

УДК 669.27:620.183]:621.73

Ю.М.Королев, И.И.Шаповалова, С.В.Морозова,
В.М.Ромашов

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ГАЗОФАЗНОГО ВОЛЬФРАМА ПРИ РОТАЦИОННОЙ КОВКЕ

Гетерогенное восстановление гексафторида вольфрама водородом обеспечивает получение осадков металла высокой чистоты [1, 2]. Однако вольфрам, полученный этим способом, имеет столбчатую структуру с зернами, вытянутыми в направлении роста, и отличается повышенной хрупкостью при комнатной температуре и низкими технологическими свойствами. Этим объясняется интерес к изучению возможности повышения технологичности осадков газофазного вольфрама.

Были исследованы осадки вольфрама, полученные методом газофазного осаждения при формировании комбинированных прутков, предназначенных для изготовления катодов ксеноновых ламп. Прутковые заготовки диаметром 12,5–15,0 мм получали осаждением вольфрама по методике [3] из смеси его гексафторида с водородом (концентрация WF_6 составляла 25–30 % (мол.) при 550–600 °С на подложку из торированного вольфрама диаметром 6,5 мм, приготовленную методом порошковой металлургии.

Изготовленные вышеуказанным методом прутки подвергали ротационной ковке с целью повышения прочности газофазного осадка вольфрама. Ковку проводили с предварительным нагревом прутков до 1530 ± 30 °С, со степенями деформации прутка 15; 35; 45 и 65%. Уменьшение диаметра прутка за проход составляло $\sim 0,5$ мм. Изменение структуры слоя газофазного вольфрама при ковке контролировали металлографически и по изменению твердости. Для этого использовали продольные шлифы, поверхность которых была параллельна образующей цилиндрического осадка. Методом рентгеновского анализа изучено изменение кристаллографической ориентировки зерен. Для чего на продольных шлифах затачивали диск шириной в 2,5 мм. С помощью установки ДРОН-3 (с Cu/K_{α} -излучением) определяли интенсивность ряда

дифракционных отражений образцов $I_{обд}$ и нетекстурированного эталона вольфрама $I_{эт}$. Оценивали относительные интенсивности отражений $I_{hkl} = I_{обд} / I_{эт}$, позволяющие характеризовать преобладание той или иной ориентировки.

Структура недеформированного осадка газофазного вольфрама показана на рис. 1, а. Со стороны подложки слой осадка толщиной 50 мкм состоит из мелких зерен (~ 1 мкм), не имеющих какой-либо текстуры. На отдельных участках границы подложки и слоя осадка (не более 20 %) наблюдается эпитаксиальный рост зерен газофазного вольфрама. Наличие таких участков свидетельствует о прочности сцепления подложки с осадком. Размер столбчатых кристаллов осадка увеличивается от центра к периферии и составляет в среднем $\sim 1-2$ мм в направлении роста при максимальном размере в поперечнике 0,15-0,3 мм.

Структура осадков послековки с разными степенями деформации представлена на рис. 1, б, в, на котором видно, что исходная столбчатая структура при степени деформации 35 % в существенной мере разрушается, но неоднородность структуры сохраняется. При увеличении степени деформации до 65 % во всем слое осадка столбчатая структура не наблюдается. Увеличение степени деформации прутка более 65 % приводило к расслоению материала подложки.

Распределение твердости по глубине слоя осадка с различными степенями деформации показано на рис. 2. У недеформированного газофазного вольфрама твердость снижается от 430 HV вблизи подложки до 375 HV у внешней поверхности прутка. Более высокая твердость осадка вольфрама вблизи подложки объясняется высокой плотностью дефектов кристаллического строения слоя мелких зерен [4]. После деформирования со степенью 15 % твердость мелкозернистого слоя снижается от 430 до 400 HV за счет частичной рекристаллизации. При увеличении степени деформации до 65 % структура становится однородной по сечению осадка, а твердость возрастает до 500 HV.

Результаты определения изменений относительных интенсивностей ряда рентгеновских отражений $Cu/K\alpha$ при ротационной ковке газофазного вольфрама приведены в таблице.

Рентгеновские исследования показали, что в исходном недеформированном осадке преобладает ориентировка [100] и близкая к ней ориентировка [310]. Ковка прутка со степенью деформации ~ 15 % приводит к ослаблению текстуры [100] в радиальном направлении, послековки со степенью деформации ~ 65 % текстура [100] исчезает; существенной остается лишь ориентировка [310] ($I = 1,7$).

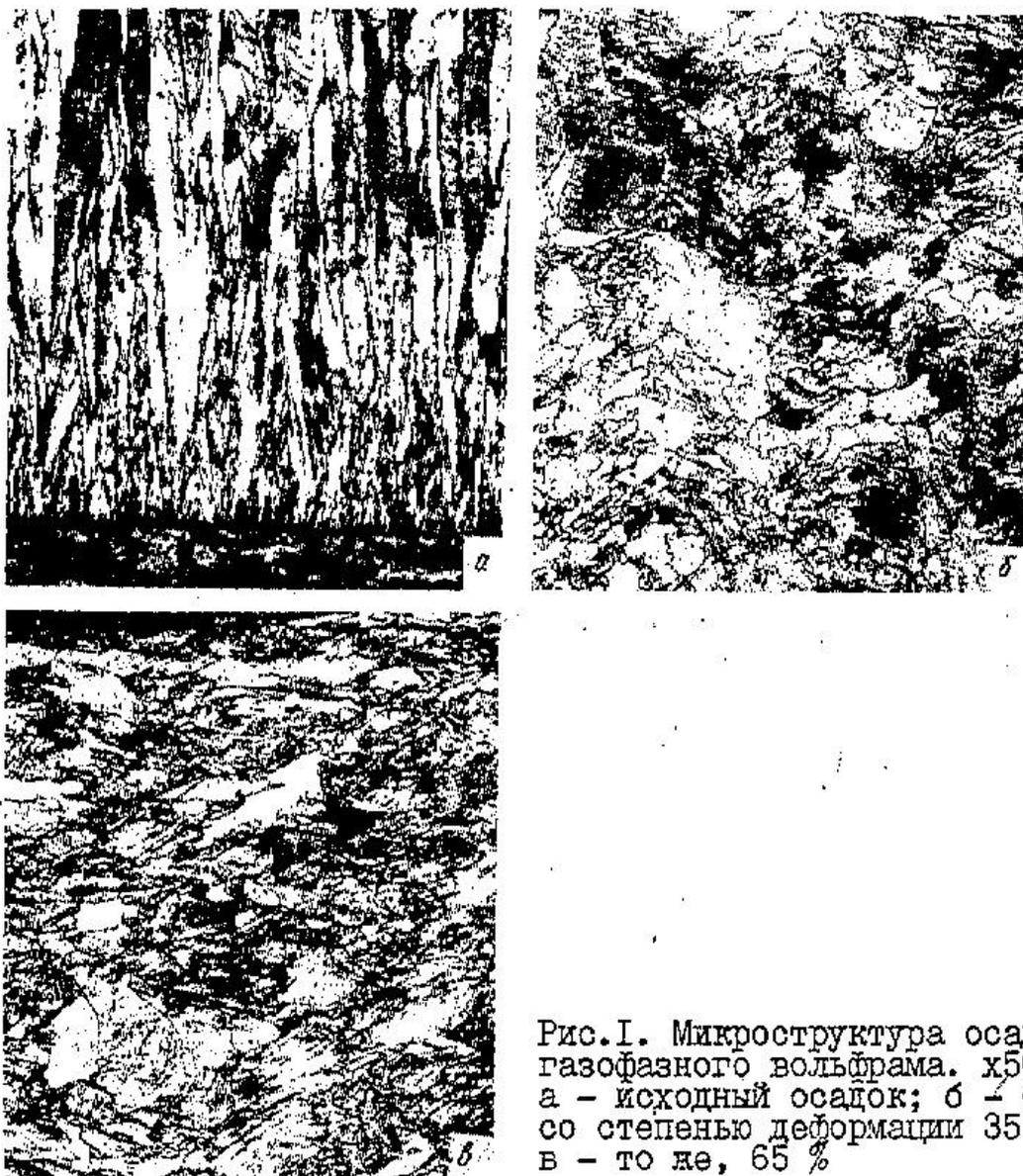


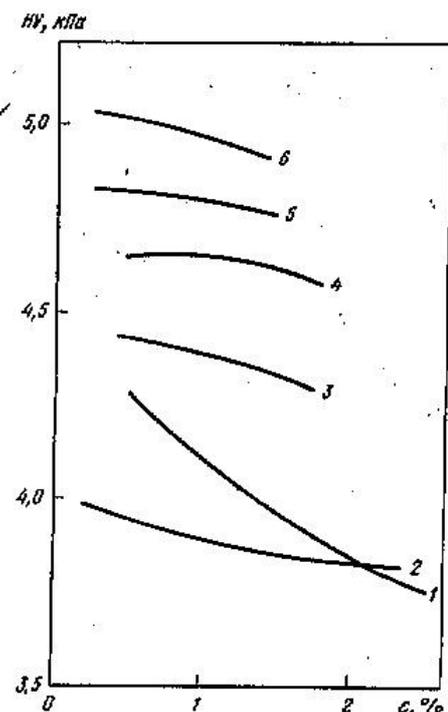
Рис. I. Микроструктура осадков газофазного вольфрама. х50:
 а - исходный осадок; б - осадок со степенью деформации 35 %;
 в - то же, 65 %

Результаты рентгеновских исследований газофазного вольфрама

Степень деформации осадков ϵ , %	Относительная интенсивность отражений I				
	[110]	[200]	[211]	[310]	[220]
0	0,07	10,2	0,49	3,64	0,02
15	0,12	1,87	1,57	3,11	0,28
65	0,15	0,53	1,04	1,70	0,33

Таким образом, проведенные исследования показали, что полное разрушение столбчатой структуры с исчезновением текстуры зерен осадка [100] происходит только после ротационнойковки со степенью

Рис.2. Изменение твердости газо-
фазного вольфрама по глубине
осадка при различных степенях
деформации ϵ , %:
1 - 0; 2 - 15; 3 - 35; 4 - 45;
5 - 55; 6 - 65



деформации 55–65 %. Такая пластическая деформация значительно повысила технологические свойства комбинированных прутков при изготовлении из них катодов и при испытании их в ксеноновых лампах. Кроме того, выбранная степень деформации позволяет изготовить катоды с минимальными допусками под механическую обработку.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Королев Ю.М., Столяров В.И. Восстановление фторидов тугоплавких металлов водородом. - М.: Металлургия. - 1981. - 184 с.
2. Королев Ю.М., Соловьев В.Ф., Столяров В.И., Ижванов Л.А. // Цветные металлы. - 1978. - № 3. - С. 69-70.
3. Морозова О.В., Королев Ю.М., Корнетов О.П., Кесаев Т.М. // Металлургия вольфрама и молибдена: Науч. тр. // ВНИИТС. - М.: Металлургия. - 1982. - № 24. - С. 39-44.
4. Фторидный процесс получения вольфрама / Под ред. Красовского А.А. - М.: Наука. - 1981. - 261 с.

МИНИСТЕРСТВО ЦВЕТНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ СССР
/Всесоюзный научно-исследовательский и
проектный институт тугоплавких металлов
и твердых сплавов (ВНИИТС) /

Получение и свойства тугоплавких материалов

Тематический
сборник
научных трудов

*Под научной редакцией
докт. техн. наук
В. К. Румянцева*



МОСКВА
"МЕТАЛЛУРГИЯ"
1989