Особенности обработки иридия в технологиях производства промышленных изделий на АО «ЕЗ ОЦМ»

Фомин А.А., *инженер-технолог, кандидат технических наук, ООО «ЕЗ ОЦМ – Инжиниринг» (дочернее предприятие АО «ЕЗ ОЦМ»), г. Верхняя Пышма*

Черепов А.А., *инженер-технолог, АО «ЕЗ ОЦМ», г. Верхняя Пышма*

Гущин Г.М., *главный технолог, АО «ЕЗ ОЦМ», г. Верхняя Пышма*

В статье описаны используемые на АО «ЕЗ ОЦМ» технологические процессы рафинирования тугоплавких металлов и способы получения высококачественной иридиевой заготовки, приведены результаты исследования реологических свойств поликристаллического иридия марки И99,9 с целью построения зависимости сопротивления деформации от степени, скорости и температуры деформации.

Ключевые слова: иридий, монокристалл, рафинирование, сопротивление деформации, деформационное упрочнение.

Благодаря своим уникальным физико-химическим свойствам (тугоплавкость, жаропрочность и наивысшая среди металлов химическая инертность), иридий является не только наиболее подходящим конструкционным материалом в тех областях промышленности, где имеют место быть повышенные температуры (до 2200°С), воздействие агрессивных химических сред и механическая нагрузка, но также является наиболее сложным в обработке из всех драгоценных металлов.

Основной областью применения иридия является его использование в качестве контейнерного материала (тигли) в производстве оксидных монокристаллов. Так как оксиды иридия летучие, во избежание значительных потерь металла процесс выращивания кристаллов протекает в нейтральной или слабоокислительной атмосфере в течение нескольких суток, а при кристаллизации оксидного расплава тигель испытывает значительные механические нагрузки. Методами Чохральского, Бриджмена, Степанова обычно получают монокристаллы из галлий-гадолиниевых и иттрий-алюминиевых гранатов, шпинели, сапфира, танталата лития и др., температура выращивания которых колеблется от 1500°С до 2100°С. Выше перечисленные монокристаллы используются в лазерной и оптической промышленностях, а также микроэлектронике [1].

Для производства оксидных монокристаллов АО «ЕЗ ОЦМ» с помощью пластической деформации и электродуговой сварки изготавливает цилиндрические и конические тигли диаметром от 20 мм до 240 мм, высотой от 20 мм до 240 мм, с плоским дном и цельноштампованным дном с отбортовкой не менее 10 мм (рис. 1), а также оснастку из иридия различной конфигурации: тепловые экраны, затравкодержатели, фильеры.

Не менее перспективным направлением является использование иридия и сплавов на его основе в качестве электродов для автомобильных свечей зажигания. Испытания показывают, что ресурс таких электродов может достигать более 250 тыс. км пробега. Иридиевый стержень диаметром до 0,50 мм, приваренный лазерной сваркой к медному центральному электроду, обеспечивает высокую воспламеняемость топлива и производительность двигателя. Кроме чистого иридия в качестве материала для электродов свечей зажигания активно применяются сплавы системы иридий-родий



Рис. 1. Цилиндрический сварной иридиевый тигель с плоским дном (А) и с цельноштампованным дном (Б)

с различным содержанием основных компонентов (ИРд90-10, ИРд75-25, ИРд68-32) или более сложные тройные сплавы, например, ИРдРе89-8-3, где в качестве дополнительного легирующего элемента использован рений.

Для автомобильной промышленности АО «ЕЗ ОЦМ» изготавливает проволоку диаметром от 0,10 мм до 6,00 мм из иридия чистотой до 99,99%, а также всех сплавов системы иридий-родий и иридий-родий-рений.

Другой областью, где используется иридий, является производство дисков диаметром от 2,0 мм до 6,0 мм и толщиной от 0,10 мм до 0,50 мм из радиоизотопа Ir191. Эти диски поступают в ядерный реактор, где подвергаются радиоактивному облучению, в результате чего вырабатывается изотоп Ir192 с периодом полураспада в течение 74 суток. Полученный изотоп применяется в источниках для проведения неразрушающего контроля, а также в радиотерапии для лечения онкологических заболеваний.

Кроме того, из иридия на АО «ЕЗ ОЦМ» получают полосы толщиной от 0,10 мм до 3,00 мм, фольгу толщиной от 0,01 мм до 0,09 мм, плоские и круглые мишени различной геометрии с габаритным размером до 200 мм.

Для механического поведения большинства ГЦК металлов характерно то, что они хорошо обрабатываются и выдерживают значительную пластическую деформацию, практически не упрочняясь. В отличие от них иридий, из-за сильного упрочнения и склонности к хрупкому межзеренному разрушению в поликристаллическом состоянии и к хрупкому внутризеренному разрушению в монокристаллическом состоянии, с трудом поддается механической обработке [2]. Принято считать, что плохая обрабатываемость иридия связана с недостаточной очисткой от примесей, которые, сегрегируясь на границах зерен, снижают их когезионную прочность [3, 4]. Также существует точка зрения, согласно которой склонность к хрупкому разрушению является собственным свойством материала, а сегрегация примесей на межзеренных границах только усиливает ее [5, 6].

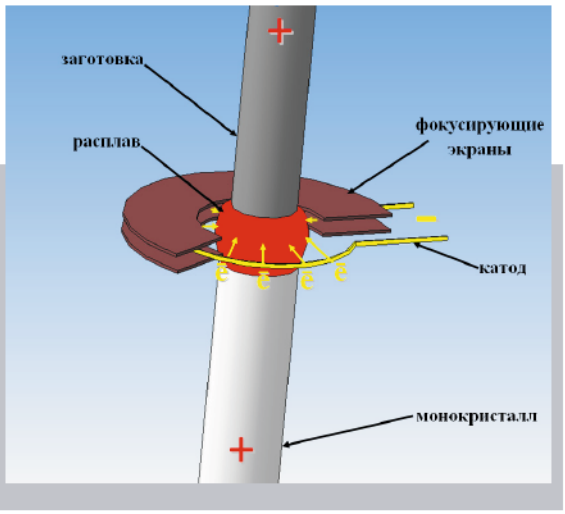


Рис. 2. Схема бестигельной зонной плавки

Существуют два способа подавления межзеренной хрупкости и повышения обрабатываемости иридия. Первый – получить максимально чистый металл и удалить примеси, которые вызывают хрупкость иридия. Второй – вывести границы зерен из материала, т.е. вырастить массивный монокристалл, и не допускать рекристаллизации металла при термомеханической обработке.

С целью очистки иридия на АО «ЕЗ ОЦМ» используется передовая технология электронно-лучевого переплава. Она позволяет очистить металл от примесей, неметаллических и оксидных включений, получить плотный слиток без пор, со структурой благоприятной для дальнейшей пластической деформации. Этот процесс осуществляется на электронно-лучевой установке УЭ-193 в глубоком вакууме с остаточным давлением менее $2 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст. Источником нагрева на установке являются три электронно-лучевые пушки мощностью по 100 кВт каждая, при помощи которых в точке фокусировки луча достигается температура плавления металла. Поскольку при электронно-лучевой плавке нагревается только место контакта луча с металлом, происходит так называемое зонное расплавление, которое положительно влияет на структуру слитка относительно пористости, ликвации. Плавка в глубоком вакууме способствует избирательной возгонке металлических и неметаллических примесей с давлением пара выше, чем у основного металла, что позволяет получить слиток высокой степени чистоты. Установка УЭ-193 позволяет получать иридий марок И99,9; И99,95; И99,99 с остаточным содержанием таких примесей как Ag, Fe, Cu, Ni, Pb, Al, Si, Sb, Zn, Sn, Mg и т.д. не более 5 ppm.

Для плавки иридия используется электронно-лучевой переплав в медной водоохлаждаемой изложнице (масса плавки составляет от 5 кг до 30 кг) и электронно-лучевой переплав со стеканием расплава с заготовки в водоохлаждаемый кристаллизатор для получения высококачественного иридиевого полуфабриката.

Монокристаллический иридий получают на электронно-лучевой установке С-2282 методом бестигельной зонной плавки, при которой расплавленный металл не контактирует с огнеупорными материалами и отсутствует кристаллизатор. Расплав находится между переплавляемой заготовкой и закристаллизовавшимся слитком (рис. 2) и удерживается только силами поверхностного натяжения. Расплавленный металл стекает с заготовки и кристаллизуется сначала

на затравке, а затем на уже образовавшемся слитке. Благодаря направленной кристаллизации происходит очистка сплава от различных примесей, которые вытесняются на поверхность расплава и затем слитка. При этом зерна прорастают от затравки через весь образовавшийся слиток, причем их количество в поперечном сечении по высоте слитка убывает. Отсутствие контакта расплава с чем-либо кроме закристаллизовавшегося металла приводит к тому, что новые зерна не образуются. Если в качестве затравки использовать монокристалл, то при определенных режимах плавки на ЕЗ ОЦМ получают монокристаллическую заготовку диаметром 30-40 мм весом несколько килограмм. Благодаря глубокой очистке металла, таким способом, кроме собственно монокристаллических образцов, удается получить качественную заготовку из иридия для изготовления бездефектной проволоки диаметром до 0,06 мм.

В литературе имеется целый ряд данных, свидетельствующих о том, что монокристаллический иридий является высокопластичным материалом, и можно ожидать, что он будет обрабатываться даже при комнатной температуре. Однако при приложении к массивному монокристаллу растягивающих нагрузок на его поверхности появляется большое количество трещин, приводящих к распаду образца на части. И только при сжатии, при минимальном уровне растягивающих напряжений, монокристаллы и мелкозернистые поликристаллы, приготовленные из монокристаллических заготовок, можно деформировать без разрушения до 70-80 %. Следовательно, применение в качестве заготовок сверхчистых монокристаллов иридия и его сплавов и сведение к минимуму растягивающих напряжений может в какой-то мере решить проблему обрабатываемости иридия [7].

Повсеместное использование процедур дискретизации материала и электронно-вычислительной техники привело к созданию программных продуктов, способных описать напряженно-деформированное состояние даже в очень сложных процессах обработки металлов давлением. Использование такого программного обеспечения позволяет минимизировать временные и материальные затраты при разработке новых технологических процессов и оптимизации существующих, однако требует знания реологических свойств моделируемого материала. Анализ литературных данных показывает, что практически все результаты исследований реологических свойств и деформируемости иридия и его сплавов [8-10] получены при испытаниях на растяжение, которые характеризуются относительно малой деформацией (не более 10-15%). Поэтому на ООО «ЕЗ ОЦМ – Инжиниринг» (дочернее предприятие АО «ЕЗ ОЦМ») была поставлена цель: на основе пластометрических испытаний путем осадки получить кривые деформационного упрочнения иридия, а также построить аналитическую зависимость его сопротивления пластической деформации от степени, скорости и температуры обработки, которая могла бы быть использована при расчете технологических процессов обработки давлением, характеризующихся большими пластическими деформациями.

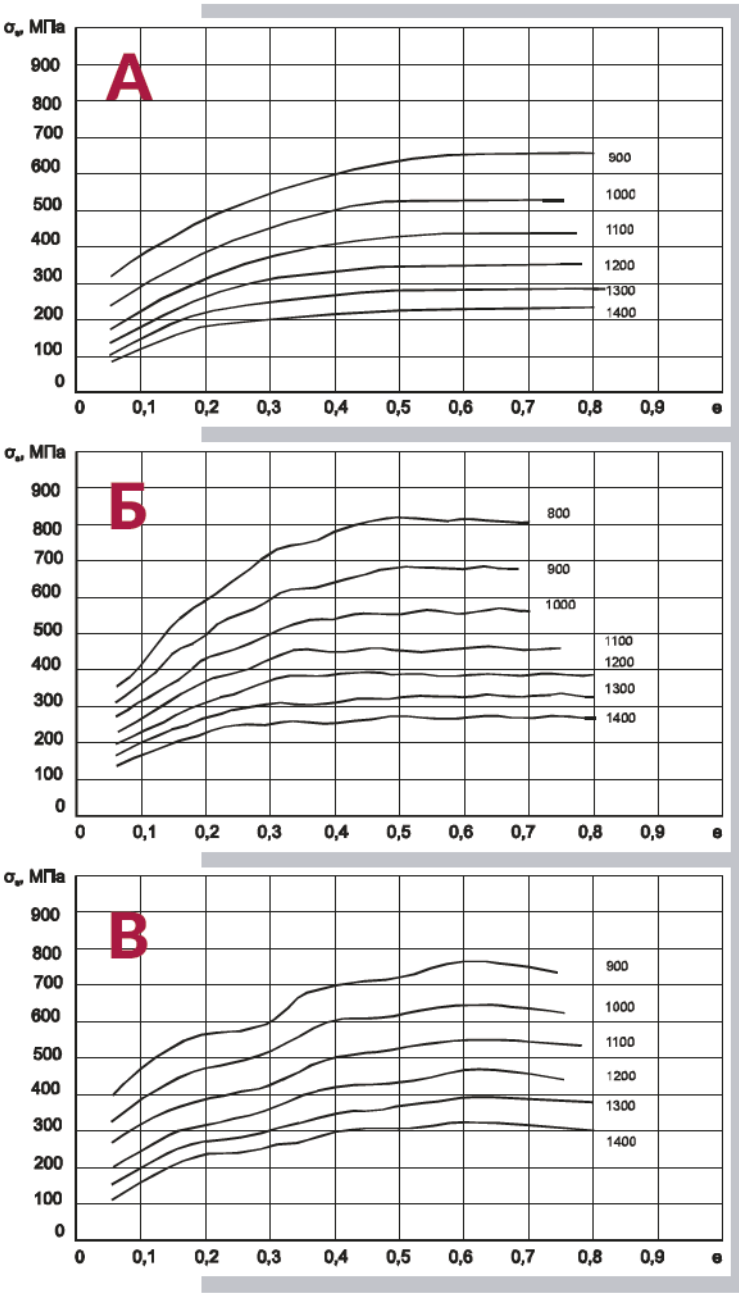


Рис. 3. Опытные кривые упрочнения поликристаллического иридия при осадке со скоростями деформации 0,2 $с^{-1}$ (А), 2,0 $с^{-1}$ (Б) и 20,0 $с^{-1}$ (В) при различных температурах

Определение сопротивления деформации σS поликристаллического иридия осуществляли на цилиндрических образцах методом осадки на пластометре кулачкового типа рабочим усилием до 1500 кН, установленном в Институте машиноведения (ИМАШ) УрО РАН, с использованием методики, подробно изложенной в работе [11]. Испытания были проведены в интервале температур T = 900-1400 °C при скоростях деформации ξ, равных 0,2 и 20,0 $с^{-1}$, и в интервале T = 800-1400 °C при скорости деформации ξ = 2,0 $с^{-1}$. Максимальная степень деформации e образцов, достигнутая в экспериментах составила величину 0,8 ($e = \ln h_o/h_к$, где h_o и $h_к$ – соответственно начальная и конечная высота образца). Скорость деформации в процессе всей осадки поддерживали постоянной благодаря соответствующему профилю кулачка и автоматизированному регулируемому электроприводу.

Результаты экспериментов – кривые упрочнения иридия в виде зависимости сопротивления деформации σs от логарифмической деформации e представлены на рис. 3 при различных скоростях деформации и температурах испытаний. Подробное рассмотрение и сопоставление результатов исследования можно найти в работе [12].

Во многих расчетных модулях анализа процессов обработки давлением применяются не графические данные, а аппроксимирующие формулы. Поэтому полученные результаты были приведены к аналитическому виду зависимости сопротивления деформации иридия от термомеханических параметров:

$$\sigma S = 4272{,}2 \cdot e^{0{,}2917} \cdot \xi^{0{,}054} \cdot \exp(-0{,}00188 \cdot T).$$

Результаты проведенного исследования были использованы в производственной деятельности ЕЗ ОЦМ, в частности, при разработке технологии изготовления иридиевых тиглей с цельноштампованным дном.

Таким образом, синергия технологических возможностей АО «ЕЗ ОЦМ» и научно-практической деятельности ООО «ЕЗ ОЦМ – Инжиниринг» позволяет создавать и предлагать рынку инновационные и высококачественные промышленные изделия из иридия.

Список литературы:

1. Cockayne, B. Czochralslri Growth of Oxide Single Crystals / B. Cockayne // Platinum Metals Review. – 1974. – V.18, N3. P. 86-91.

2. Тимофеев Н.И., Ермаков А.В., Дмитриев В.А., Панфилов П.Е. Основы металлургии и технологии производства изделий из иридия. Екатеринбург: УрО РАН, 1996. 120 с.

3. Mordike, B.L. The tensile properties of iridium at high temperatures / B.L. Mordike, C.A. Brooks // Platinum Metals Review. – 1960. – V.4, N3. P. 94-98.

4. Handley, J.R. Increasing applications for iridium / J.R. Handley // Platinum Metals Review. – 1986. – V.30, N1. P. 12-13.

5. Hekker, S.S. Brittle fracture in iridium / S.S. Hekker, D.L. Rohr, D.F. Stein // Metall. Trans. – 1978. – V. 9A. P. 481.

6. Rohr, D.L. Brittle fracture in polycrystalline Ir-0,3%W / D.L. Rohr, S.S. Hekker, L.E. Murr // Metal. Trans. – 1979. – V.10A. P.399.

7. The plastic flow of iridium / P. Panfilov, A. Yermakov, V. Dmitriev, N. Timofeev // Platinum Metals Review. – 1991. – V.35, N4. P. 196-200.

8. Brookes, C.A. The high temperature tensile properties of iridium single crystals / C.A. Brookes, J.H. Greenwood, J.L. Routbort // J. Inst. Metals. – 1970. – V. 98. P. 27-31;

9. George, E.P. Deformation and fracture of iridium: microalloying effects / E.P. George, C.G. McKamey, E.K. Ohriner, E.H. Lee // Mater. Sci. Eng. – 2001. – V. 319-321. P. 466-470;

10. Ohriner, E.K. Processing of Iridium and Iridium Alloys / E.K. Ohriner // Platinum Metals Review. – 2008. – V.52. N3. P. 186-197;

11. Потапов, А.И. Методика исследований сопротивления деформации на пластометрическом комплексе / А.И. Потапов, В.П. Мазунин, Д.А. Двойников, Е.А. Коковихин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2010. – № 9 (76). С. 59;

12. Фомин, А.А. Исследование сопротивления деформации поликристаллического иридия / Ю.Н. Логинов, С.В. Гладковский, А.И. Потапов, А.А. Фомин, Д.Р. Салихянов // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. – 2015. – N4. – С.48-54. Переводная версия: Fomin, A.A. Investigation into the Deformation Resistance of Polycrystalline Iridium / Yu. N. Loginov, S. V. Gladkovskii, A. I. Potapov, A. A. Fomin, D. R. Salikhyanov // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. – 2015. – V.56, N5. – P.532-539.