

05

Сублимация вольфрама на спиральном нагревателе

© С.И. Супельняк, Е.Б. Баскаков, В.Г. Косушкин, А.Е. Палладин

Отделение „Лаборатория космического материаловедения—Калуга“ Курчатовского комплекса кристаллографии и фотоники НИЦ „Курчатовский институт“, Калуга, Россия
E-mail: Supelnyak_SI@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 11 августа 2025 г.

В окончательной редакции 29 сентября 2025 г.

Принято к публикации 29 сентября 2025 г.

Проведен анализ процесса сублимации вольфрама в тепловом узле с нагревателем спиральной формы при температуре 1200–1720 К. Для оценки тепловых условий разработана модель процесса в системе COMSOL Multiphysics. Установлено образование микрористаллов вольфрама в областях спирали с более низкой температурой. Отмечены включения углерода в поверхность спирали, источником которых были сорбированные в порах проволоки масла при производстве ее методом волочения.

Ключевые слова: спираль из вольфрама, сублимационная перекристаллизация, модель теплового процесса.

DOI: 10.61011/PJTF.2026.03.62179.20465

Вольфрам прочно занимает свое место в электровакуумной технике и электрооборудовании. Тугоплавкость вольфрама (температура плавления $T_m = 3420^\circ\text{C}$) и стойкость к электрохимической коррозии определили его использование в качестве основного материала для изготовления нитей накаливания, нагревателей и электродов [1]. Совершенствование составов и структуры сплавов на основе вольфрама, технологии их производства и режимов использования привело к увеличению термической стабильности, ресурса нагревателей и широкому внедрению в разные сферы науки и техники [2]. Известны исследования окисления вольфрама в диапазоне температур 1000–3300 К [3–5], испарения вольфрама в вакууме и при низких давлениях водорода и паров воды при температурах 1650–3230 К [6,7], а также в среде аргона при нагреве в интервале 2850–3150 К [8,9]. Ряд исследований [10–12] показал, что сочетание высокой температуры и высокой плотности постоянного тока приводит к возникновению электромиграции в вольфраме, изменению структуры материала и формы проводника. Целью настоящей работы является анализ процесса сублимации вольфрама в нагревателе спиральной формы при температуре 1200–1720 К.

Для исследований использовали спиральный нагреватель из вольфрамовой проволоки, применяемый для синтеза высокотемпературных полупроводниковых и металлических материалов [13]. Резистивный нагрев осуществляли в камере ростовой установки „Зона-03“ в среде аргона (1 сорт) при давлении $\sim 1.8 \cdot 10^5$ Па. Конструкция теплового узла показана на рис. 1. Спираль намотана на диэлектрические стержни, расположенные равномерно по окружности цилиндрического основания, и представляет собой скрученную вдвое вольфрамовую проволоку марки ВА диаметром 0.5 мм. Для снижения тепловых потерь нагреватель помещали в многослойную теплоизоляционную оболочку. Процесс проводили при плавном увеличении напряжения от 2 до 20 В, что

приводило к росту тока от 6 до 15 А с выдержкой при максимальной мощности в течение 30 min. Оценку средней температуры спирали осуществляли с помощью аналитического выражения [14]:

$$t = -1.6181(R_t/R_{300})^2 + 202.98R_t/R_{300} + 127.76, \quad (1)$$

ее значение составило ~ 1406 К.

Оценку распределения температуры по объему спирали проводили с использованием программного пакета COMSOL Multiphysics 6.2 с применением интерфейсов „Heat Transfer in Solids“, „Electric Currents“, „Surface-to-Surface Radiation“, необходимые параметры которых объединялись через мультифизические связи. Нагреватель помещен в многослойный теплоизолирующий узел, поэтому теплообмен с окружающей средой считали незначительным. Для упрощения модели в расчете

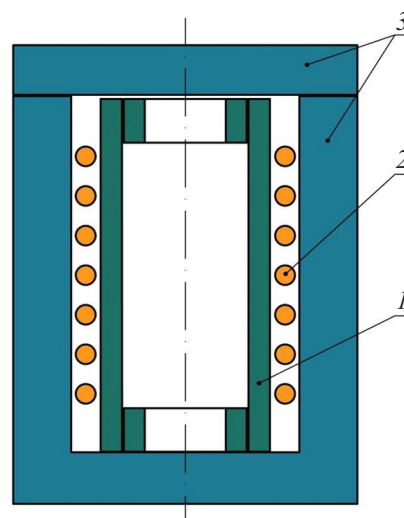


Рис. 1. Тепловой узел в сборе. 1 — керамический стержень, 2 — вольфрамовая проволока, 3 — теплоизоляция.

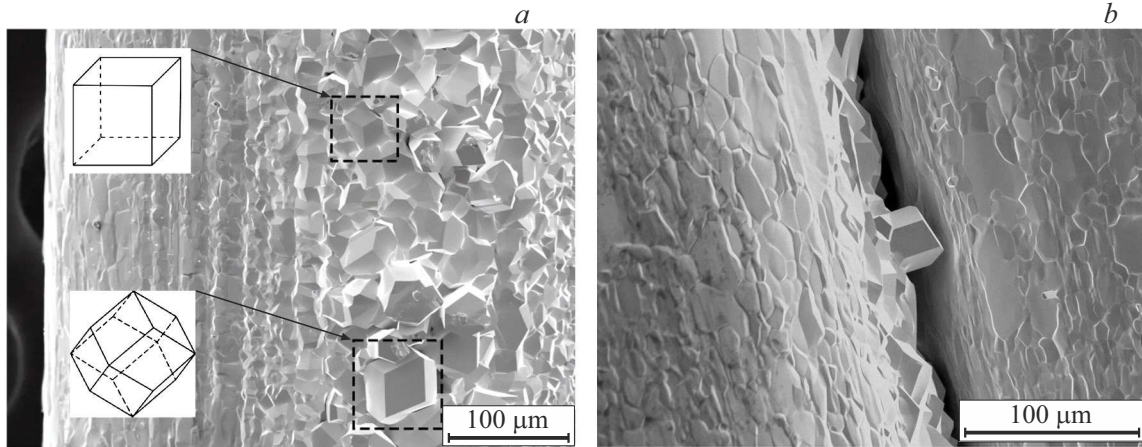


Рис. 2. Поверхность проволоки после термообработки. *a* — кристаллы на внутренней поверхности одной из проволок скрутки; *b* — внутренняя поверхность проволок в зазоре скрутки.

проволоку принимали сплошной с эквивалентным диаметром 0.7 mm. Конструкция находилась в атмосфере аргона, что исключало окисление поверхности спирали. Задача моделирования тепловых характеристик спирального нагревателя не являлась осесимметричной. Использовали модель, включающую уравнения теплопроводности, электропроводности и теплопередачи излучением:

$$\begin{cases} \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p \mathbf{u} \cdot \nabla T + \nabla \cdot \mathbf{q} = Q + Q_{ted}, \\ \mathbf{q} = -k \nabla T, \\ Q_{ted} = -\alpha T : \frac{dS}{dt}, \\ \nabla \cdot \mathbf{J} = Q, \\ \mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} + \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + \mathbf{J}_e, \\ \mathbf{E} = -\nabla V, \\ \sigma = \frac{1}{\rho_0 (1 + \alpha_r (T - T_{ref}))}, \\ J_{ems} = \varepsilon e_b(T) + \rho_d G, \\ G = G_m + G_{amb} + G_{ext}, \\ G_{amb} = F_{amb} \varepsilon_{amb} e_b(T_{amb}), \\ e_b(T) = n_0^2 \sigma_{SBc} T^4, \\ q_{r,net} = \varepsilon (G - e_b(T)), \end{cases} \quad (2)$$

где ρ — плотность, C_p — теплоемкость, T — абсолютная температура, \mathbf{u} — вектор скорости поступательного движения вещества тела, \mathbf{q} — тепловой поток, k — теплопроводность, α — коэффициент температурного расширения, S — второй тензор напряжений Пиолы–Кирхгофа, \mathbf{J} — плотность тока, \mathbf{E} — напряженность, \mathbf{D} — электрическая индукция, \mathbf{J}_e — внешняя плотность тока, V — напряжение, Q — резистивный нагрев, σ — электропроводность, ρ_0 — начальное удельное сопротивление, α_r — резистивный температурный коэффициент, T_{ref} — начальная температура тела, σ_{SBc} — константа Стефана–Больцмана, ε — поверхностная излучательная способность, T_{amb} — температура окружающей среды, G_m — взаимное поверхностное облучение, G_{ext} — внешнее облучение, n_0 — показатель преломле-

ния среды, ρ_d — диффузная отражательная способность, ε_{amb} — внешняя излучательная способность, F_{amb} — фактор окружающего вида, J_{ems} — излучательность, $q_{r,net}$ — чистый тепловой поток.

Для уравнения теплопроводности излучением начальные условия имели следующий вид:

$$J_{init} = \varepsilon e_b(T_0) + (1 - \varepsilon) e_b(T_{amb}),$$

где $T_0 = 300$ K — начальная температура тела.

Граничные условия для уравнения теплопроводности в твердых телах:

$$-\mathbf{n} \cdot \mathbf{q} = h(T_{amb} - T) + q_{r,net},$$

где \mathbf{n} — нормаль к поверхности, h — коэффициент теплоотдачи.

Для уравнения электропроводности начальным условием являлось $V_0 = 0$ V при граничных условиях

$$V = f(x, y, z, t).$$

Изображения поверхности вольфрамовой проволоки были получены с использованием растрового электронного микроскопа JEOL JCM-6000. Микрокристаллы исследовали методом энергодисперсионного микроанализа (ЭДС) с применением растровой электронной микроскопии на JEOL JCM-6000 PLUS, укомплектованном рентгеновским энергодисперсионным спектрометром.

Несмотря на то что в интервале температур от 1000 до 2000 K скорость испарения вольфрама достаточно низкая и изменяется в интервале от $5 \cdot 10^{-34}$ до $1.75 \cdot 10^{-13}$ g/(cm² · s) [15], отмечены активные процессы испарения и конденсации на поверхности проволоки. Ввиду жесткости материала, из которого скручивалась спираль, существовали зазоры между обращенными внутрь скрутки поверхностями проволоки. На рис. 2, *a* показаны микрокристаллы на внутренней поверхности одной из проволок скрутки, среди которых можно выделить формы куба и ромбододекаэдра, характерные

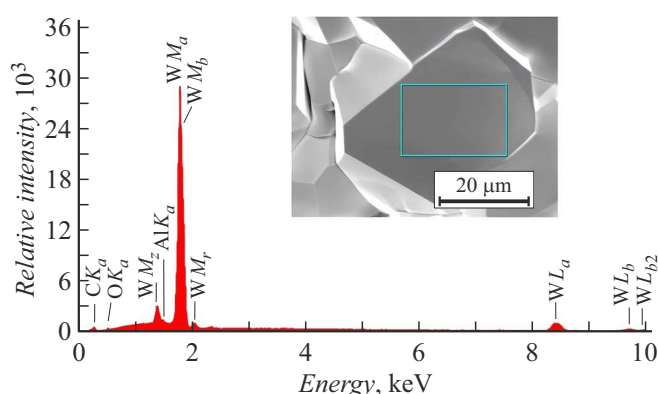


Рис. 3. Результаты ЭДС-микроанализа: изображение микрокристалла с выделенным исследуемым участком (на вставке) и рентгеновский спектр материала в указанной области.

для кристаллов вольфрама. При этом на поверхности противоположной проволоки кристаллообразование не наблюдалось (рис. 2, *b*).

Это может объясняться тем, что на определенных участках скрутки проволоки располагались одна над другой по вертикали, в такой конфигурации поверхность нижней проволоки являлась источником испаряемого материала, а верхней — затравкой. Наиболее интенсивное осаждение и кристаллизация происходили по кратчайшему пути между двумя поверхностями, чем объясняется образование гряды (рис. 2, *a*) из микрокристаллов.

Результаты ЭДС-микроанализа (рис. 3) показали содержание вольфрама в исследуемой области микрокристалла 97.25 mass%, при этом отмечено наличие характерных для сплава ВА примесей Al и O в количестве 0.31 и 0.49 mass% соответственно. Содержание углерода в количестве 1.95 mass% объясняется технологией

получения проволоки методом протяжки с применением волоочильных масел на основе высокомолекулярных углеводородов, которые проникают в поверхностные дефекты и при термической обработке выгорают с образованием углерода.

Оценка распределения температуры на основе полученной модели (рис. 4) показала, что температура в самой горячей точке спирали не превысила 1726 К.

Наибольшие температуры (1677–1695 К) наблюдались примерно на середине дуги вольфрамовой проволоки между точками ее соприкосновения с диэлектрическими стержнями, при этом в месте контактов температура составила ~ 1170 К. Стабильная температура проволоки установилась на 2000 с нагрева и не изменялась в дальнейшем. Основание и крышка подставки являлись наименее нагретыми частями модели, их температура — примерно треть от наиболее горячей точки нагревателя.

Медианная температура проволоки (рис. 4, *b*) при установлении теплового равновесия составила 1524 К, при этом средняя температура равна 1448 К. Последнее значение согласуется с оценкой по формуле (1), тем не менее результаты моделирования показывают ограниченность использования подобного аналитического подхода в резистивных нагревателях в связи с вариациями температуры из-за разницы в теплоотведении на различных участках спирали.

В результате исследования процесса сублимационной перекристаллизации нагревателя, изготовленного из вольфрама, установлено формирование микрокристаллов вольфрама в областях спирали с более низкой температурой. Отмечены включения углерода в поверхность спирали, источником которых являются сорбированные масла в порах проволоки при ее производстве методом волочения. Предложена модель процесса, учитывающая процессы теплопроводности, электропроводности и теплопередачи излучением в исследованной системе.

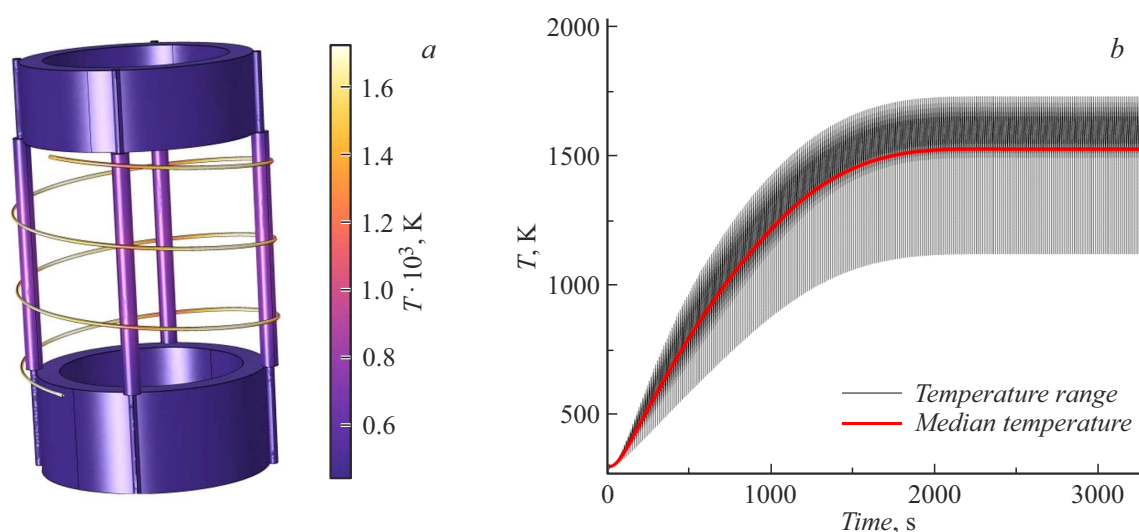


Рис. 4. Результаты моделирования. *a* — модель нагревателя в режиме теплового равновесия; *b* — зависимость температуры проволоки от времени.

Благодарности

В части электронной микроскопии работа выполнена с использованием оборудования ЦКП „Структурная диагностика материалов“ КККиФ НИЦ „Курчатовский институт“.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ „Курчатовский институт“.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] *Физические величины. Справочник*, под ред. И.С. Григорьева, Е.З. Мелихова (Энергоатомиздат, М., 1991).
- [2] J. Riesch, M. Fuhr, J. Almanstötter, *Adv. Eng. Mater.*, **26** (19), 2400951 (2024). DOI: 10.1002/adem.202400951
- [3] P.O. Schissel, O.C. Trulson, *J. Chem. Phys.*, **43** (2), 737 (1965). DOI: 10.1063/1.1696799
- [4] D.E. Rosner, H.D. Aliendorf, *J. Electrochem. Soc.*, **114** (4), 305 (1967). DOI: 10.1149/1.2426583
- [5] P.N. Walsh, J.M.R.A. Quets, *J. Chem. Phys.*, **46** (3), 1144 (1967). DOI: 10.1063/1.1840781
- [6] Э.Н. Мармер, В.В. Жуков, ТВТ, **3** (5), 771 (1965).
- [7] Р.А. Андриевский, Е.А. Галкин, В.В. Хромоножкин, ТВТ, **19** (4), 762 (1981).
- [8] G.R. Fonda, *Phys. Rev.*, **31** (2), 260 (1928). DOI: 10.1103/PhysRev.31.260
- [9] F.J. Harvey, *Metallurg. Mater. Trans. B*, **3**, 2973 (1972). DOI: 10.1007/BF02652869
- [10] D. O'Boyle, *J. Appl. Phys.*, **36** (9), 2849 (1965). DOI: 10.1063/1.1714592
- [11] J.C. Peacock, *J. Appl. Phys.*, **39** (13), 6037 (1968). DOI: 10.1063/1.1656111
- [12] A.D. Wilson, *J. Appl. Phys.*, **40** (4), 1956 (1969). DOI: 10.1063/1.1656111.
- [13] В.Г. Косушкин, С.И. Супельняк, Е.Н. Коробейникова, В.И. Стрелов, *Изв. вузов. Материалы электронной техники*, **27** (4), 295 (2024). DOI: 10.17073/1609-3577j.met202407.606
- [14] В.В. Родин, И.И. Толмачева, *Современные наукоемкие технологии*, **12** (1), 52 (2022). DOI: 10.17513/snt.39436
- [15] В.П. Денисов, *Производство электрических источников света* (Энергия, М., 1975).