенко С. С., Полищук Е. П., Карасевская О. П. Структура сварных соединений монокристаллов вольфрама. *Автомат. сварка*. 2008. № 6. С. 33–41.

176. Якуша В.В., **Гниздыло 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.

177. Якуша В.В., **Гниздыло О.М.** Співвідношення потужності плазмодугового 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.

178. Якуша В.В., **Гниздыло 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.

179. Argon A. *Strengthening Mechanisms in Crystal Plasticity*. Oxford University Press, Oxford, UK, 2008. 404 p.

180. Barton M.L., Cendes Z.J. New vector finite elements for three-dimensional magnetic field computation. *J. Appl. Phys.* 1987. Vol. 61. № 8. p. 3919-3921.

181. Blackman L.C.F., Dundas P.H., Moore A.W., Ubbelohde A.R. An induction furnace to attain temperatures above 3000°C in controlled atmospheres. *British Journal of Applied Physics*. 1961. Volume 12. Issue 8. P. 377-383.

182. Budaev V.P., Martynenko Yu.V., Karpov A.V., Belova N.E., Zhitlukhin A.M., Klimov N.S., Podkovyrov V.L., Barsuk V.A., Putrik A.B., Yaroshevskaya A.D., Giniyatulin R.N., Safronov V.M., Khimchenko L.N. Tungsten recrystallization and cracking under ITER-relevant heat loads. *Journal of Nuclear Materials*. Volume 463, August 2015, P. 237-240.

183. Chaika A. N., Orlova N. N., Semenov V. N. et al. Fabrication of [001]-oriented tungsten tips for high resolution scanning tunneling microscopy. *Scientific Reports*. 2014. URL: <https://www.nature.com/articles/srep03742> (дата звернення: 15.09.2017).

184. Dhanaraj G., Byrappa K., Prasad V. *Springer Handbook of Crystal Growth*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2010. 1856 p.

185. Douglas J. Miller, Werner H. Ruoff, Allan W. Intermill, Thomas R. Thoman, Richard L. Shao, Stephen L. Strong. Induction furnace for high temperature operation. *Patent EU EP1499842B1* 17.08.2011

186. Frank L., Stefan K., Carsten H. et al. Precipitates originating from tungsten crucible parts in AlN bulk crystals grown by the PVT method. *Cryst. Res. Technol.* 2016. №2. P. 129–136.

187. Fukuda M., Kumar N. A., Koyanagi T. et al. Neutron energy spectrum influence on irradiation hardening and microstructural development of tungsten. *Journal of Nuclear Materials*. 2016. v. 479. P. 249–254.

188. Hirsch P. B. *The Physics of Metals. V.2. Defects*. Cambridge University Press, 1975. 302 p.

189. Hirth J. P., Lothe J. *Theory of dislocations*. Virginia.: Krieger Publ. Comp., 1982. 857 p.

190. Hu X., Koyanagi T., Fukuda M. et al. Defect evolution in single crystalline tungsten following low temperature and low dose neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*. 2016. v. 470. P. 278–289.

191. Hull D., Bacon D.J. *Introduction to Dislocations*. Fourth Edition, Butterworth-Heinemann, 2001. 242 p.

192. Juan L., Xiao-Bo H., Ying-Min W. et al. Comparison of Different Crucible Materials for the Growth of AlN Crystals. *Chinese J. Struct. Chem.* 2007. №10. P. 1203–1207.

193. Juan Li, Xiao-Bo Hu, Ying-Min Wang et al. Comparison of different crucible materials for the growth of AlN crystals. *Chinese J. Struct. Chem.* 2007. 26, № 10. P. 1203—1207.
194. Kubin L. *Dislocations, Mesoscale Simulations and Plastic Flow*. UK.: Oxford University Press, 2013. 464 p.
195. Kubin L., Hirth J. P. *Dislocations in solids. V.16 - The 30th Anniversary Volume*. Elsevier. 2010. 282 p.
196. Lassner E., Schubert W. *Tungsten: Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*. New York: Springer US, 1999. 443 p.
197. Lastoviryia V. N., Novokreshchenov V. V., Rodyakina R. V. Formation of the substructure and crystallography of welded joints in tungsten single crystals. *Welding International*. 2016. T. 30. № 3. P. 224-228.
198. Linke J., Loewenhoff T., Massaut V., Pintsuk G., Ritz G., Rodig M., Schmidt A., Thomser C., Uytendhouwen I., Vasechko V., Wirtz M. Performance of different tungsten grades under transient thermal loads. *Nuclear Fusion*. 2011. Vol. 51. P.073017.
199. Liu L., Edgar J. H. Transport effects in the sublimation growth of aluminum nitride. *Journal of Crystal Growth*. 2000. v. 200. P. 243–253.
200. Lv Y., Yu X., Wang F. et al. Vapor phase epitaxy of monocrystal tungsten coatings. *Journal of Crystal Growth*. 2014. v. 387. P. 111–116.
201. Makhraj V.A., Garkusha I.E., Aksenov N.N., Bazylev B. et al. Plasma exposure of different tungsten grades with plasma accelerators under ITER-relevant conditions. *Phys. Scr.* 2014, P. 014040.
202. Marinelli G., Martina F., Ganguly S., Williams S. Development of Wire + Arc additive manufacturing for the production of large-scale unalloyed tungsten components. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. Ed. Fang Z.Z. Elsevier Science Publisher. Amsterdam. Netherlands. 2019. Vol. 82. P. 329-335.
203. Marinelli G., Martina F., Ganguly S., Williams S., Lewtas H., Hancock D., Mehraban S., Lavery N. Microstructure and thermal properties of unalloyed tungsten deposited by wire + Arc Additive Manufacturing. *Journal of Nuclear Materials*. 2019. Vol.522. P. 45-53
204. Messerschmidt U. *Dislocation Dynamics During Plastic Deformation*. Berlin, Springer-Verlag, 2010. 503 p.

205. Miyagawa C., Kobayashi T., Taishi T. et al. Demonstration of crack-free c-axis sapphire crystal growth using the vertical Bridgman method. *Journal of Crystal Growth*. 2013. v. 372. P. 95–99.
206. Nabarro F.R.N. *Theory of Crystal Dislocations*. Oxford University Press, 1967. 821 p.
207. Raymond L., Charvat F. R. Tungsten Single Crystal Sheet. *AIAA Journal*. 1966. №5. P. 895–899.
208. Read W. T. *Dislocations in Crystals*. London McGraw Hill Publishing Co. Ltd., 1953. 256 p.
209. Reed-Hill R. E. *Physical Metallurgy Principles*. NY.: D.Van Nostrand Company, 1973. 2 edition. 920 p.
210. Sahara H., Shimizu M., Fujii T. et al. Opposed-Cavity Solar Thermal Thruster Made of Single Crystal Tungsten. *27 International Electric Propulsion Conference* (Oct. 15-19, 2001 Pasadena, CA) / Electric Rocket Propulsion Society. 2001. Paper IEPC-01-214.
211. Sahara H., Shimizu M., Fujii T. et al. Single and Opposed-Cavity Solar Thermal Thrusters Made of Single Crystal Tungsten. *Spacecraft Propulsion: Proc. Of 3rd International Conference on Spacecraft Propulsion* (Oct. 10-13, 2000 Cannes, France) / Edited by R. A. Harris, European Space Agency ESASP-465. 2001. P. 195–201.
212. Sahara H., Watanabe K., Shimizu M., Nakamura Y. Single-crystal molybdenum solar thermal propulsion thruster. *Transaction of the Japan Society for Aeronautical and Space Sciences*. November, 2003. 46(153) P.180-185.
213. Saka H. *Classical Theory of Crystal Dislocations From Iron to Gallium Nitride*. Singapore: World Scientific Publishing, 2017. 374 p.
214. Savitsky E. M. and Burkhanov G. S. Growth of single crystals of high melting metal alloys and compounds by plasma heating. *Journal of Crystal Growth*. 43(1978). P.457-462.
215. Schlessler R., Dalmau R., Zhuang D. et al. Crucible materials for growth of aluminum nitride crystals. *Journal of Crystal Growth*. 2005. v. 281. P. 75–80.

216. 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. v. 10. P. 185-190.
217. Shimizu, M. et al., “Single Crystal Mo Solar Thermal Thruster for Micro/nanosatellites” 49 th IAF, IAF - 98 - S.6.01, *Acta Astronautica*. 1999. Vol. 44. №7. P. 345 - 352,
218. Shimizu, M., et al., “Solar Thermal Thruster Made of Single Crystal Molybdenum,” 47 th IAF, Beijing, China, Oct. 7 - 11, 1996, IAF - 96 - S.4.01, *Acta Astronautica*. 1997. Vol. 41. No. 1. P. 23 – 28.
219. Shimizu, M., et al., “Very Small Solar Thermal Thruster Made of Single Crystal Tungsten for Micro/Nanosatellites” 36 th Joint Propulsion Conf. And Exhibit, AIAA - 2000 - 3832, Huntsville, Alabama, Jul. 16 - 19, 2000.
220. Silvester P.P., Ferrari R.L. *Finite elements for electrical engineers*. Cambridge: Cambridge Univ. Press, 1986. 224 p.
221. Slack G. A., McNelly T. F. Growth of high purity AlN crystals. *Journal of Crystal Growth*. 1976. v. 34. P. 263–279.
222. Solntceva E. S., Taubin M. L., Bochkov N. A. et al. Use of tungsten single crystals to enhance nuclear reactors structural elements properties. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2016. №17. C. 7206–7212.
223. Suwada T., Satoh M., Furukawa K. et al. First application of a tungsten single-crystal positron source at the KEK B factory. *Phys. Rev. ST Accel. Beams*. 2007. v. 10. P. 073501-1–073501-6.
224. Veselý J. *Nanoscale AFM and TEM Observations of Elementary Dislocation Mechanisms*. Springer International Publishing AG, 2017. 100 p.
225. Wirtz M., Linke J., Pintsuk G. et al. Comparison of the thermal shock performance of different tungsten grades and the influence of microstructure on the damage behavior. *Phys. Scr.* 2011. Vol. 145. P. 014058
226. Zhuang Z., Liu Z., Cui Y. *Dislocation Mechanism - Based Crystal Plasticity: Theory and Computation at the Micron and Submicron Scale*. London, United Kingdom; San Diego, CA, United States: Academic Press, 2019. 432 p.

ДОДАТОК
СПИСОК НАУКОВИХ ПУБЛІКАЦІЙ ЗДОБУВАЧА ЗА ТЕМОЮ
ДИСЕРТАЦІЇ

- 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 электрометаллургия*. 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 электрометаллургия*. 2003. №3. С. 24–26.

- статі в спеціалізованих наукових виданнях України:

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

5. Гниздыло А.Н. 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 электрометаллургия*. – 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 электрометаллургия*. 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. Sharovalov 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 Восточноукраинского 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. Sharovalov 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. №а200604686; 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. №а201000456; 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 плазмообразующего газа на формирование металлической ванны при выращивании монокристаллов вольфрама. Збірка тезисів III Всеукраїнської науково-технічної конференції молодих учених та спеціалістів „Зварювання та суміжні технології”.– Киев. -2005. – с. 75-77.

18. Шаповалов В.А., **Гниздыло 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., **Гниздыло 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., **Гниздыло 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., **Гниздыло А.Н.** Супербольшие профилированные монокристаллы вольфрама и молибдена (плазменно-индукционный метод). *Сварка и родственные технологии – настоящее и будущее: сб. тез. стэнд. 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., **Гниздыло 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.