



УКРАЇНА

(19) UA (11) 14594 (13) A

(51) C 22 F 1/18

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДбез проведення експертизи по суті
на підставі Постанови Верховної Ради України
№ 3769-XII від 23 XII 1993 рПублікується
в редакції заявника

(54) ПОРОШКОВА СУМІШ ДЛЯ ВІДПАЛУ МОЛІБДЕНУ І ВОЛЬФРАМУ

1

(21) 96010002
(22) 03.01.96
(24) 20.01.97
(46) 25.04.97. Бюл. № 2
(47) 20.01.97
(72) Дзядикевич Юрій Володимирович,
Горбатюк Роман Михайлович, Сміян Олег
Дмитрович
(73) Дзядикевич Юрій Володимирович (UA),
Горбатюк Роман Михайлович (UA), Сміян
Олег Дмитрович (UA)

2

(57) Порошкова суміш для відпалу молібдену
і вольфраму, що містить в собі як геттери
титан і церій-лантанову лігатуру, яка відрі-
зняється тим, що вона додатково містить
магній і хром при такому співвідношенні
компонентів, мас. %:

Титан	30-40
Магній	15-20
Хром	20-25
Церій-лантанова лігатура	8-10
Розріджувач	Решта.

Винахід відноситься до термічної оброб-
ки металів і сплавів і може знайти застосу-
вання для одержання виробів із молібдену і
вольфраму, які використовуються в електрон-
ній і радіотехнічній промисловості.

Листовий прокат, дріт і прутки молібде-
нових і вольфрамових сплавів марок МЧ,
ЦМ-2А, МЛТ, ВА, ВМ, ВТ-7, 10, 15 та інші
використовуються для виготовлення різних
деталей електронних і радіотехнічних при-
строїв. Деталі виготовляють холодним штам-
пуванням і різними видами механічної
обробки. Внаслідок шарової структури
молібденових і вольфрамових сплавів і
забрудненості їх елементами проникнення
(вуглець, кисень, азот і водень), які знахо-
дяться в основному на границях зерен, знач-
но понижується пластичність матеріалів. Під
час виготовлення деталей спостерігається
високий процент браку (більше 60%).

З метою підвищення пластичності туго-
плавких 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 ряд
суттєвих недоліків:

1) недостатньо повне виведення із туго-
плавких металів домішок проникнення (кис-
ню, азоту, вуглецю і водню) і як наслідок
нестабільне і незначне підвищення пластич-
ності;

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

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

(19) UA (11) 14594 (13) A

Відомий відпал тугоплавких металів в феросиліції або силікокальції (Патент Японії № 17607, кл. 10А-74, 1972). Оброблюваний металевий виріб кладуть в посудину із жаростійкої фольги, наприклад із нержавіючої сталі, в яку додають невелику кількість відновлювача, наприклад Fe-Si або Cu-Si порошка, виводять із посудини повітря, во-

логу, 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 в порошок;

в) технологічна складність процесу герметизації посудини.

Найбільш близьким до описаного технічного результату є порошкове середовище для відпалу тугоплавких металів (Патент СССР № 1809987, С 22 1/18 від 18.07.90), яке містить (мас. %): титан 15-25, алюміній - 1-3, церій-лантанова лігатура - 3-7, фтористий натрій - 0,5-1, решта - розріджувач (прототип). Відпал молібдену і вольфраму в такому середовищі проводять при 850°C і тривалість відпалу досягає 20 год, причому експозиція зростає із збільшенням товщини оброблюваного металу. Крім цього, процес

трудомісткий, особливо затрачається багато часу і матеріалів на упакування контейнерів, в яких проводять відпал.

Мета винаходу - спрощення технології процесу і підвищення пластичності молібдену і вольфраму.

Поставлена мета досягається тим, що в порошкову суміш для відпалу молібдену і вольфраму, що містить в собі як геттери титан і церій-лантанову лігатуру, додатково вводиться магній і хром при такому співвідношенні компонентів, мас. %:

Титан	30-40
Магній	15-20
Хром	20-25
Церій-лантанова лігатура	8-10
Розріджувач	решта.

Компоненти порошкової суміші виконують такі функції. Титан і хром - геттери, які поглинають вуглець, азот і кисень із тугоплавких металів. Церій-лантанова лігатура також має властивості геттера і поглинає в основному водень, а також вуглець і кисень. Магній поглинає кисень в області низьких температур. Розріджувач (оксид алюмінію) запобігає спіканню основних компонентів суміші, а також припиканню їх до поверхні тугоплавкого металу.

Порошок титану (ТУ 48-10-22-43), хрому (ГОСТ 5905-67), магнію (ГОСТ 804-72) і церій-лантанової лігатури (ТУ 14-22-3-87) використовуються у вигляді порошок зернистістю 120-160 мкм. Порошок оксиду алюмінію (Al₂O₃) марки ГОО (ГОСТ 6912-74) застосовується зернистістю 40-80 мкм. Церій-лантанова лігатура (Ce, La)Ni₅ - це сплав на нікелевій основі, який містить згідно ТУ 14-22-3-87 (мас. %): церій - 15, лантан - 14, кальцій - 0,8, алюміній - 0,3 і нікель - решта.

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 ($p = 1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.) в спеціальних контейнерах, які виготовлені із жаростійких сплавів.

Для проведення відпалу використовували листовий прокат молібдену марки МЧ (ТУ 48-42-66-71) і вольфраму ВА (ТУ 48-19-106-74), із якого виготовляли зразки розміром 30 x 20 x 0,3 мм.

Перед проведенням відпалу контейнер упакували в такій послідовності.

На дно контейнера насипали однорідну суміш компонентів товщиною 20 ± 5 мм, а потім в шар суміші вертикально вставляли зразки молібдену (вольфраму), віддаля між якими складала 5-7 мм, а до стінок контейнера 15 ± 5 мм. Встановлені зразки повністю засипали сумішшю із одночасним її ущільненням, причому товщина шару суміші над верхнім краєм зразків повинна бути не менше 30 ± 5 мм. Після проведення операцій контейнер поміщали у вакуумну піч ($p = 1 \cdot 10^{-5}$ мм рт.ст.) і нагрівали до температури, що нижче на 200°C від 0,4 Т_р, (де Т_р - температура рекристалізації тугоплавкого металу). Процес тривав 4 год, а потім температуру піднімали до температури, що рівна 0,4 Т_р, при цьому експозиція складала 4 год.

Попередніми дослідями, проведеними авторами заявки, встановлено, що під час нагрівання тугоплавких металів у вакуумі домішки проникнення ведуть себе по різному: одні дифундують на поверхню металу, а інші - в глибину. Причому дифузія проходить в основному по границях зерен. Приймаючи це до уваги можна припустити, що виведення елементів проникнення із молібдену і вольфраму відбувається по такому механізму.

Під час першого нагрівання контейнера, в основному, лише кисень дифундує із глибини металу на поверхню, де він ад-

сорбується магнієм. Подальше підвищення температури відпалу приводить до виведення із тугоплавких металів решта шкідливих домішок (вуглець, азот, водень), які поглинаються титаном, хромом і рідкоземельними металами.

Після закінчення процесу контейнер охолоджується разом із лічкою до $20 \pm 5^\circ\text{C}$, а потім його розпаковуювали і відокремлювали на ситі порошкову суміш від відпалених зразків. Суміш зберігають в герметичній тарі з метою запобігання контакту із парами води.

Зразки тугоплавких металів після відпалу мають рівномірний світлосірий колір. В результаті відпалу пластичність металів зростає у порівнянні з необробленими. Показником пластичності є число перегинів. Відповідно до стандарту (ГОСТ 13813-68) за один перегин приймають згин зразка на 90° і повертання його у початкове положення. Згин зразків проводять в обидві сторони в спеціальному пристрої. Зменшення вмісту титану, хрому, магнію і церій-лантанової лігатури нижче заявлених значень погіршує пластичність, а підвищення їх вмісту приводить до погіршення якості поверхні оброблюваного металу і надмірної витрати порошків, а також спостерігається спікання суміші.

Постійну активність заявленої порошкової суміші підтримують перед кожним її повторним використанням шляхом уведення 1% титану, хрому і магнію, а також 0,5% церій-лантанової лігатури. Постійну активність суміші підтримують протягом 8-10 разового її використання. Використовували

такі склади заявленої порошкової суміші, мас. %:

а) титан - 30; магній - 15; хром - 20; церій-лантанова лігатура - 8; оксид алюмінію - решта;

б) титан - 35; магній - 17,5; хром - 22,5; церій-лантанова лігатура - 9; оксид алюмінію - решта;

в) титан-40; магній - 20; хром-25; церій-лантанова лігатура - 10; оксид алюмінію - решта;

г) титан - 25; алюміній - 3; церій-лантанова лігатура - 7; фтористий натрій - 1; оксид алюмінію - решта (прототип).

Для відпалу в порошковій суміші вище вказаного складу використовували в кожному випадку партію із п'яти пластин розміром $30 \times 20 \times 0,3$ мм молібдену і вольфраму. Результати випробувань відпалених зразків приведені в таблиці.

Одержані результати свідчать, що відпал тугоплавких металів в заявленій порошковій суміші дозволяє підвищити їх пластичність в 2 рази.

Заявлений об'єкт має такі переваги у порівнянні з прототипом: значно спрощує технологічний процес відпалу (зменшується кількість підготовчих операцій), економія електроенергії (зменшується температура і тривалість відпалу більше, ніж в 2 рази).

Порошкова суміш може знайти застосування для відпалу листового прокату, фольги, дроту, прутків тугоплавких металів, які використовуються для виготовлення різного типу конструкційних елементів електронних приладів і виробів спеціального призначення методом штампування і глибокої витяжки.

Метал	Кількість перегинів			
	склад "а"	склад "б"	склад "в"	прототип
молібден	5	6	8	4
вольфрам	2	3	4	2

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор М. Керецман

Замовлення 4139

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України,
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл., 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101

