

化学气相沉积法制备铼管的研究

李靖华 胡昌义 高逸群

(昆明贵金属研究所 昆明 650221)

文 摘 采用化学气相沉积方法研制成功我国第一只铼管(12.5 mm ×30 mm),研究了铼管的组织结构和其他性能。金相及扫描电镜观察表明,化学气相沉积法制备的铼材基本无缺陷,密度接近理论值;维氏硬度测量值高于加工态工业铼片。化学气相沉积是一种制备铼管的可行且有效的方法。

关键词 化学气相沉积,铼管,显微结构

Study of Rhenium Tube Prepared by Chemical Vapor Deposition

Li Jinghua Hu Changyi Gao Yiqun

(Kunming Institute of Precious Metals Kunming 650221)

Abstract First rhenium tube in china was successfully prepared by chemical vapor deposition (CVD). Microstructure and other properties of the tube were researched. Metallographic and scanning electron microscopic observations show that the rhenium tube is nearly free of metallurgical imperfections. Density of rhenium by CVD is near to theoretic value of the rhenium and its hardness is higher than that of worked rhenium. CVD is feasible and effective in preparation of rhenium tube.

Key words Chemical vapor deposition, Rhenium tube, Microstructure

1 前言

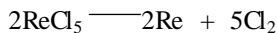
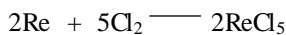
金属铼因其熔点高、高温强度大和一定的室温塑性等一系列的优良性能,在国外被广泛应用于现代尖端技术,比如:热离子发射材料,高温发动机喷管等^[1]。但是,铼的加工却较为困难。铼丝和铼片用粉末冶金法有成熟的加工工艺,而铼管的制备在国内目前还是空白。特别是化学气相沉积(CVD)法,只有美国等少数国家开展过此类研究^[2,3]。化学气相沉积对于制备难加工的金属有优越性,从原料可以一次得到所需尺寸的管材,避免了繁琐的加工工序。化学气相沉积工艺过程一般在密封的真空系统中进行,极少污染,纯度较高,所得产品密度接近理论值,这是其它工艺方法难以做到的。开展化

学气相沉积制备铼管的研究,目的是为各种类型铼管的实际应用作基础性探索工作。

2 实验

2.1 实验原理

化学气相沉积制备铼材的化学反应过程分为两步,即金属原料铼的氯化物和铼的氯化物的分解沉积,具体反应式如下:



2.2 实验装置

如图1所示,模芯加热用4 000 Hz的中频感应线圈,原料铼用电炉加热,样品台可以旋转并上下移动,以确保所制备铼管的均匀性。

收稿日期:2001-04-12

李靖华,1964年出生,副教授,主要从事贵金属及其合金材料的生产开发及高温器皿材料的研究工作

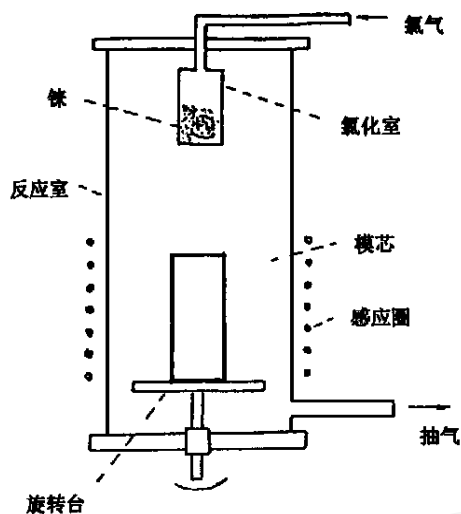


图1 化学气相沉积铼装置简图

Fig.1 Schematic diagram of chemical vapor deposition for rhenium

2.3 实验方法

先将整个系统抽真空,加热模芯和铼到所需温度,然后将净化的氯气通入加热到一定温度的铼,使其反应生成铼的氯化物气体。铼的氯化物气体输送到沉积室,当遇到已加热到一定温度的基体后,铼的氯化物发生热分解反应,分解出的铼沉积在基体上,产生的氯气通过吸收捕集后进入机械泵排空。控制沉积的时间可以得到一定厚度的铼层材料,用化学法或电化学法将基体去除即可得到一定尺寸的铼管。

3 实验结果及讨论

3.1 化学气相沉积铼的密度

金属铼的理论密度为 21.02 g/cm^3 , CVD 铼的密度为 20.92 g/cm^3 ,为理论密度的 99.5%,非常接近理论密度值。

3.2 化学气相沉积铼的硬度

化学气相沉积法制备的铼材维氏硬度[608 Hv(横截面),686 Hv(纵截面)]高于加工态的工业铼片(584 Hv)。

3.3 化学气相沉积铼的组织结构

化学气相沉积铼管经电子探针扫描确认为纯铼,空隙及缺陷极少,沉积质量较高(图2和图3)。CVD Re 沉积层比较致密,靠模芯一侧有细小的等轴晶,之后为粗大的柱状晶(图4)。这说明 CVD Re 的形核非常细小,随着沉积过程的进行,沿着沉积方向

宇航材料工艺 2001 年 第4期

晶粒不断合并长大。沉积层外侧凹凸不平,显现出典型的沉积生长形态(图5)。采用分次沉积的办法,使生长的柱状晶呈不连续状,达到一种比较理想的结构形态,且晶粒生长方向垂直于基材表面,(图6和图7)。

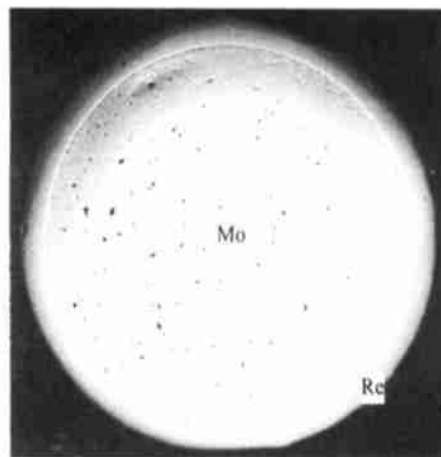


图2 头部形貌 Mo - Re

Fig.2 Appearance of head end of Mo-Re

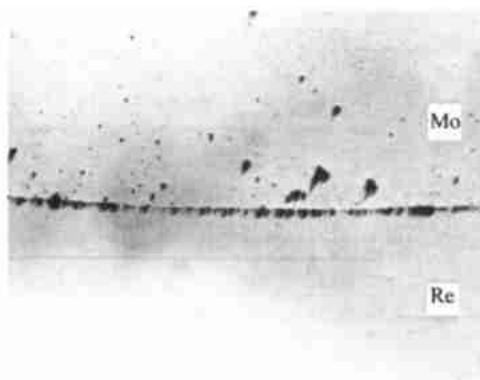


图3 Mo - Re 复合形貌 50 ×

Fig.3 Microstructure of Mo-Re composite

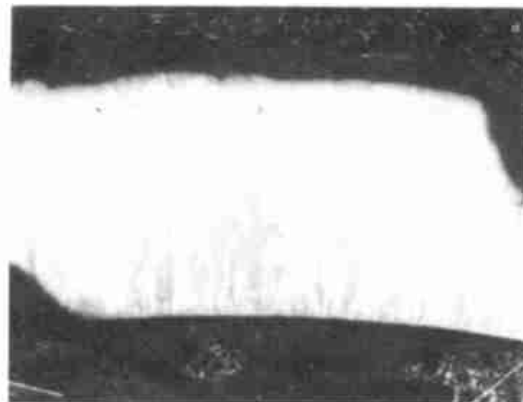


图4 CVD Re 不连续柱状晶 25 ×

Fig.4 Discontinuous rod-like crystal of CVD Re



图5 Re层外侧凹凸不平 1 000 ×

Fig.5 Outside appearance of rhenium coating



图6 CVD Re 柱状晶形貌 100 ×

Fig.6 Rod-like crystal of CVD Re

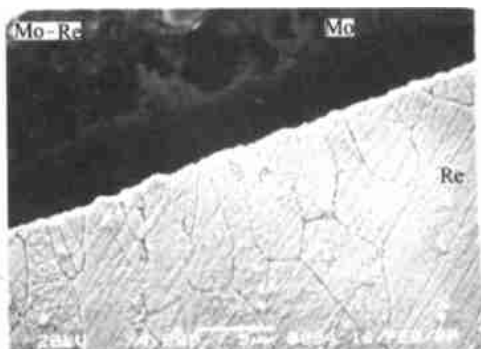


图7 在Mo基体上形核的Re柱状晶 4 000 ×

Fig.7 Coring of rod-like crystal of rhenium on Mo substrate

4 结论

(1) 采用化学气相沉积(CVD)法制备铼管是可行的,并已成功研制出 12.5 mm ×30 mm 的铼管,为各种铼管的应用提供了一种新的工艺基础。

(2) CVD 铼管的致密度高,密度接近理论密度,是一般的方法难以达到的;硬度超过加工态的工业铼片。CVD 法是一种制备铼管或其他铼材的较为有效的方法。

参考文献

- 1 Harding J T, Kazaroff J M, and Appel M A. Iridium-coated Rhenium Thrusters by CVD. NASA TM - 101309, 1998:10
- 2 Biaglow J A. Rhenium Material Properties. AIAA95 - 2398,1995:15
- 3 Mittendorf D. The Effect of Manufacturing Processes on the Mechanical Integrity of Rhenium. AIAA97 - 2675,1997:8

渗碳及碳氮共渗新工艺

渗碳及碳氮共渗等金属表面硬化方法,传统工艺热处理周期长、耗能多、成本高。本成果创造的“钢件活化催渗气体快速渗碳法”和“碳和其它元素的快速复合渗工艺”专利,在理论和实践上有重大突破,具有突出的优点和国内外领先的渗透。

气体渗碳与碳氮共渗过程是多相化学反应和扩散过程,是复杂多变、互相制约的过程。使控制因子加速,并使其它各个过程协调一致加速,整个化学处理过程在较短时间内完成。化学热处理过程中最慢的过程不一定是整个化学热处理过程的控制因子,而工件的表面状态才是化学热处理过程中的控制因子,此乃两项发明依据的基本原理。

在活化表面上使催化渗剂强有力地分解为可渗入钢表面的活性原子,该活性原子又在活化表面强烈的吸附作用下被工件表面吸收,获得较高的表面浓度和浓度梯度,使扩散得到加速,这就使通常的分解、吸收和扩散受控于工件的表面状态,提高工件表面的活化程度,是加速化学热处理的重要途径。

适用于化学热处理炉,对设备无需改造,也不增加附加设施,渗剂为煤油、氨等;无特殊要求,钢种为通常渗碳和碳氮共渗用钢,不需增加物耗成本。生产效率高、耗能少,效益十分显著。

·李连清·