



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 3663

(13) U

(51) 7 C22F1/18

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ПІДВИЩЕННЯ ПЛАСТИЧНОСТІ МОЛІБДЕНУ І ВОЛЬФРАМУ ТА ЇХ СПЛАВІВ

| 1 | 2 |
|---|---|
| (21) 2004020747 | титан 28 |
| (22) 03.02.2004 | хром 30 |
| (24) 15.12.2004 | магній 25 |
| (46) 15.12.2004, Бюл. № 12, 2004 р. | церій 3 |
| (72) Дзядичевич Юрій Володимирович | лантан 5 |
| (73) ТЕРНОПІЛЬСЬКА АКАДЕМІЯ НАРОДНОГО ГОСПОДАРСТВА | розріджувач (оксид алюмінію) решта, |
| (57) Спосіб підвищення пластичності молібдену і вольфраму та їх сплавів шляхом термічної обробки, який відрізняється тим, що метали попередньо відпалюють у хімічно активному порошковому середовищі, що містить, мас. %: | а потім їх насичують одним із металів V-A групи, зокрема ніобієм, у суміші при такому співвідношенні компонентів, мас. %: |
| | ніобій 90 - 95 |
| | оксид алюмінію решта. |

Корисна модель відноситься до хіміко-термічної обробки металів і сплавів і може знайти застосування для обробки фольги, дроту та листового прокату із молібдену і вольфраму, що використовуються для виготовлення різних виробів в електронній, світло- і радіотехнічній промисловостях.

Листовий прокат, дріт і прутки молібденових і вольфрамових сплавів використовуються для виготовлення різних деталей електронних, світло- і радіотехнічних пристроїв. Деталі виготовляють холодним штампуванням і різними видами механічної обробки. Оскільки поверхневий шар прокату тугоплавких металів має дисперговану структуру з великою кількістю дефектів, які при значних навантаженнях сприяють появі мікротріщин, а також наявність на межі зерен металів елементів проникнення (кисень, вуглець, азот, водень) призводить до поширення тріщини в глибину металу, внаслідок чого пластичність його різко знижується і в процесі виготовлення деталей кількість браку зростає (60% і більше).

З метою підвищення пластичності тугоплавких металів і зменшення браку, в процесі виготовлення різного типу деталей, використовують різні види проміжного відпалу, як правило, в інертній атмосфері або в вакуумі (Мальцев М.В. Термическая обработка тугоплавких, редких металлов и их сплавов. - М., Металлургия, 1974, с. 276-320). Однак такий спосіб обробки має низку суттєвих недоліків:

1.) недостатньо повне виведення із тугоплавких металів домішок проникнення (кисню, азоту, вуглецю і водню) і як наслідок нестабільне і незначне підвищення пластичності;

2.) витрата дорогих газів (аргон, гелій) і вибухонебезпечність водню;

3.) необхідність використання складних і дорогих пристроїв для глибокого очищення газів і одержання глибокого вакууму.

Відомий відпал тугоплавких металів у порошках феросиліції або силікокальції [Пат. Японії, №17607, кл. 10 A-74, 1972]. Оброблюваний металевий виріб кладуть у посудину із жаростійкої фольги, наприклад із нержавіючої сталі, в яку добавляють невелику кількість відновлювача, наприклад порошку Fe-Si або Cu-Si, виводять із посудини повітря, вологу, герметизують її і проводять термообробку в звичайній електричній або газовій нагрівальній печі. Спосіб має такі недоліки:

а) спікання геттерів і їх припикання до поверхні оброблюваного металу під час довготривалого високотемпературного відпалу;

б) необхідність проведення операцій подрібнення геттерів у порошок;

в) технологічна складність процесу герметизації посудини.

Найбільш близьким до описаного технічного результату і ефекту, який при цьому досягається, є порошкове середовище для відпалу тугоплавких металів [Пат. СРСР №1809987, С22 1/18 від 18.07.1990], яке містить (мас. %):

(13) U

(11) 3663

(19) UA

| | |
|--------------------------|------------------------------|
| титан | - 15-25, |
| алюміній | - 1-3, |
| церій-лантанова лігатура | - 3-7, |
| фтористий натрій | - 0,5-1, |
| решта | - розріджувач (прототип). |

Відпал молібдену і вольфраму проводять при 850°C і тривалість процесу досягає 20 годин, причому експозиція зростає із збільшенням товщини оброблюваного металу. Крім цього, процес трудомісткий, особливо затрачається багато часу і матеріалів на упакування контейнерів, у яких проводять відпал.

Мета корисної моделі - підвищення пластичності металів і зменшення браку виготовлених деталей.

Поставлена мета досягається тим, що молібден і вольфрам попередньо відпалюють у хімічно активному порошковому середовищі, що містить (мас. %):

| | |
|--------|-------|
| титан | - 28, |
| хром | - 30, |
| магній | - 25, |
| церій | - 3, |
| лантан | - 5 |

і розріджувач (оксид алюмінію) - решта, а потім їх насичують одним із металів V-A групи, надаючи перевагу ніобію, при такому співвідношенні компонентів, мас. %:

| | |
|----------------|----------|
| ніобій | - 90-95; |
| оксид алюмінію | - решта. |

Компоненти порошкового середовища виконують такі функції. Титан і хром поглинають вуглець, азот і кисень із тугоплавких металів. Магній поглинає кисень в області низьких температур. Церій і лантан поглинає в основному водень, а також вуглець і кисень. Розріджувач (оксид алюмінію) запобігає спіканню основних компонентів суміші, а також припиканню їх до поверхні молібдену і вольфраму.

Титан, хром, магній, церій і лантан використовуються у вигляді порошоків зернистістю 100-140мкм. Порошок оксиду алюмінію (Al_2O_3) застосовується зернистістю 40-80мкм.

При початковому використанні порошкової суміші всі компоненти змішують між собою з метою одержання однорідної маси. Відпал тугоплавких металів із використанням порошкової суміші проводять у вакуумній печі ($p=0,001Pa$) в спеціальних контейнерах, які виготовлені із жаростійких сплавів.

Для проведення відпалу використовували листовий прокат молібдену і вольфраму, з якого виготовляли зразки розміром 40x20x0,2мм.

Перед проведенням відпалу контейнер упакували в такій послідовності.

На дно контейнера насипали однорідну суміш компонентів товщиною 20±5мм, а потім у шар суміші вертикально вставляли зразки молібдену (вольфраму), віддаль між якими становила 5-7мм, а до стінок контейнера - 15±5мм. Встановлені зразки повністю засипали сумішшю із одночасним її ущільненням, причому товщина шару суміші над верхнім краєм зразків повинна бути не менше 30±5мм. Після упакування контейнера його поміщали у вакуумну піч ($p=0,001Pa$) і нагрівали

до температури, що нижче на 200°C від 0,4T_p, (де T_p - температура рекристалізації тугоплавкого металу). Процес тривав 6 годин. Потім температуру піднімали до 0,4T_p. Експозиція складала 6 годин.

Після закінчення процесу контейнер охолоджували разом із пічкою до 20±5°C, а потім його розпаковували і відокремлювали на ситі порошкову суміш від оброблених зразків. Суміш зберігають у герметичній тарі з метою запобігання контакту з парами води. Постійну активність порошкової суміші підтримують перед кожним її повторним використанням шляхом уведення 1% титану, хрому і магнію, а також 0,5% церію і лантану. Активність суміші забезпечується протягом 8-10-разового її використання.

Зразки тугоплавких металів після відпалу мають рівномірний світло-сірий колір. Під час відпалу молібдену і вольфраму в хімічно активній суміші домішки проникнення, що знаходяться на межі зерен, дифундують із глибини металу на поверхню, де вони адсорбуються компонентами порошкового середовища.

Після відпалу молібденових і вольфрамових зразків у хімічно-активному середовищі їх насичують одним із металів V-A групи, надаючи перевагу ніобію. Насичення проводять у вакуумній печі ($p=0,001Pa$) при температурі 1200°C протягом 2 годин. З цією метою використовують порошок ніобію зернистістю 40-60мкм і оксиду алюмінію зернистістю 80-100мкм. Компоненти суміші змішують між собою з метою одержання однорідної маси. Схема завантаження зразків у контейнер аналогічна вище описаній. Після закінчення процесу насичення контейнер охолоджують разом із пічкою до 20±5°C, а потім його розпаковують і відокремлюють на ситі насичуючу суміш від зразків. Суміш зберігають у герметичній тарі. Після 10-разового використання суміші до неї додають 1% порошку ніобію.

Молібден і вольфрам після насичення мають світлий сірий колір. Металографічним аналізом макродефектів у поверхневих шарах молібдену і вольфраму не виявлено. В результаті відпалу молібденових і вольфрамових зразків у хімічно активному середовищі та насичення їх ніобієм значно зростає пластичність металів порівняно з необробленими. Для оцінки пластичності використовували число перегинів (ГОСТ 13813-68). За один перегин приймали згин зразка на 90° і повернення його у початкове положення. Згин зразків проводять в обидва боки у спеціальному пристрої. Зменшення вмісту ніобію в суміші нижче вказаного інгредієнту погіршує пластичність металів, а підвищення його концентрації призводить до налипання порошку до поверхні тугоплавких металів і погіршення їх чистоти.

Для оцінки ефективності використання заявленого способу зразки тугоплавких металів відпалювали в хімічно-активній суміші, а потім насичували їх ніобієм. Концентрація ніобію в суміші досягала 90 мас. % (варіант „а”), 93 мас. % (варіант „б”) і 95 мас. % (варіант „в”). Водночас для порівняння відпалювали зразки молібдену і вольфраму в суміші, що містила (мас. %):

| | |
|----------|-------|
| титан | - 25, |
| алюміній | - 3, |

церій-лантанова лігатура - 3,
фтористий натрій - 1,
оксид алюмінію (прототип) - решта.
Температура процесу - 850°C, а тривалість - 20 годин. У кожному випадку використовували партію з п'яти пластин кожного металу. Із відпалених пластин розміром 40x20x0,2мм шляхом екструзії виготовляли стаканчики і лодочки з відношенням висоти до діаметру 5:2 і довжини до висоти 3:1, відповідно. Вироби бракувати за такими дефектами: розірвані краї, тріщини та глибокі риски на зовнішній поверхні. Результати випробувань приведені в таблиці.

Одержані результати свідчать, що заявлений спосіб дозволяє в 2 рази підвищити пластичність молібдену і зменшити в 2 рази кількість браку під час виготовлення виробів. Пластичність вольфра-

му підвищується в 3 рази, а кількість браку зменшується в 2 рази порівняно з прототипом.

Заявлений об'єкт має такі переваги порівняно з прототипом: збільшує в 2-3 рази пластичність тугоплавких металів і в 2 рази зменшує кількість браку при виготовленні виробів із них; забезпечує багаторазове використання суміші, що сприяє зменшенню вартості способу підвищення пластичності молібдену та вольфраму.

Спосіб підвищення пластичності молібдену і вольфраму та їх сплавів може знайти застосування для обробки фольги, дроту, листового прокату та прутків тугоплавких металів, які використовуються для виготовлення різних деталей електронних, світлотехнічних пристроїв і виробів спеціального призначення методами механічної обробки.

Таблиця

| Метал | Кількість перегинів, шт. Брак, % | | | |
|----------|-------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------------------------|
| | Варіант „а” | Варіант „б” | Варіант „в” | Прототип Пат. СРСР №1809987 |
| Молібден | <u>15</u> 30 | <u>18</u> 25 | <u>20</u> 20 | <u>10</u> 40 |
| Вольфрам | <u>6</u> 50 | <u>8</u> 46 | <u>12</u> 30 | <u>4</u> 60 |