

# **ИНДУКЦИОННАЯ ПЛАВКА В ХОЛОДНОМ ТИГЕЛЕ:**

## **ТЕХНОЛОГИЯ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Х. Виндсхаймер, Р. Вайтц и П. Вюббен

Linn High Therm GmbH, 92275 Eschenfelden, Германия

### **1. Аннотация**

Эта статья описывает современные разработки в области плавки в холодном тигле. Актуальные применения в области плавки реактивных металлических сплавов, а также их аппаратурное преобразование представлено на фирме Linn High Therm (LHT) для лабораторных, а также полупроизводственных установок для плавки в холодном тигле.

### **2. Вступление/теория**

Реактивные и тугоплавкие металлы, например, как титан, тантал, ниобий или молибден с высокой степенью чистоты не могут быть расплавлены в керамических или графитовых тиглях. В связи с химической реакцией материала с тиглем образуются примеси плавки, которые приводят к ухудшению рабочих свойств металлов в последующем применении. Так например, плавка титана и титановых сплавов в минералокерамических тиглях приводит к абсорбции кислорода в титане, в следствие чего, может возникнуть эффект охрупчивания [Kos06]. Эти нежелательные примеси, во многих случаях, можно избежать лишь за счет использования так называемой технологии индукционного холодного тигля. При этом, речь идет о индукционно нагретом медном тигле с водяным охлаждением, который содержит металлический расплав. Контакт между металлическим расплавом и тиглем приводит к теплоотводу из расплава, в результате чего тонкий слой затвердевшего металла является барьером между тиглем и расплавом. Этот барьер предотвращает прямой контакт между расплавом и тиглем и, таким образом, прерывает

химическую реакцию или диффузию элементов примеси, благодаря чему, можно успешно обрабатывать высокочистые и тугоплавкие металлы [Müh98].

Плавление в холодных тиглях представляет специальное проявление нагрева электропроводящих материалов с помощью чередующихся электрических полей. Обусловленный законом Ампера, поток тока проходит через индукционную катушку для возникновения магнитного переменного поля, который в свою очередь приводит к образованию переменного тока в электропроводнике, расположенного внутри катушки. Холодный тигель, в этом случае, изготавливают из меди.

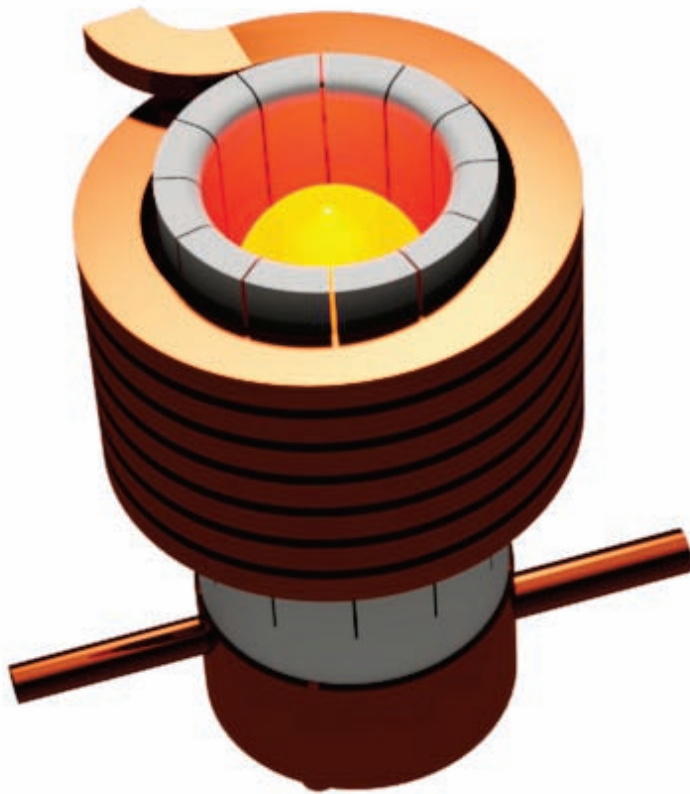


Рис. 1: Схематическое изображение индукционного холодного тигля с загруженным материалом.

В самом простом проявлении холодный тигель состоит из кольцеобразной стенки, отдельных, охлажденных водой палисадов, которые закреплены на подовой плите. Изготовленные из меди и охлажденные водой палисады, между собой не имеют электрического контакта. Таким образом, отдельные магнитные поля суммируются, исходя из этого снова образуется переменное магнитное поле, которое влияет на обрабатываемую деталь и образует благодаря омическим потерям тепло в

обрабатываемой детали. Образовавшийся плотный металлический слой („Skull“) между расплавом и тиглем суммируется, при этом, в образовавшийся изоляционный слой [Liu12].

Рис. 2 показывает схематическое изображение холодного тигля, а также принадлежащую к нему индукционную катушку для плавки металлов. Наличие достаточной применяемой мощности или высокого магнитного поля вокруг палисадов приводят в металлическом расплаве благодаря электромагнитным силам (силе Лоренца) к тому, что расплав вытекает за пределы сосуда, т.е. металлический расплав, в большей части, не имеет прямого физического контакта с палисадами тигля. Это способствует тому, что характеристика плавления достигает высокой частоты материала и сокращает потери тепла.

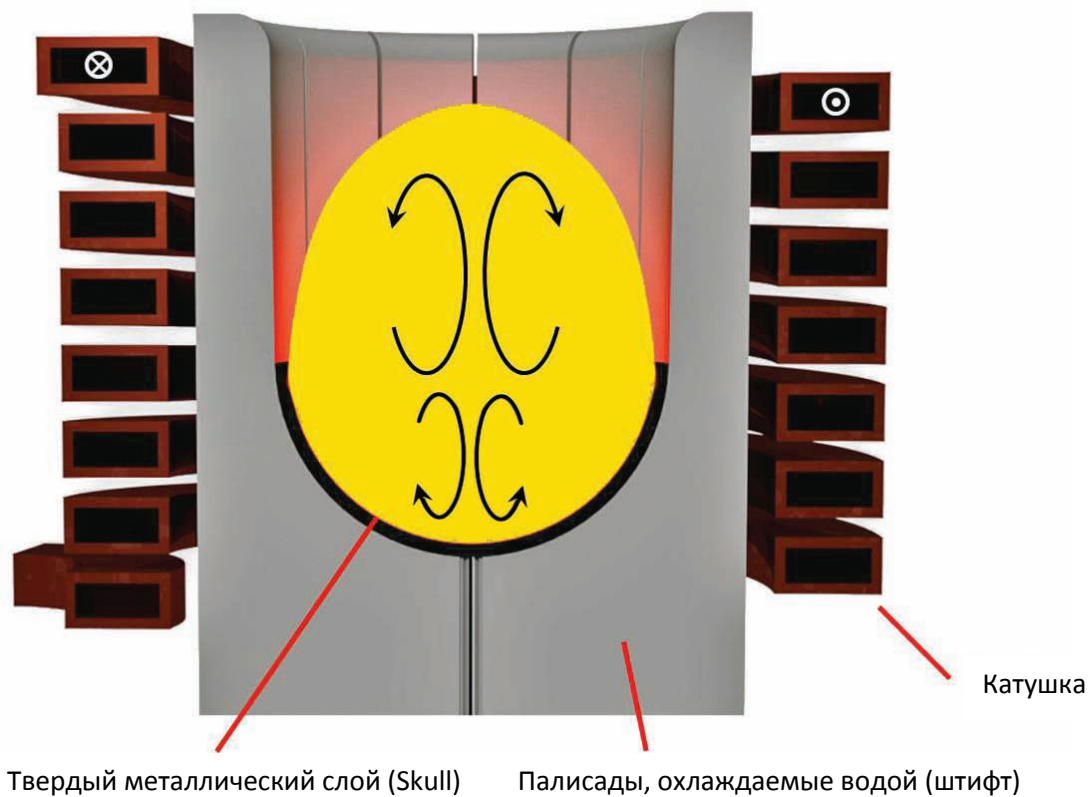


Рис. 2: Вид по сечению индукционного холодного тигля.

### 3. Область применения

Плавка в индукционном холодном тигле пользуется все большей популярностью вопреки сравнительно высокому потреблению энергии, при одновременно незначительной энергоэффективности. В результате достигнутых температур значительно выше 3000 °С, возможен почти незагрязненный расплав рефрактерных металлов и их сплавов, которые в жидком состоянии,

преимущественно химически ведет себя крайне агрессивно. Так как, материал применяемый для изготовления тигля не образует примесей, а расплав почти в любой степени можно перегреть, то эту технологию можно использовать для испарения примесей в сверхчистых материалах, например, в полупроводниковой промышленности.

В общем технология холодного тигля получила известность при обработке титана и титановых сплавов и применяется многократно [Din05, Bro00].

Наряду с этим, плавка в печи с холодными тиглями является многообещающей технологией для плавления и оплавление ядерных отходов [Ste08, Dem00, Kob05]. Так как не существуют примеси от материала тигля и холодный тигель можно многократно использовать, то лишь незначительное количество загрязненных материалов являются отходами, которые следует захоронять.

Плавление в индукционных холодных тиглях особенно хорошо подходит для материалов, электропроводимость которых с температурой значительно увеличивается, например, как для стекла и  $ZrO_2$  [Osi10, Nac06]. Исходный материал, электрически изолированный при температуре окружающей среды, подается в виде порошка в холодный тигель. До достижения достаточной электропроводимости с повышающейся температурой его следует предварительно нагреть. Для этого материал, который можно легко индуктивно нагреть, кладут в качестве подложкодержателя в тигель. Если рассматривать случай с  $ZrO_2$ , то нагрев возможен с помощью небольшого количества металлического циркония, а для стекол необходим графит. В обоих случаях порошок в непосредственной среде подложкодержателя нагревается за счет теплопроводности, пока он не будет обладать достаточной электропроводностью, для того чтобы быть нагретым напрямую индуктивно, что в зависимости от материала происходит в диапазоне от 600 до 1200 °C. Исходный материал окисляется при высоких температурах и воздушной атмосфере, например, цирконий становится  $ZrO_2$ , а графит -  $CO_2$ , который являясь стеклом не оставляет следов в материале. Если несмотря на это имеется опасность загрязнения, то «исходный материал» можно также «упаковать» в кварц, и изъять его из тигля после предварительного нагрева. Принципиально более низкая электропроводность оксидных материалов в отличие от металлов противодействуют повышению рабочей частоты (мГц). [Osi10].

Производимый сегодня такого рода  $ZrO_2$  является после кремния и сапфира по своему объему самым важным монокристаллическим материалом. Его используют благодаря высокому коэффициенту рефракции и высокому блеску драгоценных камней (= заменитель алмаза).

#### 4. Дизайн холодных тиглей

Лабораторные установки с индукционными холодными тиглями, которые имеют объем расплава в размере от 2 до 20 мл (соответствуют 16-160 гр. нержавеющей стали), можно без проблем купить в серийном производстве. Также на рынке имеются в наличии установки, применяемые для плавления трехзначного числа килограмма (индукционные холодные тигли с объемом в 30 дм<sup>3</sup> соответствуют 240 кг нержавеющей стали).

Будучи производителем электрически обогреваемых печных установок фирма LHT имеет опыт в производстве индукционных плавильных установок. Лабораторные установки для плавления в индукционном холодном тигле уже давно относятся к ассортименту продукции. После проведения интенсивной опытно-конструкторской работы с индукционными холодными тиглями в диапазоне от 0,1 до 1 дм<sup>3</sup> (соответствует 0,8 – 8 кг нержавеющей стали) фирма LHT восполнила пробел в этой области. Именно такие тигли используют для разработок в пилотных установках.

Для индукционных холодных тиглей таких размеров была необходима разработка новых конструкций, так как в конструктивном исполнении они имеют абсолютно другое исполнение, в отличие от производственных индукционных холодных тиглей. Решающим для дизайна является поверхность индукционных холодных тиглей, через которую выводится более 90 % полученной энергии. Как правило, это происходит за счет внутреннего охлаждения водой индукционного холодного тигля. При этом, следует учитывать скорость потока охлаждающей воды в зависимости от давления охлаждающей воды в палисадах, при притоке и оттоке. Соответствующее поперечное сечение провода и потока следует расположить, таким образом, чтобы избежать турбулентности и мертвого пространства, так как они приводят к нежелательным потерям давления и недостаточному потоку и, тем самым, способствуют теплоотводу.

Энергию, полученную благодаря индукционной катушке нельзя варьировать бесступенчато, как при плавке в традиционном тигле, так как для этого необходима определенная минимальная энергия, для образовавшегося в индукционном холодном тигле магнитного поля и вытекающие из этого электромагнитные силы. Электромагнитные силы являются решающими для того, чтобы жидкий расплав не имел непосредственного контакта с боковой стенкой индукционного холодного тигля. Магнитное поле, образовавшееся в индукционном холодном тигле, зависит от размещения индукционной катушки над дном индукционного

холодного тигля. В рассмотренных здесь размерах и конструктивных исполнениях индукционного холодного тигля, оптимальная позиция катушки определяется за счет проведения интенсивных экспериментов. Рис. 3 показывает результаты с применением пустого индукционного холодного тигля, чтобы исключить взаимодействие с пробой.

Из диаграммы можно сделать следующий вывод, что при размещении катушки слишком отдаленно над дном индукционного холодного тигля, входящий ток в индукционную катушку незначителен, так как стыковка незначительна. При размещении катушки низко под дном индукционного холодного тигля, устанавливается неизменный высокий ток. Оптимальным размещением катушки является плато между двумя пределами. Здесь царит равновесие между максимальной стыковкой индукционного холодного тигля и обусловленным конструктивным исполнением тока короткого замыкания в пределах индукционного холодного тигля за пределами дна индукционного холодного тигля.

Рис. 4 наглядно показывает результирующий ток при оптимальном размещении катушки и частотную характеристику в зависимости от применяемой фактической мощности. Из указанных диаграмм, индивидуальное исполнение исходной цели применения, можно рассчитать оптимальный режим работы.



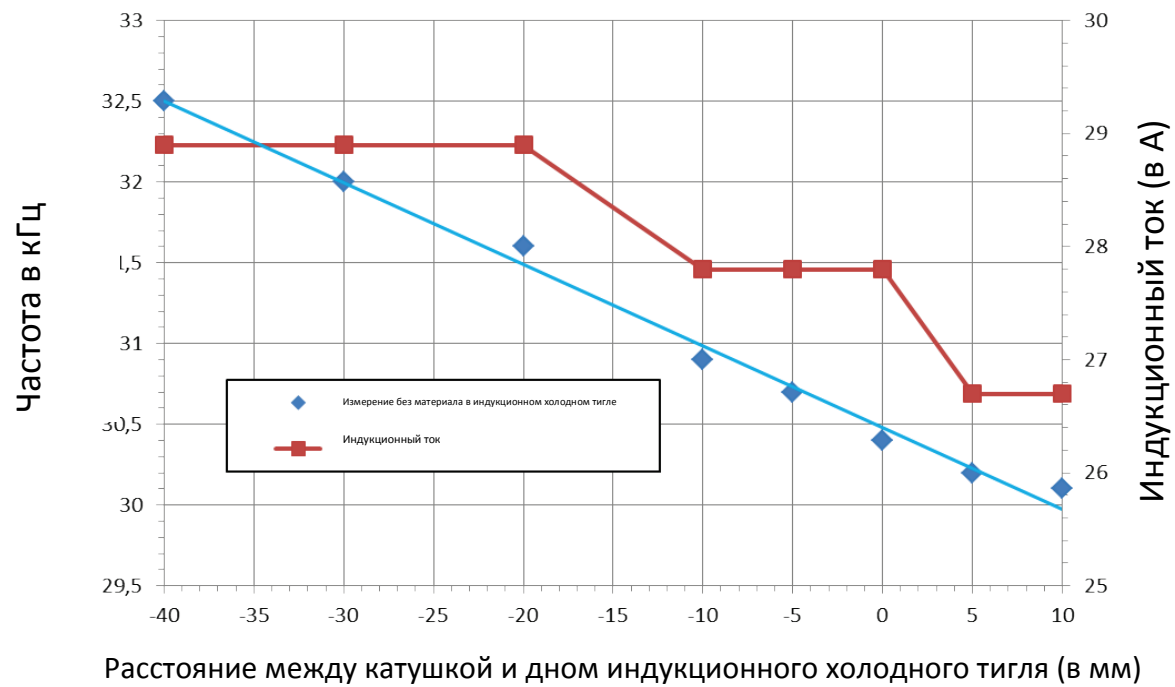


Рис. 3: Вариант размещения катушки.

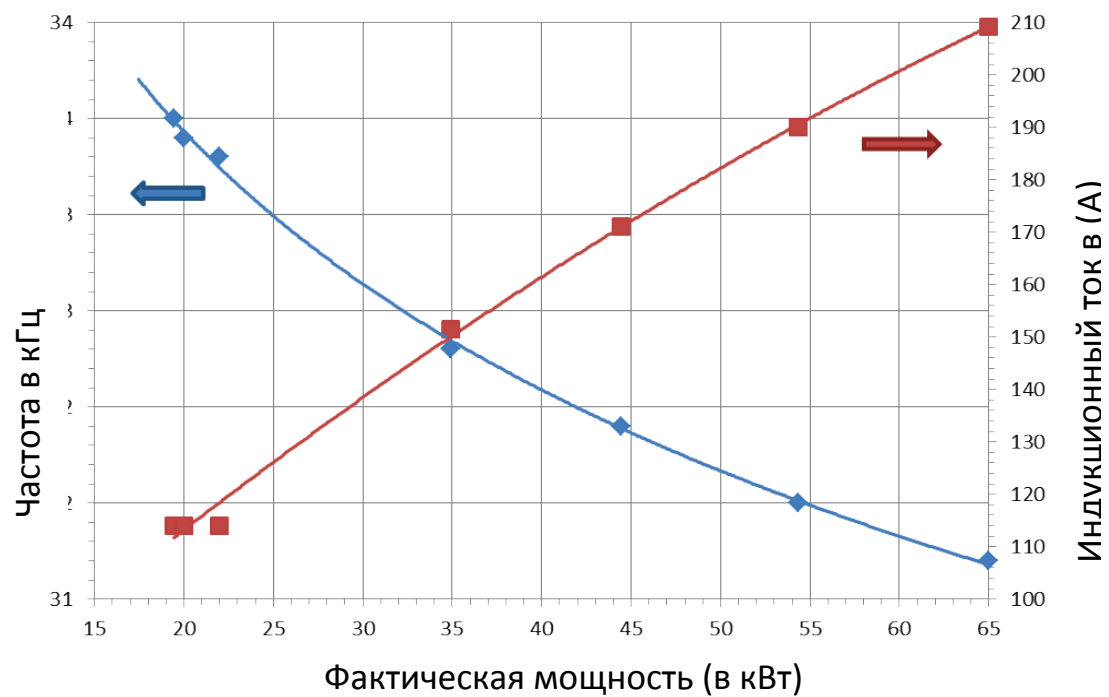


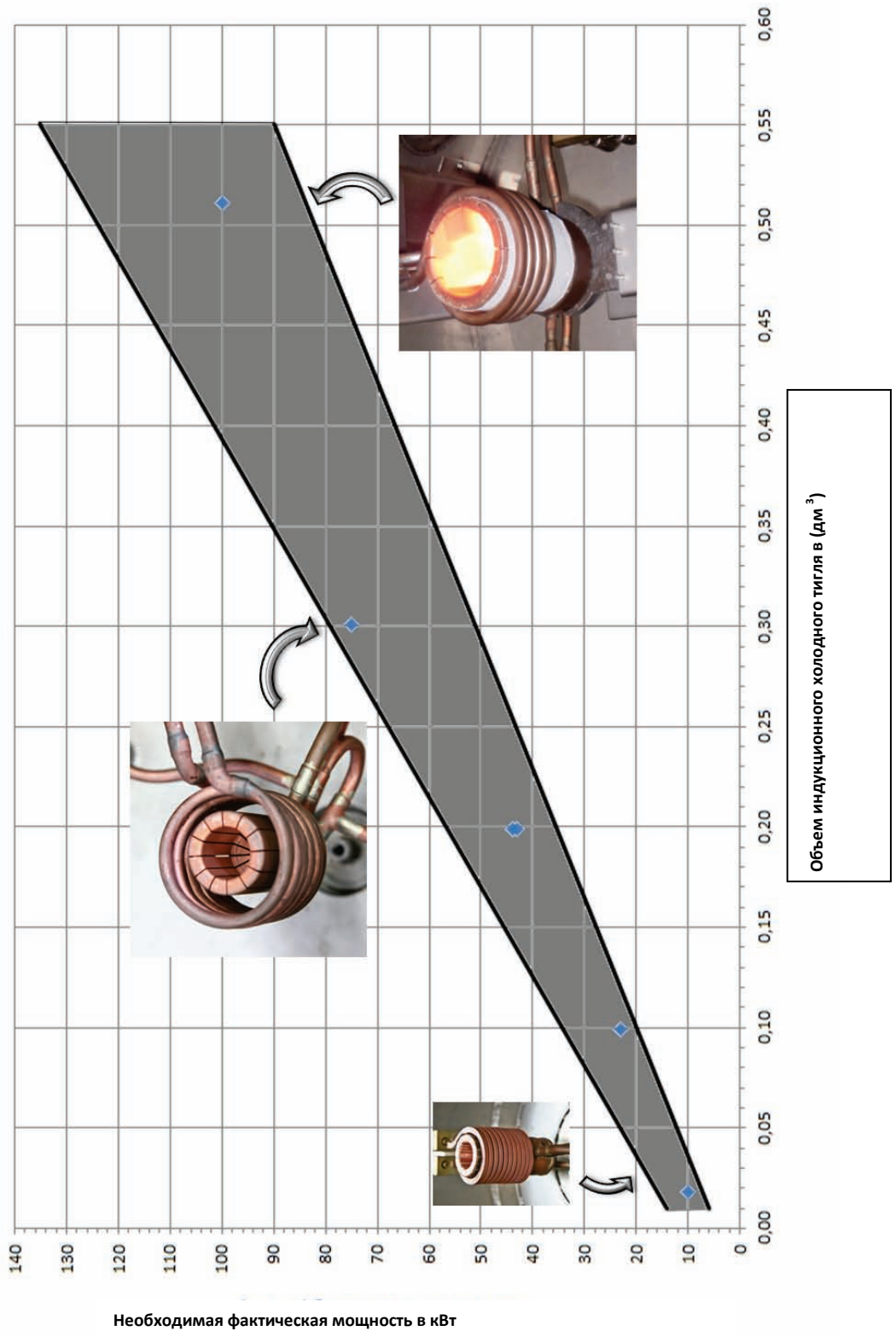
Рис. 4: Типичный ход частоты и тока для загруженного индукционного холодного тигля (объем= 600 см<sup>3</sup>).

## 5. Индукционные установки фирмы LHT с холодными стенками

В зависимости от случая применения могут быть изготовлены холодные тигли и соответствующие для этого индукционные установки различных размеров. Так, например, для потерь при плавке в лаборатории, чаще всего, достаточен незначительный объем тигля размером в несколько см<sup>3</sup>, необходимая рабочая частота индукционных установок, напротив, должна быть широкой в связи с возможной изменчивостью материала и, связанным с этим широким диапазоном.

Для лабораторных экспериментов, а также подготовки прототипов хорошо подходят размеры тиглей от 25 до 1000 см<sup>3</sup>. Таблица 1 предлагает обзор различных установок с холодными тиглями, а также конструкцию их тигля и катушки, а также типичные плавящиеся элементы. Для понижения средней продолжительности плавки или для повышения производительности, установки такого вида оснащают несколькими независимыми управляемыми конструкциями катушек/тиглей. Благодаря широкому конструктивному исполнению критерий тигля и катушки, возможно плавление самых различных материалов, например, как нержавеющей стали или титана, или титанового сплава. Установки такого типа можно оснастить индивидуально по требованию клиента большим количеством опций, например, барботерами, пирометром или вакуумными установками.

Из интенсивных экспериментальных кампаний с множеством различных установок и индукционных холодных тиглей вытекает область необходимых применяемых мощностей в зависимости от объема тигля. На рис. 5 показаны в качестве примера некоторые тигли объемом от 25 до 500 см<sup>3</sup>. Диапазон колебаний вытекает за счет влияния различных плавящихся материалов и, связанные с этим различные температуры процесса.



Необходимая фактическая мощность в кВт

Объем индукционного холодного тигля в (дм³)

Рис. 5: Область используемой фактической мощности различных индукционных холодных тиглей в зависимости от объема тигля.

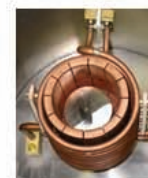
Таблица. 1: Обзор некоторых холодных тиглей индукционных установок, а также их основные данные и плавящийся образец.

	Индукционный холодный тигель лабораторной установки	Установка MFG 100 с двойным тиглем	MFG 180	180
Давление кВт	10	2x50	230	180
Потребляемая мощность в кВА	14	120		
Атмосфера	Вакуум ( $10^{-2}$ мбар), аргон	Вакуум ( $10^{-5}$ мбар), аргон	Вакуум ( $10^{-5}$ мбар), аргон	
Максимальная температура в С°				1800-2000
Частота (кГц)	2000		1800-2000	
Объем тигля (см <sup>3</sup> )	25	150-450	40-50	30-40
Объем тигля (см <sup>3</sup> )		100-300	800-900	
Область применения	Цветной/гуглоплавкий металл	Сверхчистые материалы из Fe	Нержавеющая сталь, сплавы на основе никеля	

Установка



Холодный тигель и конструкция катушки



Типичная проба

100 мм



TiAl



Сталь



Нержавеющая  
сталь

Титан

## 6. Заключение

Реализация индукционных холодных тиглей в лабораторном и/или производственном масштабе требует приспособление к соответствующим требованиям, относительно размеров садки и состава плавящихся материалов. В зависимости от степени проявления, чаще всего, необходимы различные концепции, для того чтобы, например, гарантировать достаточное охлаждение тигля и, чтобы использовать индуцированный в индукционном холодном тигле электрический ток для полноценного и стабильного магнитного поля.

Фирма LHT осуществила это благодаря кропотливой программе развития и согласовала, тем самым, свой спектр изделий, относительно, плавки в индукционном холодном тигле в пилотном масштабе, начиная с тиглей объемом в 25 см<sup>3</sup> вплоть до полупромышленных прототипных установок с емкостью до 1000 см<sup>3</sup>. При этом, можно принять во внимание большое количество обрабатываемых материалов, таких как сталь, нержавеющей сталь, цветные или тугоплавкие металлы.

## Литература

- [Müh08] Mühlbauer, A., History of Induction Heating and Melting, Vulkan Verlag, Essen, 2008.
- [Kos06] Ana Kostov, Bernd Friedrich, Predicting thermodynamic stability of crucible oxides in molten titanium and titanium alloys, Computational Materials Science, Volume 38, Issue 2, December 2006, Pages 374-385.
- [Liu12] T. Liu, Z. Dong, Y. Zhao, J. Wang, T. Chen, H. Xie, J. Li, H. Ni, D. Huo, Purification of metallurgical silicon through directional solidification in a large cold crucible, Journal of Crystal Growth 355 (2012) 145–150.

- [Din05] Ding, H., Chen, R., Guo, J., Bi, W., Xu, D., Fu, H., Directional solidification of titanium alloys by electromagnetic confinement in cold crucible, *Materials Letters*, 59, 7, pp. 741-745, 2005.
- [Bro00] Broihanne, G., Bannister, J., Using cold-crucible melting for titanium precision castings, *JOM*, 52, 5, pp. 21-23, 2000.
- [Kob05] Kobelev, A. P., Stefanovsky, S. V., Knyazev, O. A., Lashchenova, T. N., Radon, S. I. A., Marra, J. C., Holtzscheiter, E. W., Herman, C. C., Induction heated cold crucible melter testing with troublesome high level waste components, *Environmental Issues and Waste Management Technologies in the Ceramic and Nuclear Industries XI: Proceedings of the 107th Annual Meeting of The American Ceramic Society*, Baltimore, Maryland, USA 2005, *Ceramic Transactions*, 176, 159, 2005.
- [Dem00] Demine, A. V., Krylova, N. V., Polyektov, P. P., Shestoperov, I. N., Smelova, T. V., Gorn, V. F., Medvedev, G. M., High level liquid waste solidification using a "cold" crucible induction melter, *MRS Proceedings*, 663, 27, 2000.
- [Ste08] Stefanovsky, S. V., Ptashkin, A. G., Knyazev, O. A., Zen'kovskaya, M. A., Marra, J. C., Cold crucible vitrification of uranium-bearing high level waste surrogate, *MRS Proceedings*, 1107, 269, 2008.
- [Nac06] Nacke, B., Kudryash, M., Behrens, T., Niemann, B., Lopukh, D., Martynov, A., Chepluk, S., Induction Skull Melting of Oxides and Glasses in Cold Crucible, *International Scientific Colloquium Modelling for Material Processing*, 2006
- [Osi10] Osiko, V. V., Borik, M. A., Lomonova, E. E., Synthesis of refractory materials by skull melting technique, *Springer Handbook of Crystal Growth*, pp. 433-



477, 2010