

Винахід відноситься до термічної обробки металів і сплавів і може знайти застосування для одержання виробів із молібдену і вольфраму, які використовуються в електронній і радіотехнічній промисловості.

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

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 ряд 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 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, 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 в порошок;
- в) технологічна складність процесу герметизації посудини.

Найбільш близьким до описаного технічного результату є порошкове середовище: для відпалу тугоплавких металів (Патент СРСР № 1809987, С22 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 * 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 В А (ТУ 48-19-106-74), із якого виготовляли зразки розміром 30 x 20 x 0,3 мм.

Перед проведенням відпалу контейнер упакували в такий послідовності.

На дно контейнера насипали однорідну суміш компонентів товщиною 20 ± 5 мм, а потім в шар суміші вертикально вставляли зразки молібдену (вольфраму), віддалі 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 $0,4 T_p$, (де T_p - температура рекристалізації тугоплавкого металу). Процес тривав 4 год, а потім температуру піднімали до температури, що рівна $0,4 T_p$, 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 другі - 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 механізмі.

Під час першого нагрівання контейнера, в основному, лише кисень дифундує із глибин і металу на поверхню, де він адсорбується магнієм. Подальша підвищення температури відпалу приводить до оиведення із тугоплавких металів решта шкідливих домішок (вуглець, азот, водень), які поглинаються титаном, хромом і рідкоземельними металами.

Після закінчення процесу контейнер охолоджується разом із пічкою до $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$, а потім його розпаковували 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-G8) за один перегин приймають згин зразка на 90° і повертання його у початкове положення. Згин зразків проводять в обидві сторони по 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 порошоків, 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 T_f використання. Використовували

такі склади заявленої порошкової суміші, мас. %:

а) титан - 30; магній - 15; хром - 20; церій-лантаіова 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-лантаіова 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 а 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 а 2 рази).

Порошкова суміш, може знайти застосування для підпалу 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