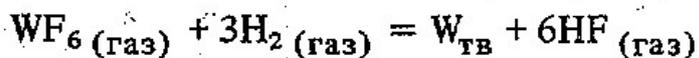


УДК 621.793.16:669.27

*В.А.СОРОКИН, Ю.М.КОРОЛЕВ,
О.Л.КОРНЕТОВ, О.В.МОРОЗОВА,
Т.М.КЕСАЕВ, М.Х.ХУГАЕВ*

МНОГОПОЗИЦИОННАЯ РЕАКЦИОННАЯ КАМЕРА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ПРУТКОВ ИЗ ФТОРИДНОГО ВОЛЬФРАМА

Газофазное осаждение вольфрама в результате восстановления его гексафторида водородом



открыло новое направление в металлургии вольфрама — формирование заготовок и изделий необходимой формы непосредственно в процессе получения металла [1, 2]. Высокая чистота фторидного вольфрама, характеризующегося повышенной пластичностью, является дополнительным преимуществом указанного технологического процесса.

Основным узлом установки для формирования полуфабрикатов из фторидного вольфрама является реакционная камера, конструкция которой определяется размерами и формой получаемого полуфабриката или изделия. В работах [3, 4] описаны реакционные камеры для формирования прутковой заготовки длиной 550—900 мм и диаметром до 20 мм. Низкая производительность описанного оборудования (0,15—0,25 кг/ч) требует при массовом производстве изделий большого числа установок, что затрудняет их обслуживание и сопровождается значительными капитальными затратами. Повышение производительности единицы оборудования может быть достигнуто при использовании многопозиционных реакционных камер, рассчитанных на одновременную обработку в одном реакционном объеме нескольких подложек¹. В настоящей работе представлена конструкция многопозиционной реакционной камеры, предназначенной для одновременного получения пяти прутковых заготовок. Ее принципиальная схема показана на рис.1.

Корпус камеры с толщиной стенки ~ 2 мм выполнен неохлаждаемым из нержавеющей стали в виде вертикально расположенного цилиндра диаметром 110 мм с верхним и нижним фланцами, к которым крепятся верхняя и нижняя газораспределительные головки, обеспечивающие равномерное распределение газового потока вокруг каждой подложки. По осям головок в сальниковых уплотнениях закреплены верхний и нижний медные токовводы диаметром 40 мм. Сальниковые уплотнения, выполненные из фторопласта, одновременно изолируют корпус камеры от токоведущих частей и позволяют установочно перемещать токовводы вдоль вертикальной оси. На токовводах монтируются неохлаждаемые узлы электрической коммутации, обеспечивающие нагрев пяти подложек прямым пропусканием тока при их последовательном электрическом соединении. Зажимы для крепления подложек, схематично показанные на рис.2, выполнены в составе узлов электрической коммутации и обеспечивают равномерное расположение осей подложек на окружности диаметром 60 мм. В качестве подложек использовали вольфрамовые прутки диаметром 6 мм и длиной 650 мм. По длине одного из прутков укрепляли 6 термопар, с помощью которых регистрировали температуру в различных зонах реакционного пространства. Газовую смесь подавали в реакционное пространство через верхнюю газораспределительную головку, а выводили через нижнюю. Равномерное распределение газового потока вокруг каждой подложки достигалось равномерным расположением отверстий для прохода газовой смеси на концентрически расположенных относительно поверхности подложек окружностях диаметром 35 мм.

Перед началом осаждения вольфрама подложки нагревали в токе водорода до температуры 780—880 °С, после чего устанавливали расход гексафторида вольфрама, обеспечивающий его содержание в газовой смеси 0,4—0,45 мольных долей. Через 1—3 мин после пуска гексафторида

¹ Королев Ю.М., Рычагов А.В., Соловьев В.Ф., Столяров В.И. Авт.свид. № 726212. — "Открытия, изобретения, промышленные образцы, товарные знаки", 1980, № 13, с. 153.

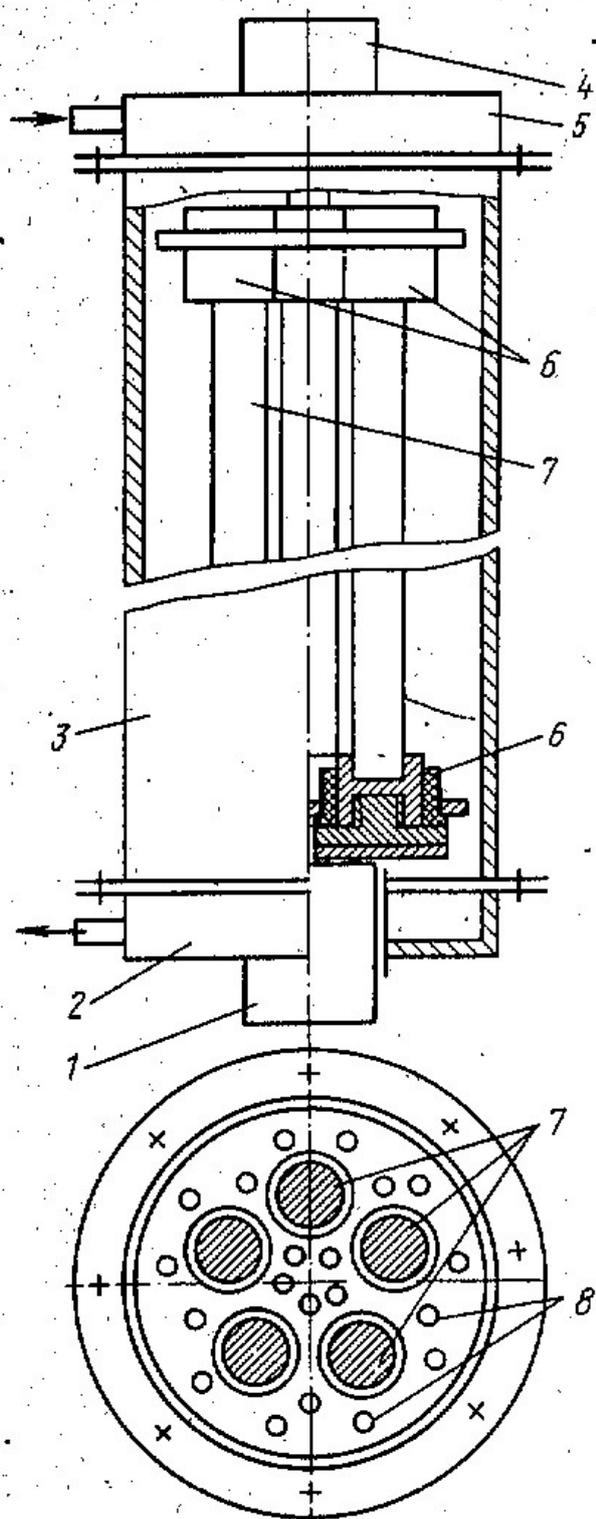


Рис.1. Схема реакционной камеры:
1, 4 – токоввод; 2, 5 – газораспределительные головки; 3 – корпус; 6 – узлы электрической коммутации и закрепления подложек; 7 – подложки; 8 – отверстия для ввода газовой смеси

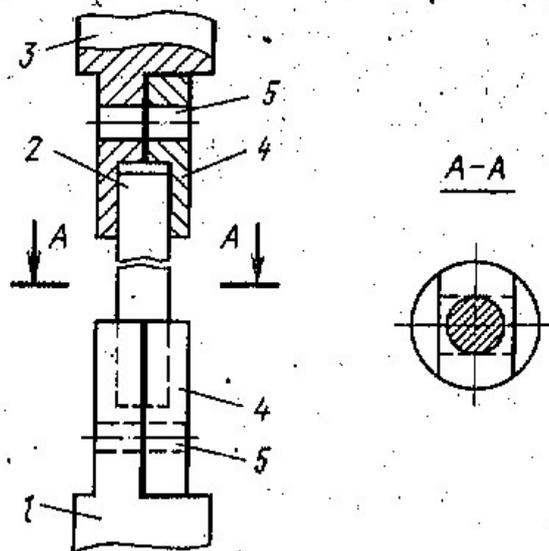


Рис.2. Схема закрепления подложек:
1 – токоведущий элемент нижнего зажима; 2 – подложка; 3 – токоведущий элемент верхнего зажима; 4 – прижимные пластины; 5 – отверстия для прижимного болта

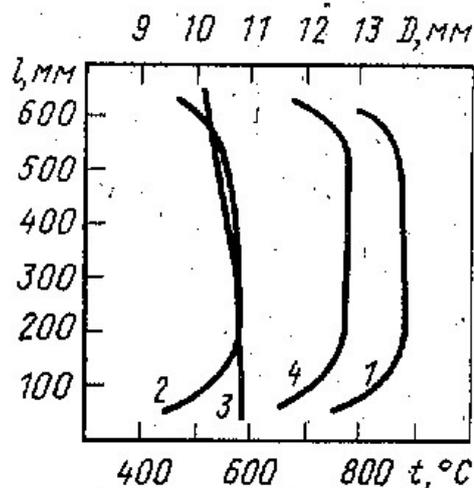


Рис.3. Изменение температуры реакционной поверхности (1-3) и диаметра прутка (4) по длине:
1 – в потоке водорода; 2 – в смеси гексафторида вольфрама и водорода; 3 – после 3-ч осаждения; 4 – по окончании процесса

вольфрама начиналось снижение температуры, а по истечении 5–7 мин максимальная температура реакционной поверхности составляла 570 ± 10 °C и поддерживалась на этом уровне в течение всего последующего процесса. Содержание гексафторида вольфрама в газовой смеси при этом

поддерживалось $0,22 \pm 0,02$ мольных долей¹. Расход газовой смеси после снижения температуры реакционной поверхности составлял 26,3 моль/ч.

Изменение температуры по длине исходных подложек показано на рис.3, в токе водорода (кривая 1) и в смеси гексафторида вольфрама с водородом после снижения температуры (кривая 2), откуда видно, что максимальная температура развивается в центральной части подложки. Последнее является следствием теплоотвода в направлении массивных и относительно холодных электродов. После 3 ч осаждения, когда преимущественное осаждение вольфрама в области более высоких температур

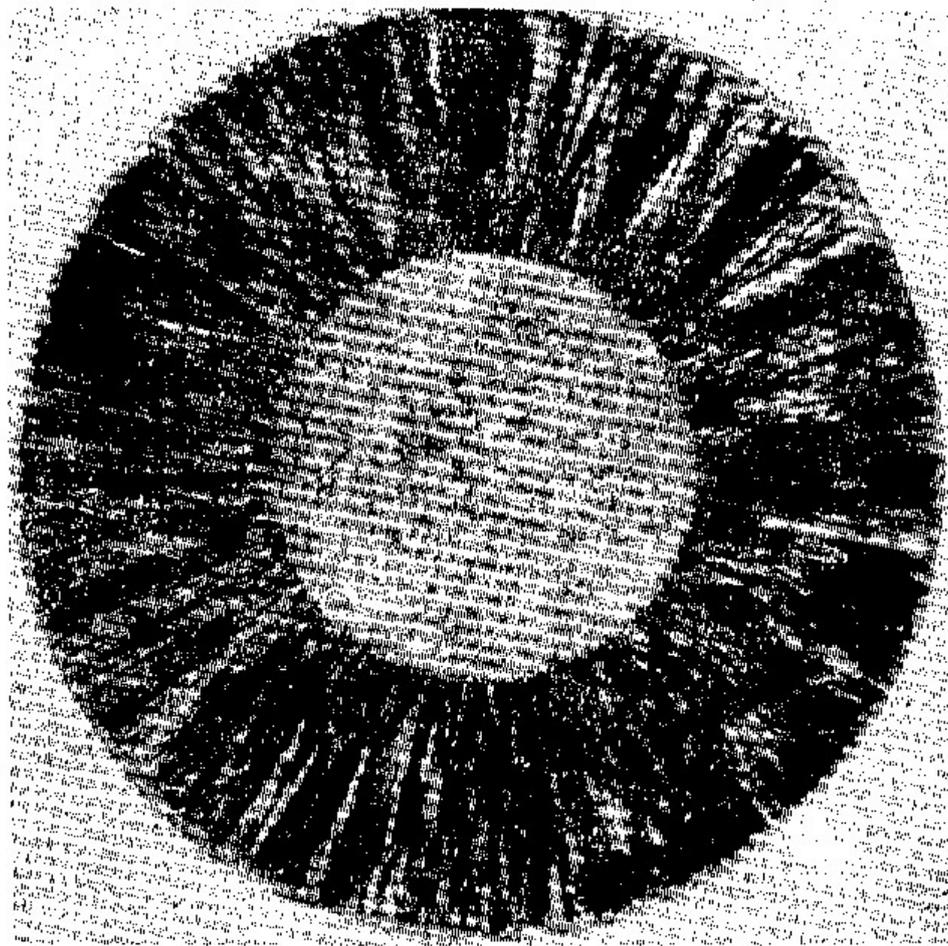


Рис.4. Микроструктура поперечного сечения комбинированного прутка с центральной частью из деформированного вольфрама, $\times 10$

на подложке снижает электросопротивление центральной части прутка, максимум температуры на подложке смещается в низ реакционной камеры (кривая 3). Последнее может быть объяснено тем, что в области ввода газовой смеси в реакционную камеру она содержит более 75 % (об.) водорода, который обладает высокой теплопроводностью. По мере протекания реакции происходит расходование водорода и образование продукта реакции — фтористого водорода, обладающего низкой теплопроводностью.

Изменение диаметра прутков по длине после 7 ч осаждения показано на рис.3 (кривая 4), откуда следует, что центральная часть прутков

¹ Королев Ю.М., Соловьев В.Ф. Авт.свид. № 570658. — "Открытия, изобретения, пром.образцы, тов. знаки", 1977, № 32, с. 79.

(~400 мм) имеет практически постоянный диаметр. Отклонение от среднего значения в пределах центральной части одного прутка не превышает $\pm 0,1$ мм. Колебания среднего диаметра центральной части для различных прутков составляют $\pm 0,05$ мм.

Средняя скорость осаждения вольфрама в описанных условиях составляла ~0,46 мм/ч. Наибольшие различия в скорости осаждения вольфрама наблюдаются на противоположных поверхностях прутков, расположенных на диаметре, совпадающем по направлению с радиусом реакционной камеры, проходящим через ось подложки. На поверхности, обращенной в сторону оси камеры, скорость осаждения на 5–7 % (отн.) меньше, чем на поверхности, обращенной в сторону стенок камеры.

Незначительные колебания скорости осаждения вольфрама по диаметру подложки позволяют в реакционной камере описанной конструкции формировать комбинированные прутковые заготовки, например, прутки с центральной частью из торированного вольфрама и оболочкой из фторидного вольфрама¹.

Типичная структура деформированного прутка диаметром 6 мм с осажденным слоем фторидного вольфрама толщиной 3,2 мм приведена на рис. 4.

Полнота восстановления гексафторида вольфрама в рассмотренном варианте процесса составляла 66 %, производительность по осаждаемому вольфраму – 0,73 кг/ч. В однопозиционной реакционной камере для аналогичных условий полнота восстановления гексафторида вольфрама составляет ~50 %, производительность ~0,2 кг/ч. Дополнительным преимуществом рассмотренной реакционной камеры является снижение удельного расхода электроэнергии в ~2,4 раза (до ~1,4 кВт·ч/кг), что является следствием взаимного теплообмена нагретых прутков в реакционном пространстве, который отсутствует в однопозиционной реакционной камере.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Осаждение из газовой фазы. Пер. с англ. Под ред. К.Пауэлла, Д.Окели, Д.Блочера. М.: Атомиздат, 1970, 471 с.
2. Королев Ю.М., Столяров В.И. Восстановление фторидов тугоплавких металлов водородом. М.: Metallurgy, 1981, 184 с.
3. Королев Ю.М., Соловьев В.Ф., Столяров В.И., Ижванов Л.А. – Цветные металлы, 1978, № 3, с. 69–70.
4. Морозова О.В., Королев Ю.М., Корнетов О.П., Кесаев Т.М. – В сб.: Metallurgy вольфрама и молибдена. М.: Metallurgy, 1981 (ВНИИТС), с. 38–40.

¹ Королев Ю.М., Морозова О.В., Соркин В.А. и др. Авт. свид. № 804160. – "Открытия, изобретения, промышленные образцы, товарные знаки", 1981, № 6, с. 49.

МИНИСТЕРСТВО ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ СССР

Всесоюзный научно-исследовательский
и проектный институт тугоплавких металлов
и твердых сплавов (ВНИИТС)

МЕТАЛЛУРГИЯ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ ВОЛЬФРАМА И МОЛИБДЕНА

Сборник научных трудов

Под научной редакцией
проф. докт. техн. наук О. П. Колчина



Москва "МЕТАЛЛУРГИЯ" 1983