

Symposium C08

Rare Metals, Refractory Metals and Their Applications

稀有和难熔金属及其应用

2017年7月8-12日

分会主席:

曲选辉

北京科技大学

周武平

安泰科技股份有限公司

秦明礼

北京科技大学

联系人:

章林

北京科技大学

电话: 15210951541

邮箱: zhanglincs@163.com

贾宝瑞

北京科技大学

电话: 15727308710

邮箱: jiabaorui31032@126.com

C08. 稀有有和难熔金属及其应用

分会主席：曲选辉、周武平、秦明礼

C08-01

钽铌冶金与新材料技术、产品研究进展

何季麟

中色东方（宁夏）有限公司

钽铌元素阳极氧化膜介电常数高，具有优异的电气特性，这是钽铌区别于其他难熔金属的重要特征。钽铌金属粉末纯化、细化、球形化、阳极氧化膜均质化的新技术与产品研究进而制备超高容量和耐压性好的中高压大容量钽铌电解电容器是钽铌电子级粉体材料技术发展的新趋势。钽铌金属具有耐高温、耐腐蚀、超导转变温度（ T_c ）高、抗电子迁移能力强以及钽铌化合物的热/光/电/磁等突出特性，钽铌及其合金和化合物已成为半导体、低温超导、液晶显示、航空航天发动机部件、高能物理射频超导加速腔技术、穿甲兵器、压电滤波技术、超合金、生物医用技术、高温装置、高档玻璃等高技术领域重要的功能和结构材料。报告重点介绍了钽铌冶金与功能新材料制备技术与产品研究工作的进展，阐述了进一步挖掘钽铌的本质特性，开发具有新功能特性服务于高端应用的钽铌金属、合金与化合物材料的新技术、新产品发展趋势，进而推进新技术研究开发、更好地提升钽铌功能性新材料的科学价值。

C08-02

难熔金属在国家重大工程中的应用

周武平

安泰科技股份有限公司

C08-03

钢/钨异种材料扩散连接中间层的设计与连接特性研究

刘文胜

中南大学

C08-04

半导体用高纯钨、钽材料研究及应用进展

张忠健^{1,2}，魏修宇^{1,2}

1. 硬质合金国家重点实验室

2. 株洲硬质合金集团有限公司

稀有金属钨和钽由于具有高密度、高熔点、高导热以及良好的高温性能等，在航空航天、国防军工、电子信息及高温加热等领域具有广泛的应用，特别是应用于半导体集成电路的高纯钨、钽精加工材料是最近的研究热点。半导体离子注入、磁控溅射靶材等领域对高纯钨、钽精加工材料的纯度、致密度和微观组织都有着极高的要求。本文系统研究了锻造、轧制、热处理等工艺参数对高纯钨、钽材料致密度、晶粒组织、织构和性能的影响规律，并就高纯钨、钽精加工材料在半导体离子注入、磁控溅射靶材等领域的应用现状与应用前景进行了综合分析。

C08-05

放电等离子烧结（SPS）在钨/钽材料研究中的应用

张久兴

合肥工业大学

C08-06

高温抗氧化涂层钼材的制备与性能

张厚安

厦门理工学院

C08-07

Y₂O₃-W 基钡扩散型次级阴极的研究

王金淑

北京工业大学 100124

通过第一性原理对不同稀土氧化物掺杂-钨基体系的逸出功进行计算，在优选稀土元素基础上，利用 Monte-Carlo 算法对电子运动深度范围进行分析，并且模拟高能一次电子轰击 Y₂O₃-W 阴极体系时的次级电子发射物理过程。采用喷雾干燥技法结合氢气还原制备 Y₂O₃ 掺杂阴极钨粉，系统研究稀土氧化物含量、还原工艺对粉末平均粒径、微观形貌的影响。将粉末压制烧结成阴极基体，通过高温浸渍液相共沉淀法制备的活性铝酸盐，成功获得浸渍型 Y₂O₃ 掺杂钨基次级发射阴极。研究表明，提高 Y₂O₃ 含量有利于获得孔度更加均匀的发射体，且阴极的发射性能更为优异。其中当 Y₂O₃ 含量为 15 wt% 时，充分激活的阴极在 1100 °C_b 时测得的零场电流密度 J₀ 为 14.06 A/cm²，有效逸出功为 2.095 eV，阴极的最大次级发射系数 δ_m 可以达到 3.96。

C08-08

新型高强韧铜合金制备关键技术及其性能研究

王快社

西安建筑科技大学冶金工程学院

C08-09

高择优取向 W 单晶涂层化学气相输运沉积制备及应用

谭成文

北京理工大学材料学院

C08-10

Y₂O₃ 弥散强化超细钨基合金先驱体粉原位化学合成及应用

马宗青

天津大学

C08-11

高性能难熔金属制品的近终形制备

秦明礼

北京科技大学

C08-12

掺杂钨板轧制工艺的研究

祁美贵

厦门虹鹭钨钼工业有限公司

C08-13

钼合金纳米喷雾掺杂技术及产业化

冯鹏发

金堆城钼业股份有限公司

C08-14

超粗晶硬质合金制备及压痕下塑性变形机制研究

刘雪梅, 张建龙, 宋晓艳, 王海滨, 侯超

北京工业大学 100124

晶粒尺寸 $\geq 5\mu\text{m}$ 的 WC-Co 超粗晶硬质合金具有优异的抗热疲劳、抗热冲击性能,因此在矿用和挖掘工具、冷镦模具、轧机轧辊等极端工况条件下服役的耐磨工模具领域得到了广泛应用。工模具的服役寿命得益于超粗晶硬质合金材料的高韧性。本文旨在研究压痕下超粗晶硬质合金的变形机制及其具有高韧性的根本原因。以纳米 WC-Co 复合粉作为添加剂,以粗颗粒 WC 和 Co 粉末为原料烧结制备超粗晶硬质合金,研究纳米复合粉添加量对制备组织和性能的影响;制备的超粗晶硬质合金在维氏压头下进行变形。针对压痕下变形区域的显微组织进行 EBSD、TEM 观测和分析,研究其塑性变形行为及机制。结果表明:添加适量添加纳米 WC-Co 复合粉可有效促进 WC 晶粒长大,为超粗晶硬质合金的制备提供了新的方法;变形区域内超粗晶硬质合金的显微组织与超细硬质合金有本质的不同。外力作用下,WC 内高密度位错在滑移方向的聚集和交叉、柱面 $\{10\cdot11\}\langle-12\cdot13\rangle$ 和锥面 $\{11\cdot22\}\langle-12\cdot13\rangle$ 和 $\{10\cdot11\}\langle-12\cdot13\rangle$ 多滑移系的启动,是粗晶 WC 塑性变形的关键,也是超粗晶硬质合金具有高韧性的根本原因。

C08-15

扩散式钨钨阴极用钨基体材料的研究

何学良, 周增林, 李艳, 惠志林, 王伏

北京有色金属研究总院 100088

目的:现代真空电子器件特别是高端的太赫兹器件需要发射稳定、发射电流密度较大、发射寿命长的高可靠阴极。但是,传统阴极多孔钨基体存在孔度波动较大、平均孔径偏大闭孔率较高、骨架强度低等问题。因此,改善多孔钨基体的孔隙特性和力学性能对高可靠阴极乃至整体器件质量的提升至关重要。方法:本文以中颗粒规格钨粉为原料,采用射流分级技术对原料钨粉进行粒度调控,冷等静压压制成形,氢气高温烧结钨压坯得到多孔钨烧结体,再经浸铜、机加工及去铜处理,制备出多孔钨基体。分别采用激光粒度分析仪、费氏粒度仪、振实密度仪、ICP-MS、FESEM、万能拉伸试验机、压汞仪等,表征了钨粉的粒度及其分布、振实密度、颗粒形貌、化学成分,以及多孔钨基体的抗拉强度、孔隙度及平均孔径等。结果:试验表明,钨粉原料经射流分级处理后,有效去除了超细钨颗粒和超粗钨颗粒团聚体,得到粒度分布更窄的中颗粒分级钨粉,粒度调控效果显著;最终制备出了孔隙度为 $21\pm 1\%$ 、平均孔径 $1.0\sim 1.5\mu\text{m}$ 、骨架强度不低于 170MPa 的 $\Phi 12\text{mm}$ 多孔钨基体,可用于高可靠扩散式钨钨阴极的制造。结论:1.较之原料钨粉,分级钨粉的粒度分布范围显著减小、振实密度增加,说明其具有更好的颗粒堆积性能。2.在 $1900\sim 2000\text{ }^\circ\text{C}$ 下进行氢气高温烧结,随着烧结温度的提高,钨压坯的长度收缩率、径向收缩率基本呈线性增加,这有利于实现对多孔钨基体孔隙度和平均孔径的精确调控。

C08-16

Co 对 W 低温固相碳化反应的影响研究

占王彬, 王海滨, 刘雪梅, 侯超, 宋晓艳

北京工业大学 100124

Co 在 WC-Co 复合粉末的制备过程中具有明显促进 W 低温碳化的作用，这对制备纳米晶 WC-Co 复合粉末具有重要的意义，尚未见 Co 对 W 的碳化过程影响系统研究报道。我们以不同 Co 含量的 W、C、Co 粉末为原料进行固相碳化反应实验，利用绝热法对碳化反应后的物相进行定量分析，系统的分析了 Co 对 W 低温碳化的相转变过程，结合等温动力学验证了添加 Co 后 W 的碳化反应机制。研究了不同 Co 含量的混合粉末在不同温度下反应的相转变过程。定量分析表明，900 ℃下 Co 有效促进 W→W₂C→WC 转变；当温度继续升高，添加 Co 会形成少量的 Co₆W₆C、Co₃W₉C₄ 等三元相；添加 Co 在 1000 ℃可获得物相纯净的 WC-Co 粉末；未添加 Co 的 W 粉末在 1300 ℃能够完全碳化。不同温度反应后物相分析表明，800 ℃尚未形成明显的三元相，因此研究了不同 Co 含量的混合粉末在 800 ℃不同反应时间得到的各相含量。结果表明，添加 Co 能够有效促进 W 的碳化，随着反应时间的延长，W 的碳化程度更明显。结合 800 ℃等温实验的反应动力学研究，表明添加 Co 后 W 的低温固相碳化仍为扩散控速型反应，由于 C 在 W 颗粒中扩散缓慢，添加 Co 能加速 C 向 W 的扩散过程，在较低温度反应时，由于部分固相 Co 能在 W 颗粒的表面铺展开，而 C 在 Co 中扩散迅速，使 W 的碳化率明显提升。本文实验研究结果加深了 Co 促进 W 低温固相碳化的认识，为低温固相反应法制备超细、纳米尺度的 WC-Co 复合粉末提供了理论指导。

C08-17

钨铜合金管的制备及组织性能研究

韩胜利，李达人，崔利群，陶麒麟
广东省材料与加工研究所 510651

W-Cu 复合材料由于其 Cu 的高导电性和 W 的高抗电弧侵蚀性已被广泛应用于电火花电极。本文采用粉末挤压成形和熔渗烧结工艺生产的 W-30%Cu 管材，其特点为，内径 0.8mm，外径 8mm，长度超过 200mm。粉末装载量、热脱脂温度和烧结温度和时间将等参数将会影响 W-Cu 管的成形性和结构性能。当烧结温度 1300 ℃烧结 2h，粉末装载量高于 60%，W-Cu 管达到 99.6%的相对密度且电导率为 49%IACS。本文还研究了烧结温度和时间对 W-Cu 管宏观结构和微观结构的影响。

C08-18

高性能难熔金属 W-0.5wt.%ZrC 合金的制备及物性研究

谢卓明，张涛，刘瑞，方前锋，王先平，刘长松
Institute of Solid State Physics 230031

钨在难熔金属中具有最高的熔点，且具有高密度、高硬度、高弹性模量、高热导率，以及低膨胀系数、低蒸汽压等优异的物理、力学性能，在国防军工、航空航天、能源、冶金、机械加工工业和核工业等领域中有着不可替代的作用。使用钨及其合金制作的火箭喷管、离子火箭发动机离子环、热燃气反射器和燃气舵等，比其他难熔金属（如：钼材料）和高温合金，具有更高的适用温度和稳定性。在新概念超高速动能武器应用方面，钨合金由于具高密度、高比强度，能有效降低动能损耗，增强突防、侵彻能力，而成为天基动能武器弹头材料最佳选择。在先进聚变核能领域，钨及其合金被认为是最有前途的面向等离子体的第一壁防护材料。虽然钨及其合金具有上述系列优点及重要的应用价值，但其本身缺点如低温脆性、室温抗拉强度低、再结晶脆性、抗高热负荷能力不足以及辐照脆化等问题严重影响其加工及服役性能，亟需解决。针对上述问题，我们通过大量的实验并结合计算模拟，发展了一条通过粉末冶金来制备高强/韧钨合金的方案。该方案结合了晶界净化与强化、纳米第二相碳化物弥散强化和微合金化的思想。发展了一条系统、创新的制备路径：从“由下而上”的小试样制备到“由上而下”发展可工程化应用的大块 W 合金，成功研制 8.5mm 厚 W-0.5wt.%ZrC 合金板材。合金具有优异的综合力学性能：韧脆转变温度为 100oC，室温抗弯强度为 2.5GPa；室温拉伸强度~991MPa，延伸率~1.1%；500oC 拉伸强度~582MPa，延伸率高达~41%。合金能承受单次 4.4MJ/m²（室温）瞬态热负荷冲击或 100 次（1MJ/m²/次，200℃）热疲劳冲击而不产生任何裂纹。其抗等离子体 He⁺¹ 刻蚀能力也明显优于其他合金材料，高温抗氧化性能高于纯 W。其优异的性能

来自多维界面的协同作用：稳定的小角晶界（细小的等轴亚晶）实现细晶强化，纳米 ZrC 与 W 之间的共格相界显著强化相界，ZrC 吸收杂质 O 元素净化和强化钨晶界。

C08-19

包埋渗铝结合激光熔覆制备铌合金高温防护复合涂层

董婉冰¹，蒋智秋¹，童庆¹，黄花蕾¹，杨瑞霞^{1,2}，李伟洲^{1,2}

1. 广西大学 材料科学与工程学院
2. 广西生态型铝产业协同创新中心

目的：为提高铌合金高温抗氧化性，在铌合金表面制备包埋渗铝涂层，研究 Y 及 Y₂O₃ 的添加对渗铝层高温抗氧化性的影响；通过激光熔覆技术在含 Y 或 Y₂O₃ 渗铝层表面制备 MoSi₂ 外层，研究复合涂层的高温抗氧化性。方法：利用 XRD、SEM 等分析方法，研究涂层的物相结构、微观形貌及抗氧化性能。结果：经 1000 °C 氧化 20h 后，添加 Y 和 Y₂O₃ 的涂层比单渗铝涂层的氧化增重速率分别减少了 29% 和 58%。XRD 分析表明，添加 Y 和 Y₂O₃ 的两种涂层表面主要均为 Al₃Nb 相，氧化后均生成 Al₂O₃ 和 AlNbO₄ 相。扫描电镜观察发现添加 Y₂O₃ 的涂层厚度大于添加 Y 的涂层，两种涂层连续致密，与基体结合良好，氧化后未出现裂纹及孔洞等缺陷。涂层表面有部分弥散分布的稀土元素/氧化物颗粒，组织成絮状，比单渗铝涂层得到细化。以激光功率 400W、扫描速度 180mm/min 的工艺参数对渗铝样品表面熔覆预置 MoSi₂ 的粉末，熔覆层与渗铝层结合良好，未发现裂纹，表面经 XRD 检测后有 MoSi₂ 相和 Al₂O₃ 相生成。经 1200 °C 氧化 20h 后，MoSi₂ 涂层表面氧化生成的 SiO₂ 在高温下膜层熔融并均匀铺展，使得表面平整致密，有效阻止了氧向涂层内进一步扩散，从而加强涂层的抗氧化保护作用。结论：采用包埋渗铝结合激光熔覆制备复合涂层可有效提高铌合金的高温抗氧化性。

墙展

C08-P01

Cr 掺杂 WCoB 基金属陶瓷改性的研究

张桐^{1,2}，尹海清^{1,2}，曲选辉^{1,2}，Jack Zheng³

1. 北京科技大学 钢铁共性技术协同创新中心，北京 100083 中国
2. 北京科技大学 新材料技术研究院，北京 100083 中国
3. 肯纳金属公司，技术路 1600 号 宾夕法尼亚州 15650 美国

材料基因工程将计算、实验与数据三者有机融合，从而实现加快材料研发的目标。本研究基于材料基因工程思想，以计算指导实验，以实验验证计算结果，研究掺杂 Cr 对 WCoB 金属陶瓷的影响。采用单质元素粉，采用第一性原理计算不同 Cr 原子比对 WCoB 结构的作用，采用放电等离子烧结法(SPS)制备了 Cr 掺杂 WCoB 基金属陶瓷。研究烧结过程中的物相及显微组织变化，烧结温度和 Cr 含量（5，10，15，20%atm）与微观与宏观力学性能的关系。结果发现：随着烧结温度的升高，单质相逐渐转变为二元硼化物 CoB_x 相和三元硼化物 WCoB 相，在液相烧结阶段全部转换为 WCoB 相，Cr 原子掺杂部分取代 Co 原子形成 WCo_{1-x}Cr_xB 结构。随着 Cr 含量的升高，材料硬度呈现先升后降的趋势，当 Cr 原子掺杂量为 5%atm 时达到最大值 1450HV0.5。

C08-P02

钨铍合金箔材形变工艺的研究

王广达¹，熊宁¹，刘国辉²

1. 安泰科技股份有限公司
2. 安泰天龙钨钼科技有限公司

钼铼合金相比纯钼材料具有更优良的室温塑性，再结晶后仍可保持良好塑性，钼铼合金箔材制成的电子元器件，应用于广播通讯和雷达设施等领域。钼铼合金箔材可以进行弯曲、冲压成型等变形加工，因此需要材料具有良好的各向同性。本文对 Mo-35Re 合金箔材进行了四种轧制工艺的实验研究，分别是单向轧制、换向前后相同变形量、换向前变形量大和换向后变形量大等轧制方式，试验发现交叉轧制和再结晶退火可以显著改善箔材的各向异性。通过金相分析、力学性能测试、杯突以及织构分析，表明更换轧制方向前变形量大于换向后变形量的交叉轧制工艺具有较好的各向同性。

C08-P03

Fe-50%Ni 合金软磁材料的 3D 凝胶打印研究

邵慧萍，何建壮，任向远，赵德超

北京科技大学新材料技术研究院

3D 凝胶打印技术是基于凝胶注模成形技术和直接喷墨打印技术结合起来的新型打印技术，金属料浆在计算机中心控制下，进行逐层打印固化来成形零件坯体。Fe-50Ni% 是具备较高饱和磁感应强度和较高磁导率，低矫顽力，具有较高综合性能的软磁材料，广泛应用于计算机、打印机、磁盘驱动部件、汽车燃料注射系统原件等。利用 3D 凝胶打印技术制得 Fe-50%Ni 合金软磁材料，首先将羰基铁粉和羰基镍粉、有机单体、有机溶剂、分散剂等以一定比例混合，配制 3D 凝胶打印料浆，料浆表现出假塑性流体特性，呈剪切变稀的特征，利用 3D 凝胶打印技术制备 Fe-50%Ni 合金软磁磁环。对于 3D 凝胶打印成形技术，喷头的直径越小，烧结体的致密度越大，磁性能越好。喷头直径尺寸为 0.5mm 打印后样品磁性能较高，其饱和感应强度和最大磁导率分别达到 1.38T 和 16493，稍低于其他成形工艺所制备的铁镍合金软磁材料性能，分析认为由于铁镍合金悬浮体浆料固相含量仅为 44%vol，即使经过氢气还原烧结，其中的有机物杂质（如 C、N、O）还具有较大的残留。

C08-P04

单晶 LaB6 阵列的制备及场发射性能

刘洪亮，张忻，肖怡新，张久兴

北京工业大学 100124

目前，在大电流场发射领域，得到应用的只有铝和硅微尖场发射阵列。然而，这两种阴极阵列存在发射电流有限，逸出功偏高且抗离子轰击能力欠佳，使用寿命短等不足。单晶 LaB6 具有高导电率和良好的热稳定性、化学稳定性、低功函数以及活性阴极表面，是制备场发射阴极的理想材料。但是其稳定的物理化学性能和硬脆特性导致用单晶 LaB6 来制作场发射阵列极其困难，在实际器件中的应用受到了限制。本文通过激光微纳加工技术成功制备出了形貌均匀的尖锥形单晶 LaB6 阵列，并对其形貌和场发射性能进行了研究。SEM 结果表明单晶 LaB6 场发射阵列具有均匀的形貌，尖锥密度约为 10000 个/mm²，尖锥曲率半径 1-2 μ m，锥高约 5 μ m。发射性能测试表明单晶 LaB6 阵列发射电流上升呈大致指数形式，F-N 曲线基本接近直线，表明应用激光微纳加工技术制备的单晶 LaB6 阵列具有场发射性能。

C08-P05

钨铼合金化合物功函数的第一性原理计算

赖陈，王金淑，周帆，刘伟

北京工业大学 100124

钨铼合金是一种重要的热阴极基体材料，为了系统研究钨铼合金的功函数对热电子发射性能的影响，采用粉末冶金方法制备了铼含量分为 0, 25at%, 50at% 和 75at% 的钨铼合金化合物，用 XRD 分析了不同成分的钨铼合金的物相，并结合第一性原理计算方法计算了钨铼合金化合物的电子逸出功函数。XRD 结果显示各种成分的钨铼合金的组成都是单一物相。第一性原理计算得到的钨(110)晶面的功函数为 4.72 eV，与文献中报道的实验结果 5.07 eV 很接近。另外，ReW 相合金最稳定晶面(411)的功函数为 4.10 eV，比其它化合物的最稳定晶面的功函数都低，然而 ReW 不同晶面的功函数差异较大。相反，Re₃W 各个晶面的功函数都较高，但不同晶面之间的功函数差值比其他物相的都小。对比 W 和 25at%Re-W 的功函数，发现在 W 中添加铼元素增大了最密排面 W(110)晶面的功函数，降低了 W(100)晶面的功函数。结合文献报道的钨铼合金混合基热电子发射性能数据，Re₃W 基热阴极具有最好的电子发射性能，但是 Re₃W 基体的功函数并不是最低的。本研究结果表明热阴极基体的功函数不是热阴极电子发射性能的决定性因素。

C08-P06

钪微合金化对铍铝合金组织及性能的影响

余良波, 王晶, 曲凤盛, 董鲜峰, 王旻, 王震宏, 赖新春
中国工程物理研究院材料研究所 621900

铍铝合金 (Be-Al alloy) 结合了铍 (Be) 的高强度和铝 (Al) 的高延展性与加工性等优点，具有低比重、高强度、高热导性及优异的光学性能，在航空航天、武器系统和民用高技术材料领域中有着日益广泛的应用。自上世纪 70 年代成功研制开发以来，铍铝合金的制备主要通过粉末冶金与特种铸造两种方式，后者得益于其工艺简单、低成本以及可制备复杂结构、大尺寸合金部件等优势而发展迅速。铍与铝金属间固有的热力学差异导致铸造合金中存在难以控制的组织缺陷，使得铸造铍铝合金的性能仍有很大提升空间，通过微合金化方法可以有效提升合金的综合性能并实现组织改性。本工作采用微合金化手段，通过成分设计和真空电弧熔炼 (VAM) 技术制备获得钪 (Sc) 含量在 0-3.0wt.% 之间的 Be-Al 合金，结合光学金相、扫描电镜 (SEM+EDS)、X 射线衍射 (XRD)、硬度分析与差示扫描量热 (DSC) 分析手段系统地研究了 Sc 对 Be-Al 合金组织与力学性能的影响及机理。结果表明，添加 Sc 元素后合金中形成 Be₁₃Sc 和 Al₃Sc 两种金属间化合物相，该第二相分布于铍铝相界与晶内从而强化合金。添加 0.4wt.% 含量的 Sc 后合金中 Be 相由粗大树枝晶转变为尺寸均匀的等轴晶 (columnar to equiaxed transition, CET 过程)，细化晶粒的同时大幅度提高了合金的强度与硬度。此外，物相分析和纳米压痕结果显示 Sc 元素更倾向于与 Be 形成第二相并更大程度强化铍相，DSC 结果表明 0.4wt.% 含量 Be-Al 合金中铝相形核过冷度最低。淬火后铍铝合金的力学性能较铸态有了较大程度的提升。

C08-P07

(Ce_{0.4}La_{0.2}Pr_{0.2}Nd_{0.2})B₆ 的单晶制备及性能研究

王盼, 杨新宇, 张静文, 赵晶晶, 王正红, 张久兴
合肥工业大学材料科学与工程学院 230009

六硼化物单晶具有逸出功低、熔点高、蒸发速率小、耐离子轰击能力强、动态环境下重复使用好等优点，是一种优异的热电子发射阴极材料，多元六硼化物单晶尚未见报道，六硼化物单晶不同晶面的热发射性能差异很大；结合放电等离子烧结技术与光学区熔技术制备了不同晶面的(Ce_{0.4}La_{0.2}Pr_{0.2}Nd_{0.2})B₆ 单晶，借助 SEM、单晶衍射仪和劳埃定向仪等分析测试仪器对不同生长速率制备的单晶质量、结构、热发射特性进行了表征和分析；结果表明：制备的(Ce_{0.4}La_{0.2}Pr_{0.2}Nd_{0.2})B₆ 单晶分别呈 (100)、(110)、(111) 晶面且各稀土元素分布均匀；其晶格常数 $a=4.143094$ ，略低于 LaB₆ 的晶格常数，高于 CeB₆、PrB₆、NdB₆ 的晶格常数；(Ce_{0.4}La_{0.2}Pr_{0.2}Nd_{0.2})B₆ 维氏硬度达到了 29.26 GPa；在 1673-1873K 范围内，生长速率 $V=7\text{mm/h}$ ，热发射性能最好；该工艺条件下，(100)晶面的热发射性能最好，在 1873K 温度外加电压 1KV 时，发射电流密度达到 33.4 A/cm²。

C08-P08

SPS 扩散连接 TZM 合金和 WRe 合金的研究

杨芝, 胡可, 韩翠柳, 黄昊, 张久兴

合肥工业大学材料科学与工程学院 230009

目的: 钛锆钼合金 (TZM) 与钨铼合金 (WRe) 具有优异的高温力学性能和热物理性能, TZM 合金和 WRe 合金焊接件在航空航天领域有着广阔的应用前景。方法: 与传统固相扩散焊接相比, SPS 固相扩散焊的优势不仅仅是加热速率快、能耗低; 尤为重要的是 SPS 在传统固相扩散焊接所需的温度场和应力场的基础上引入了电场。在电场的作用下, 电迁移效应可加速物质扩散。本文拟采用 SPS 技术, 以厚度为 200 μm 的钽箔作中间过渡层扩散连接 TZM 合金与 WRe 合金。结论: 理论上, W、V 和 Mo 三者均是体心立方结构的难熔金属, 且相互之间无限固溶, 接头焊缝无脆性金属间化合物产生; 其次相对于 WRe 和 TZM 合金, V 的熔点较低, 选择合适的焊接温度和保温时间可避免母合金发生再结晶 (TZM 合金和 WRe 合金的再结晶温度分别为 1400 $^{\circ}\text{C}$ 和 1750 $^{\circ}\text{C}$), 在保证母材性能的前提下, 使焊接接头能在高温环境中服役; 利用 SPS 技术, 采用缓慢降温, 低温高压、高温低压可缓解由于 W、V、Mo 三者由于物理属性及热膨胀系数差异而产生的残余应力。本论文研究了焊接温度、保温时间和烧结压力对 TZM/WRe 焊接接头组织和性能的影响。结果: 研究表明: 当焊接温度为 1200 $^{\circ}\text{C}$, 压力为 50 MPa, 保温时间为 30 min 时, 接头焊缝平整且无微裂纹及空洞等焊接缺陷; 母合金 WRe 和 TZM 均为发生再结晶; W 和 Mo 向中间层 V 扩散的深度分别为 2 μm 和 5 μm ; TZM/WRe 焊接接头的室温剪切强度高达 105 MPa。

C08-P09

单晶六硼化铈的制备及性能

杨新宇, 郝虹阳, 王衍, 王盼, 胡可, 张久兴

合肥工业大学 230009

结合放电等离子烧结技术和光学区熔技术制备了六硼化铈(CeB_6)单晶体, 借助 XRD、SEM、电子发射测试装置等分析测试手段对单晶的质量进行了考察; 结果表明: CeB_6 单晶体的 (001) 晶面的半高宽较小仅为 0.24 $^{\circ}$, 且单晶体没有孪晶, 由此证明制备的 CeB_6 单晶体质量非常好; 运用二极管原理, 考察了阴极温度对材料的热发射特性的影响规律, 当阴极温度从 1673 增加到 1873K 时, CeB_6 单晶的饱和热电子发射电流密度从 6.54 A/cm^2 增加到 36.01 A/cm^2 , 零场发射电流密度从 3.01 A/cm^2 增加到 19.28 A/cm^2 , 样品的最小逸出功为 2.67 eV。

C08-P10

时效时间对 Ni-45W 合金的动态力学行为影响

刘志超¹, 谭成文¹, 于晓东¹, 聂志华¹, 王春旭², 刘少尊²

1. 北京理工大学材料学院

2. 中国钢研科技集团公司特种钢研究所

目的: 长久以来, 更低密度更高强度的材料一直是科研工作者追求的目标, 然而在一些国防特殊领域, 材料具有高强度的同时也需要较高的密度且常伴随着高速冲击, 材料的动态力学行为是重要的考核参数。方法: 本文采用中国钢研科技集团公司特种钢研究所研制的一种钨含量 45% (wt) 的镍基高密度合金, 合金密度达 11.91 g/cm^3 。合金分别在 700 $^{\circ}\text{C}$ 5h、10h、20h 时效处理后, 利用分离式霍普金森杆 (SHPB) 装置, 测试材料的动态力学行为。结果: XRD 结果表明合金相为 Ni_{17}W_3 及 a-W, 不同时效时间处理后的材料平均流变应力随应变率增加而增高, 表现出一定的应变率敏感性, 在临界破坏状态下, 试样平均流变应力随时效时间增加而增加, 最大均匀塑性变形随时效时间增加而减小, 在 700 $^{\circ}\text{C}$ 10h 时材料的吸收功最大。结论: 700 $^{\circ}\text{C}$ 10h 条件下材料动态综合性能最佳。

C08-P11

(La_{1-x}Gd_x)B₆ 单晶阴极材料的制备及性能研究

肖怡新

北京工业大学 100124

目的：稀土六硼化物因具有良好的金属导电特性，低逸出功，低蒸发率等优点，而成为一种广泛应用的阴极。方法：以 LaB₆ 和 GdB₆ 粉末为原料，采用放电等离子烧结结合悬浮区域熔炼法成功制备了晶体质量良好的三元稀土六硼化物(La_{1-x}Gd_x)B₆ (x=0.8-1) 单晶体。测试结果表明，三元(La_{1-x}Gd_x)B₆ 硬度高于二元 LaB₆ 和 GdB₆，当掺杂量 x=0.5 时硬度最高达到 22.62GPa。并借助 XRD、XRF、ICP、SEM、单晶衍射、摇摆曲线和劳埃定向等分析手段，系统研究了(La_{1-x}Gd_x)B₆ 单晶体的物相组成、成分配比、晶体质量及热发射性能。研究了该系列单晶体(100)晶面热电子发射性能。结果：表明热发射测试表明三元(La_{0.1}Gd_{0.6})B₆ 有效逸出功为 2.87eV，(La_{0.2}Gd_{0.8})B₆ 有效逸出功为 2.88eV，较 GdB₆ 单晶的 2.91eV 有所下降。结论：因此,Ce_{1-x}Pr_xB₆ 多元稀土六硼化物单晶具有良好的发射性能和低的逸出功,为以后(La_{1-x}RE_x)B₆ 阴极材料的制备和发射性能的研究奠定了一定基础。

C08-P12

高纯钼靶材和钼薄膜的制备及其影响因素分析

安耿^{1,2}, 孙军¹, 曹维成²

1. 西安交通大学材料金属材料强度国家重点实验室
2. 金堆城钼业股份有限公司技术中心

为了确定钼靶材制备过程及利用钼靶材制备钼薄膜过程的影响因素，以钼粉为原料，采用粉末冶金及压力加工方法制备出了高纯钼靶材，研究了烧结方式、压力加工方式及加工变形量对靶材组织性能的影响。利用此靶材通过磁控溅射试验制备出了钼薄膜，并与同一工艺下国际知名公司钼靶材制备的薄膜的形貌、晶体结构、表面粗糙度及电阻率等性能进行了对比。结果表明，真空预烧+氢气气氛高温烧结的方式可有效提高钼靶材纯度，锻造开坯+轧制加工及 70% 以上的加工总变形量则有利于成品靶材细小均匀晶粒组织的形成。通过对比，本研究制备的钼靶材及钼薄膜能够满足市场所需的性能要求。

C08-P13

基于化学气相沉积技术的高端钨制品绿色制造工艺

于晓东, 谭成文, 聂志华, 郝玉朋, 王富耻, 才鸿年

北京理工大学 100081

以超高纯度、超高致密度为特点的高端钨制品在电子工业、航空航天等领域具有特殊重要的用途。本文提出了一种基于化学气相沉积 (CVD) 技术的高端钨制品制备工艺，解决了 CVD 技术原料利用效率较低、成本较高、环境污染等问题，有望在高纯度钨制品制备领域成为替代粉末冶金的一种可工业化的绿色制造工艺。整个工艺过程包括四个步骤：1) 电解制气：电解氟化氢制备氟气和氢气；2) 氟化：将电解产生的氟气通入装有钨粉的氟化装置制取六氟化钨；3) 气相沉积：将电解制备的氢气和氟化制备的六氟化钨以一定比例通入反应室内生产高端钨制品；4) 尾气处理：将沉积反应生成的氟化氢进行冷凝收集并对少量残余尾气进行资源化利用和无害化处理。四个步骤构成封闭循环，沉积反应产生的氟化氢用于电解制备原料气体，通过沉积反应将钨粉转变成为高纯、致密的钨制品，整个过程几乎无原料损失，且无毒副产品产生。该工艺的优势在于，采用多级氟化和多级沉积提高了原料利用效率；采用气源纯化技术提高原料纯度以获得超高纯度钨制品；通过调整反应室内气流状态和温度场分布可以控制基体不同部位的沉积速度以生产异形钨制品并能实现近终成型；通过改变沉积工艺参数可以灵活调控产品组织结构。电解步骤氟化氢的利用率可达 90% 以上；采用多级氟化工艺氟气的利用率可达 99.99%；采用多级沉积装置串联的方式生产钨制品，六氟化钨的综合利用率可达 99.5% 以上。该工艺将电解制氟、气相沉积等技术完美融合，为

纯度高达 5N 甚至 6N 的高端钨制品工业化规模生产开辟了新的途径。同时，该工艺方法中钨原料还可以采用废钨制品，可简单的实现钨等战略性难熔金属的高效二次资源利用。

C08-P14

单晶六硼化铈的制备及性能

杨新宇，郝虹阳，王衍，王盼，胡可，张久兴

合肥工业大学 230009

结合放电等离子烧结技术和光学区熔技术制备了六硼化铈(CeB_6)单晶体，借助 XRD、SEM、电子发射测试装置等分析测试手段对单晶的质量进行了考察；结果表明： CeB_6 单晶体的(001)晶面的半高宽较小仅为 0.24° ，且单晶体没有孪晶，由此证明制备的 CeB_6 单晶体质量非常好；运用二极管原理，考察了阴极温度对材料的热发射特性的影响规律，当阴极温度从 1673 增加到 1873K 时， CeB_6 单晶的饱和热电子发射电流密度从 6.54 A/cm^2 增加到 36.01 A/cm^2 ，零场发射电流密度从 3.01 A/cm^2 增加到 19.28 A/cm^2 ，样品的最小逸出功为 2.67 eV。

C08-P15

时效时间对 Ni-45W 合金的动态力学行为影响

刘志超¹，谭成文¹，于晓东¹，聂志华¹，王春旭²，刘少尊²

1. 北京理工大学材料学院

2. 中国钢研科技集团公司特种钢研究所

目的：长久以来，更低密度更高强度的材料一直是科研工作者追求的目标，然而在一些国防特殊领域，材料具有高强度的同时也需要较高的密度且常伴随着高速冲击，材料的动态力学行为是重要的考核参数。方法：本文采用中国钢研科技集团公司特种钢研究所研制的一种钨含量 45% (wt) 的镍基高密度合金，合金密度达 11.91 g/cm^3 。合金分别在 700 °C 5h、10h、20h 时效处理后，利用分离式霍普金森杆 (SHPB) 装置，测试材料的动态力学行为。结果：XRD 结果表明合金相为 Ni_{17}W_3 及 a-W，不同时效时间处理后的材料平均流变应力随应变率增加而增高，表现出一定的应变率敏感性，在临界破坏状态下，试样平均流变应力随时效时间增加而增加，最大均匀塑性变形随时效时间增加而减小，在 700 °C 10h 时材料的吸收功最大。结论：700 °C 10h 条件下材料动态综合性能最佳。

C08-P16

(La_{1-x}Gd_x)B₆ 单晶阴极材料的制备及性能研究

肖怡新

北京工业大学 100124

目的：稀土六硼化物因具有良好的金属导电特性，低逸出功，低蒸发率等优点，而成为一种广泛应用的阴极。方法：以 LaB_6 和 GdB_6 粉末为原料，采用放电等离子烧结结合悬浮区域熔炼法成功制备了晶体质量良好的三元稀土六硼化物 $(\text{La}_{1-x}\text{Gd}_x)\text{B}_6$ ($x=0.8-1$) 单晶体。测试结果表明，三元 $(\text{La}_{1-x}\text{Gd}_x)\text{B}_6$ 硬度高于二元 LaB_6 和 GdB_6 ，当掺杂量 $x=0.5$ 时硬度最高达到 22.62GPa。并借助 XRD、XRF、ICP、SEM、单晶衍射、摇摆曲线和劳埃定向等分析手段，系统研究了 $(\text{La}_{1-x}\text{Gd}_x)\text{B}_6$ 单晶体的物相组成、成分配比、晶体质量及热发射性能。研究了该系列单晶体(100)晶面热电子发射性能。结果：表明热发射测试表明三元 $(\text{La}_{0.1}\text{Gd}_{0.6})\text{B}_6$ 有效逸出功为 2.87eV， $(\text{La}_{0.2}\text{Gd}_{0.8})\text{B}_6$ 有效逸出功为 2.88eV，较 GdB_6 单晶的 2.91eV 有所下降。结论：因此， $\text{Ce}_{1-x}\text{Pr}_x\text{B}_6$ 多元稀土六硼化物单晶具有良好的发射性能和低的逸出功，为以后 $(\text{La}_{1-x}\text{RE}_x)\text{B}_6$ 阴极材料的制备和发射性能的研究奠定了一定基础。

C08-P17

高纯钼靶材和钼薄膜的制备及其影响因素分析

安耿^{1,2}, 孙军¹, 曹维成²

1. 西安交通大学材料金属材料强度国家重点实验室
2. 金堆城铝业股份有限公司技术中心

为了确定钼靶材制备过程及利用钼靶材制备钼薄膜过程的影响因素, 以钼粉为原料, 采用粉末冶金及压力加工方法制备出了高纯钼靶材, 研究了烧结方式、压力加工方式及加工变形量对靶材组织性能的影响。利用此靶材通过磁控溅射试验制备出了钼薄膜, 并与同一工艺下国际知名公司钼靶材制备的薄膜的形貌、晶体结构、表面粗糙度及电阻率等性能进行了对比。结果表明, 真空预烧+氢气气氛高温烧结的方式可有效提高钼靶材纯度, 锻造开坯+轧制加工及 70% 以上的加工总变形量则有利于成品靶材细小均匀晶粒组织的形成。通过对比, 本研究制备的钼靶材及钼薄膜能够满足市场所需的性能要求。

C08-P19

钼合金表面 NiCoCrAlTa 抗氧化涂层研究

李秦伟

西安建筑科技大学 710055

钼作为一种难熔合金广泛应用于航空航天、核工业等领域。但由于易氧化限制了其作为耐热结构材料的进一步应用。为了提高钼合金在高温下的抗氧化性能, 通过超音速等离子喷涂 (SAPS) 在钼基体表面制备 NiCoCrAlTa 高温抗氧化涂层, 研究了涂层体系在不同温度下的高温氧化行为, 结果表明, Ta 的加入可以提高涂层的稳定性和抗氧化性能, 涂层在氧化 2h 后表面形成连续、致密的 Al_2O_3 和 Ta_2O_5 保护层, 阻碍了氧的进一步扩散, 提高了基体的抗氧化性能。

C08-P20

Ti-Cu 复合中间层扩散连接钨与钢的界面结构及性能研究

蔡青山, 刘文胜, 马运柱

轻质高强结构材料国家级重点实验室 410083

钨由于其优异的热物理性能而被用作聚变反应堆中偏滤器部件的结构材料。随着科技的高速发展, 下一代高性能氦冷偏滤器对钨与铁素体/马氏体高铬钢的可靠连接提出了要求。然而, 钨与钢之间大的热膨胀系数差异将导致在连接和部件服役过程中钨/钢接头内产生高的热应力, 从而引起接头失效。添加合适的中间层能够有效解决上述问题, 获得高性能钨/钢焊接接头。本文采用 Ti-Cu 复合中间层对钨与钢进行真空扩散连接。采用扫描电镜、电子探针、纳米压痕仪和力学试验机等手段研究接头的组织结构、成分分布、显微硬度、力学性能及断口特征。研究结果表明: 采用 Ti-Ni 复合中间层实现了钨与钢的良好连接, 钨/钢接头界面结合平整致密。Ti/Cu 连接界面生成了 Ti_2Cu 、 TiCu 、 Ti_3Cu_4 和 TiCu_4 四种金属间化合物, 随着连接时间的延长或连接温度的升高, 各金属间化合物均发生不同程度的长大, 与之对应的接头拉伸强度也呈现出先升高后降低的变化规律。

C08-P21

酸腐蚀及双面抛光工艺对硅电极微孔形貌的影响

库黎明, 张果虎, 朱秦发, 夏青, 肖清华

有研半导体材料有限公司 100088

直径大于 300mm 硅电极上的微孔形貌是影响到集成电路等离子刻蚀工艺的重要因素, 会影响到等离子气体的传输和分布。本文重点研究大直径硅电极加工过程中, 酸腐蚀和双面抛光工艺在精修表面参数的同时, 给微孔边缘轮廓带来的精细变化。结果表明, 酸腐蚀的速率分布和抛光压力的分布不均匀性, 造成

电极表面微孔边缘形成凸起轮廓。酸腐蚀时选择一定的转速和鼓泡后微孔边缘轮廓呈均匀凹型，结合双面抛光的低自转速度高压，电极微孔边缘轮廓呈现出 R 形。

C08-P22

450mm 直径单晶硅生长过程分析与优化

腾冉¹，秦瑞锋²，李洋²，戴小林²，肖清华²，吴志强²，张果虎²，屠海令¹

1. 北京有色金属研究总院
2. 有研半导体材料有限公司

伴随着超大规模集成电路向大尺寸、低缺陷晶圆过渡，在单晶直拉工艺和硅片加工技术不断升级的同时，用于硅片退火、外延、刻蚀等应用的部件硅材料同样需要与升级的晶圆规格相匹配。300mm 晶圆生产链上会使用到接近 450mm 直径的高性能直拉单晶硅材料代替其他非单晶硅材料，从而在热学及电学性质上与晶圆完全契合，达到最优的应用品质。本文通过晶体生长的数值模拟对 450mm 直径的直拉法单晶硅的生长过程进行分析，研究大尺寸晶体生长的特点及优化方向，并通过工艺参数修改，基于现有热场及设备完成晶体拉制。数值模拟结果和实际晶体生长的实验数据相对比，具有极强的关联性。作者依靠数值模拟中生长条件的优化，实现 450mm 直径单晶硅实际生长过程的修正。文章进一步讨论了大尺寸直拉单晶硅的特点，对产业链上下游配套的要求，以及数值模拟在晶体生长过程中的辅助作用。

C08-P23

低温燃烧合成纳米氮化钒粉末

吴昊阳，秦明礼，曲选辉
北京科技大学 100083

氮化钒 (VN) 材料具有高熔点、高硬度、高耐磨性、高导电性、高化学稳定性、高热稳定性等诸多优异性能，已成为钢铁、陶瓷、涂层、催化剂、能源等领域的关键材料，是近年来国内外新材料领域的研究热点。研究发现，纳米级的 VN 材料能有效地改善陶瓷的韧性、耐磨性以及高温力学性能，提高催化剂的催化活性和电池的电容容量。因此，纳米 VN 材料的制备成为该领域的研究热点之一。近年来，氨解法作为氮化物粉末的经典制备方法之一，在纳米 VN 粉末的制备中得到了广泛的关注和研究。研究表明，前驱物的种类和粒度对氨解法的反应条件和合成 VN 粉末的性能有重要影响，前驱物粒度越细小，越有利于提高反应活性，降低反应温度，提高反应速率，制备出细粒度的 VN 粉末。本文利用低温燃烧合成的优点，将低温燃烧合成和氨解法相结合，用于纳米 VN 粉末的制备研究。首先以偏钒酸铵、硝酸铵、甘氨酸为原料，采用低温燃烧合成了 VO₂ 前驱体，再将前驱体在氨气气氛的管式炉中进行氨解制备 VN，对氮化工艺和氮化过程进行了研究。结果表明：随着氨解反应温度的升高，VO₂ 首先转变为 V₅O₉ (400 °C)，再转变为 V₂O₃ (500 °C)、VO_{0.9} (600 °C)，直到温度升高至 700 °C 实现完全氮化，得到由 30~40 nm 的纳米颗粒组成的 VN 产物。

C08-P24

碲回收新工艺研究

许志鹏，李栋，郭学益
中南大学 冶金与环境学院 410083

以粗铋碱性精炼过程中产生的碲渣为研究对象，采用 Na₂S 浸出—Na₂SO₃ 还原的新工艺选择性分离回收碲。考察 Na₂S 浓度、浸出温度、浸出时间和液固比等工艺参数对碲浸出率的影响，以及 Na₂SO₃ 过量系数、反应温度和反应时间等因素对碲还原率的影响。结果表明，在 Na₂S 浓度 40g/L、浸出温度 50℃、浸出时间 1 h、液固比 8 的条件下，碲的浸出率达 87.77%；在 Na₂SO₃ 过量系数 2.0，反应温度 30℃，反应时间 30 min 条件下，碲还原率达 98.84%，还原产物中碲含量达 97.34%，其 XRD 结果显示为单质态碲。Na₂S

浸出— Na_2SO_3 还原新工艺可以有效地分离回收碲渣中碲，实验过程简单、清洁，生产成本低，具有产业化前景。

仅发表论文

C08-PO01

球磨对钨钛合金组织的影响

吴朝圣, 林涛, 吕思键, 郭友, 邵慧萍, 何新波

北京科技大学新材料技术研究院, 北京 100083

本文通过粉末冶金方法制备适合于高压封垫材料的 W-Ti 合金, 其中选择 W 和 TiH_2 为原始粉末, 采用行星球磨机球磨, 随后进行冷等静压成形和氩气氛烧结。利用激光粒度仪、X 射线衍射仪、扫描电镜背散射、能谱仪等手段, 研究 W- TiH_2 体系在烧结过程中氧含量、粉末粒度大小、烧结工艺以及热处理工艺对合金组织的影响。结果表明, 随着球磨时间的延长, 合金组织越来越均匀, 晶粒越来越小, 同时, 2h 球磨时间内的合金组织没有富钛固溶体, 12h 球磨时间后, 没有中间固溶体与共析组织; 随着保温时间延长, 由于 W 向 Ti 中扩散, 富钛固溶体被中间固溶体取代, 富钛固溶体中间位置首先转化为中间固溶体, 条纹状共析组织由晶界向晶内延伸直到形成完全的条纹状共析组织, 随着球磨时间的延长, 氧含量随之增加, 形成的 TiO_2 和 WO_3 两种氧化物阻碍了 W 和 Ti 之间的扩散。

C08-PO02

多孔纯钛粉末冶金制备工艺及性能研究

孙健卓, 路新, 曲选辉

北京科技大学新材料技术研究院, 100083

以-500 目氢化脱氢钛粉为原料粉末添加-60~+80 目的造孔剂镁, 采用粉末冶金烧结技术制备了多孔纯钛, 探讨了烧结工艺、造孔剂含量和大小对孔隙特征以及力学性能的影响规律。结果表明, 在 1150 °C 烧结可制备出孔隙分布均匀、具有近圆形孔洞的多孔纯钛材料; 造孔剂大小相同, 含量增加时, 孔隙率会随之增加, 孔径变大孔壁变薄; 当造孔剂含量达到 40wt% 时, 孔隙之间相互连通, 孔径尺寸快速增加; 造孔剂大小不同, 含量相同时, 小的造孔剂颗粒制备的多孔纯钛材料孔隙率相对更高, 连通孔隙更多但孔径大小有所降低; 添加 30wt%~40wt% 造孔剂, 制备纯钛材料孔隙率达到 45%~54%, 其弹性模量为 0.8GPa~2.2GPa, 抗压屈服强度为 94.7MPa~210.6MPa, 压缩率可达 50%, 塑性性能优异, 符合人体松质骨 (0.3GPa~3GPa) 的强度要求。

C08-PO03

Sn 添加对 TiAl 基合金显微组织和力学性能的影响

潘宇, 路新, 曲选辉

北京科技大学新材料技术研究院, 北京 100083

TiAl 基合金粉末烧结活性低、烧结致密化困难, 使其力学性能得不到充分发挥。本实验以 Ti-45Al-8.5Nb-0.2W-0.2B-0.02Y (at%) 预合金粉末为原料, 添加 Sn 粉为强化烧结剂, 采用粉末冶金无压烧结技术制备了高致密度的高 Nb 钛铝合金, 探究了 Sn 添加对 TiAl 基合金的烧结致密化过程、微观组织和力学性能的影响规律。研究表明: 添加 Sn 元素有助于降低合金的烧结致密化温度, 提高烧结坯的致密度及线性收缩率; 而烧结温度的降低有助于控制基体晶粒长大及内部 β 相偏析, 从而利于提高材料的综合力学性能。其中 1500 °C 烧结制备的含 1at.% Sn 的 TiAl 基合金, 其致密度达到 99.1%, 线收缩率达到 9.3%, 组织为 α_2/γ 相构成的均匀细小的全片层结构, 片层团尺寸为 40-60 μm , 没有 β 相偏析; 洛氏硬度为 50.1HRC,

抗压强度为 2938MPa，屈服强度为 680MPa，压缩率为 29.1%，力学性能指标均高于未添加 Sn 的 TiAl 基合金水平。

C08-PO04

微量 SiO₂ 对钽钨合金烧结性能的影响

侯玉柏，解峰

北京矿冶研究总院 北矿新材料科技有限公司，北京 102206

介绍了钽钨产品生产工艺的历史和现状，说明了中频烧结钽钨合金的现实意义，实验采用在钽钨粉末中添加微量 SiO₂ 的方式，降低了烧结温度，提高了烧结密度，实现了中频烧结，并且满足了后续加工工艺的要求。

C08-PO05

大单重钼杆加工方法探索及质量分析

武洲

金堆城钼业股份有限公司技术中心

本文以焊接法生产大单重钼丝的工艺过程为研究对象，简要介绍了加压接触焊接方法的工作原理。着重分析了 1kg 的 φ17mm 钼棒采用 203 旋锻开坯、经串打到 φ5.8mm、焊接后焊接部位的质量。通过分析焊接部位的抗拉强度、断口金相组织、SEM 形貌以及杂质分布等并与相同钼杆的正常断口进行比较，最终对焊接钼杆的质量作出评价。通过焊接钼杆的质量分析可加深对钼丝加工的认识。

C08-PO06

喷雾干燥和致密化制备球形喷涂钼粉技术及性能研究

周小彬^{1,2,3}，张鑫^{1,2,3}，王芦燕^{1,2,3}

1. 北京矿冶研究总院，北京 100070
2. 特种涂层材料与技术北京市重点实验室，北京 102206
3. 京市工业部件表面强化与修复工程技术研究中心，北京 102206

球形喷涂钼粉是重要的制备耐磨耐蚀的涂层材料。本文通过分别通过喷雾干燥和气氛脱脂烧结的方法制备了热喷涂专用球形钼粉。测量了球形钼粉的松比，粒度分布和流动性以及表征其微观形貌。结果表明，粉末的质量达到了喷涂要求，其中松比为 5.30g/cm³，流动性为 14.1s/50g，纯度为 99.97%。制备粉末的关键优化参数为料浆中钼酸铵的浓度为 3~5%，喷雾干燥雾化转速为 15r/min。

C08-PO07

《电弧焊和等离子焊接、切割用钨电极》国家标准解析

王芦燕^{1,2,3}，彭鹰^{2,3}，任先京^{2,3}，章德铭^{2,3}，李曹兵^{2,3}

1. 北京科技大学，北京 100083
2. 北京矿冶研究总院，北京 100070
3. 北矿新材料科技有限公司 北京 102206

钨电极是一类广泛应用于氩弧焊、等离子体焊接、喷涂、切割技术和冶金工业的关键热源材料，用于航空航天、兵器、化工等行业，尤其适用于于不锈钢、高温合金、钛及钛合金、铝及铝合金等金属及其合金焊接。传统产品中用量最大的钽钨电极具有放射性污染，近年来不断涌现出一批环保钨电极新产品，如钽钨、多元复合稀土钨电极等，在航空航天、冶金、机械制造等领域中得到了广泛应用，而此前与钨电极产品相关的国际标准 ISO6848-2004(E)《电弧焊和切割用钨电极分类》和行业标准 SJ/T 10743-1996《惰性气体保护焊和等离子焊、切割用钨钨电极》这些现行标准均未涵盖到近些年的新产品。在目前国内外钨

电极市场需求日益增加，而钍钨电极逐渐被淘汰的趋势下，制定系列钨电极国家标准 GB/T 31908-2015《电弧焊和等离子焊接、切割用钨电极》，将更好的发挥我国的资源优势，规范环保产品的使用，实现我国钨产品的迅速增值化、规范化生产。国家标准对于产品牌号、成分、规格尺寸、焊接性能等进行了规范，汇集钨电极品种齐全，比现行相关的国际标准及我国的行业标准更为全面，将指导国内外钨电极（尤其是新型绿色环保电极）的规范生产和使用，更好的规范和满足我国钨电极的生产和使用要求。

C08-PO08

稀土钇对纯铜组织及性能的影响

刘焕超，滕新营，武卫兵，肖振，武祥为，冷金凤
济南大学 材料科学与工程学院 250022

本文研究了在铜中添加不同含量的高纯稀土钇对铜的显微组织和性能的影响，探讨了其作用机理，研究了稀土钇在铜中的存在形式及其分布。通过对导电性、硬度和抗氧性的测试并结合金相显微镜、扫描电子显微镜（SEM）和 X 射线衍射（XRD）研究了合金的性质、微观结构和组成。结果表明，随着钇添加量的增加，铜钇合金的硬度明显提高；而随着钇添加量的增大，试样氧化增重逐渐降低。当稀土钇的添加量为 0.1 wt.%、0.2 wt.% 和 0.5 wt.% 时，试样氧化增重减少量较为明显；少量的钇可以提高纯铜的电导率，当钇添加量为 0.2 wt.% 时，纯铜获得最佳电导率为 96.8% IACS。然而，过量的钇 (> 0.5 wt.%) 则降低了铜的电导率。总之，少量的钇可以有效的净化铜的组织，提高了铜合金的电导率和抗氧化性，过量添加 Y 则导致了第二相 Cu₇Y 的产生和非均匀的组织形成。

C08-PO09

难熔金属及其复合材料性能研究

张保红¹，董帝¹，王承阳¹，张丹华²
1. 安泰天龙钨钼科技有限公司
2. 安泰科技股份有限公司

采用粉末冶金的方法制备了三种难熔金属及其复合材料，分别为 W-7Cu 浸渗复合材料、Mo-10Cu 浸渗复合材料和 W-26Re 变形合金。本文对三种材料进行了室温抗拉强度、1600 ℃抗拉强度、室温断裂韧度、室温弹性模量以及抗烧蚀性能的对比研究，结果表明：W-26Re 变形合金具有最优的力学性能和抗烧蚀性能。室温抗拉强度为 805MPa，1600 ℃抗拉强度达到 350MPa；2500K 温度下电弧风洞烧蚀 600s 时，线烧蚀率为 3.37%，线烧蚀速率为 0.006mm/s，单位时间烧蚀失重率为 0.02%。在长时间高温环境应用领域具有广阔的应用前景。

C08-PO10

Gd 和 Y 在耐热镁合金中的应用及研究进展

王娜娜^{1,2}，周吉学^{1,2}，杨院生³
1. 山东省科学院新材料研究所
2. 山东省轻质高强金属材料省级重点实验室，山东 济南
3. 中国科学院金属所，辽宁 沈阳

研究发现在镁中添加稀土元素能显著提高镁合金的综合力学性能，在航空航天、军事及电子产品领域有了广泛应用，但是对于不同稀土元素对镁合金力学性能的影响以及微观组织作用机理方面的研究还不是很透彻，所以本文首先简述了稀土元素 Gd 与 Y 的特性，讲述了稀土元素 Gd、Y 在耐热镁合金中的应用情况与目前的发展状况。讨论了 Gd、Y 在改善镁合金耐热机制及提高镁合金强度方面的作用机理，并分析了目前稀土元素 Gd、Y 在镁合金研究中存在的问题。对今后 Gd、Y 在耐热镁合金中的应用提出展望，为新型耐热镁合金材料的研究提供参考。

C08-PO11

挤压态 Mg-13Gd-6Y-0.6Zr 合金高温压缩变形力学性能与微观组织研究

王娜娜^{1,2}, 周吉学^{1,2}, 杨院生³, 袁林⁴

1. 山东省科学院新材料研究所
2. 山东省轻质高强金属材料省级重点实验室山东济南
3. 中国科学院金属所辽宁沈阳
4. 哈尔滨工业大学

目的: 为研究稀土镁合金在热压缩变形过程中微观组织的演化规律, 了解动态再结晶在镁合金变形中的作用。方法: 通过优化变形温度、应变速率与变形量等参数, 探索不同的变形条件下, 材料在热压缩过程中应力应变行为和微观组织的演化规律, 并对 Mg-13Gd-6Y-0.6Zr 合金的热变形机理进行讨论。结果: 进行分析得出该合金在热压缩温度 420 °C 变形程度为 0.6, 应变速率为 0.1s⁻¹ 合金的组织性能比较好。结论: (1) 应变速率一定时, 温度越高, 合金到达峰值应力的时间越短, 且峰值应力越小。当温度一定时, 应变速率越大, 峰值应力越大, 加工硬化现象严重, 应力值较高。(2) 在对应变速率为 0.1s⁻¹, 变形量为 0.6, 温度从 330 °C 到 420 °C 压缩的金相组织进行观察, 在 420 °C 材料发生完全再结晶, 晶粒细小, 组织性能较好。(3) 在对应变速率为 0.1s⁻¹, 变形量为 0.6, 温度 390 °C 到 420 °C 压缩后组织的 EBSD 组织分析中, 平均晶粒尺寸先降低后增大, 在 420 °C 平均晶粒尺寸最小。小角度晶界的比例是先升高后降低, 在 420 °C 比例最大。这就说明在 420 °C 材料发生动态再结晶, 晶粒尺寸较小, 小角度晶界数量多, 材料性能在变形程度为 0.6, 应变速率为 0.1s⁻¹, 温度为 420 °C 的参数最佳。(4) 温度一定时, 应变速率越大, 合金的晶粒尺寸越小, 小角度晶界的比例越大。

C08-PO12

钨合金的高温力学性能及断裂机理研究

王玲¹, 秦颖楠², 刘桂荣¹, 熊宁²

1. 安泰天龙钨钼科技有限公司
2. 安泰科技股份有限公司

本文选用粉末冶金法制备 93W-5Ni-2Fe 合金, 通过高温拉伸试验研究了合金在 1000 °C 到 1400 °C 的高温力学性能, 通过扫描电镜对高温拉伸后的试样进行断口分析, 研究了合金在高温环境下的断裂机制演变规律。结果表明: 93W-5Ni-2Fe 合金在 1000~1400 °C 范围内的抗拉强度、屈服强度、延伸率、断面收缩率和弹性模量均随着温度的升高而急剧降低, 随着温度的不断升高, 材料表现出明显的脆性断裂, 钨颗粒本身没有发生穿晶断裂, 断裂模式为粘结相撕裂和钨相与粘结相界面断裂。

C08-PO13

钼冶金中铈的综合提取研究进展

刘伟^{1,2}, 丁留亮^{1,2}, 郭明宜^{1,2}, 李继文¹, 魏世忠²

1. 河南科技大学材料科学与工程学院
2. 河南科技大学河南省耐磨材料工程技术研究中心

稀土金属铈及其合金以其优异的耐高温性能和高催化活性而被广泛应用于航空航天、石油化工等领域。铈无独立矿床, 因和钼性质相近而多伴生于钼矿中, 因此铈常富集于钼冶炼过程产生的废气、废水和废渣中, 钼冶金中伴生元素的提取是铈的重要来源, 探索高效环保的提铈方法, 对满足战略资源的需求和环境保护具有重要意义。本文综述了最近几年钼矿中伴生铈提取工艺的研究进展, 重点介绍了萃取法和离子交换法, 并对铈提取方法的发展趋势作了展望。

C08-PO14

钼金属剪切-流动复合热态旋压工艺研究

冯鹏发, 党晓明, 赵虎, 王娜, 胡林, 张常乐, 陈二雷, 曹维成
金堆城钼业股份有限公司 710077

通过分析蓝宝石单晶生长用旋压钼坩埚的服役过程、钼坩埚的不同部位对蓝宝石生长的作用及影响规律, 给出了旋压钼坩埚的失效形式和质量控制要素。通过试验研究旋轮载荷因素(旋轮成形角 α 、旋轮半径 D_p 、旋轮尖角半径 ρ 、旋轮安装角 β)、壁厚道次减薄率 ψ_t 、旋轮进给量 f 、芯模-旋轮间隙 δ 、主轴转速 n 、旋压温度、加热方式、退火温度和时间等工艺参数, 分析口部开裂、突耳高度不均、底部下凹、底部圆角下塌、侧壁壁厚不足、周向壁厚不均、尺寸误差控制等钼坩埚质量影响因素、形成原因及其解决方法, 开发出钼金属剪切-流动复合热态旋压工艺。同时, 给出了钼金属旋压过程中显微组织演变规律。

C08-PO15

Ce 元素对钼丝力学性能显微组织的影响

冯鹏发, 付静波, 党晓明, 刘仁智, 赵虎, 杨秦莉, 曹维成
金堆城钼业股份有限公司 710077

实验研究了元素 Ce 对 Mo-Ce 合金丝的力学性能和显微组织的影响。结果表明, 当 Ce 含量较低(0.03%) 时, Mo-Ce 合金丝的屈服强度、抗拉强度、延伸率与纯钼丝的水平相当; 随着 Ce 含量逐渐增加(0.06%~0.09%) 时, Mo-Ce 合金丝的屈服强度和抗拉强度逐渐增加, 而延伸率有所降低; 当 Ce 含量达到 0.09%~0.12% 时, Mo-Ce 合金丝获得最大的延伸率、适中的强度和稳定的屈强比; 当 Ce 含量进一步增加(0.15%~0.3%) 时, Mo-Ce 合金丝的强度和塑性都降低, 综合力学性能水平下降。金相组织分析, 烧结态 Mo-Ce 合金的晶粒尺寸可达到 20-30 μm , 相当于纯钼的 1/4; 显微组织和物相分析表明, 在 Mo-Ce 合金的整个粉末冶金和加工过程中, Ce 元素以 CeO_2 微粒形式均匀地弥散在钼基体的晶内和晶界, 并与钼基体存在良好的共格关系, 从而不但发挥出显著细化晶粒、弥散强化的效果, 而且未出现第二相难以变形而加剧钼合金的脆化, 从而保证 Mo-Ce 合金具有远优于 Mo-La、Mo-Ye 合金的综合力学性能。

C08-PO16

Mo-3Nb 合金的高温塑性变形及本构方程

张文^{1,2}, 高选乔², 程军², 李来平², 胡忠武², 赵彬^{1,2}, 张平祥^{1,2}
1. 西北工业大学
2. 西北有色金属研究院

采用 Gleeble-3800 热模拟试验机对 Mo-3Nb 合金的高温流变应力变化规律进行了热模拟实验研究, 采用 Arrhenius 双曲正弦方程建立了材料常数与真应变的函数关系式, 计算了在试验条件下的各种材料参数, 建立了 Mo-3Nb 合金的高温流变应力本构方程。实验原材料采用西北有色金属研究院提供的 Mo-3Nb 合金棒材。将 Mo-3Nb 合金棒材采用线切割加工成 $\Phi 8\text{mm} \times 12\text{mm}$ 的圆柱体压缩试样, 两端和外圆磨光, 将压缩试样在美国 DSI 公司生产的 Gleeble-3800 热/力模拟试验机上进行恒温等变速率压缩试验, 变形温度为 1100-1300 $^{\circ}\text{C}$ 间隔区间为 50 $^{\circ}\text{C}$ 变形速率分别为 0.001、0.01、0.1、1、10 s^{-1} , 试样压缩率为 50%, 真应变量为 0.7。由 Mo-3Nb 合金在不同变形条件下的热压缩变形的真应力-真应变曲线可以看出, 合金的应力随着变形速率的增加而增加, 而且随着变形温度的升高而降低, 说明变形温度和变形速率对 Mo-3Nb 合金的流变应力变化有较大影响。采用 Arrhenius 双曲正弦方程建立了 Q 、 A 、 n 、 α 等材料常数与真应变的函数关系式, 计算了在试验条件下的各种材料参数, 根据 Arrhenius 双曲正弦函数方程求得的 Mo-3Nb 合金的材料常数为: $A=2.044 \times 10^5 \text{s}^{-1}$; $\alpha=0.0043 \text{mm}^2/\text{N}$; $n=1.4688$; $Q=322.3 \text{kJ/mol}$; 建立了在变形温度区间 1100~1350 $^{\circ}\text{C}$ 应变速率 0.001~10 s^{-1} 、变形程度为 50%, 真应变量为 0.7 的条件下进行高温变形时, 包含变形温度、应变速率和变形量的双曲正弦函数形式的 Mo-3Nb 合金的高温流变应力本构方程为:

$\varepsilon=2.044 \times 10^5 [\sinh(0.0043\sigma)]^{1.4688} \exp[-322.3/(RT)]$ 。本研究建立的 Mo-3Nb 合金本构关系可用于实际热加工过程中变形抗力的计算以及作为有限元模拟的本构方程。

C08-PO17

无氧铜表面 CVD 沉积钨涂层微观组织研究

张丹华¹, 秦思贵¹, 刘桂荣², 熊宁¹, 刘国辉²

1. 安泰科技股份有限公司
2. 安泰天龙钨钼科技有限公司

无氧铜广泛应用于微波管中的电子部件, 如收集极等。随着信号传输、雷达、微波武器等电子部件的发展对微波功率要求越来越高, 微波管中承受的电子轰击功率更大, 无氧铜无法满足脉冲输出功率要求, 造成表面或局部温度过高, 导致熔化。无氧铜与难熔金属材料复合是提高无氧铜表面耐高温性能的有效途径。采用 CVD 工艺在无氧铜表面制备了钨涂层, 研究了涂层及界面的形貌及微观组织。研究了 CVD 沉积薄的钨涂层界面结合强度测试方法, 并对其的界面结合强度进行测试和分析。

C08-PO18

简易合成均匀混合的 Fe-Y₂O₃ 纳米复合粉末

张德印, 秦明礼, 黄敏, 贾宝瑞, 吴昊阳, 曲选辉
北京科技大学 100083

采用一种简单的基于溶液燃烧合成的方法成功制备出氧化物颗粒均匀分布的氧化物弥散强化铁纳米复合粉末。首先, 通过溶液燃烧合成制备出混合氧化物粉末 (Fe₂O₃ 和 Y₂O₃)。接着, 通过氢气还原混合氧化物粉末制备出均匀混合的 Fe-Y₂O₃ 纳米复合粉末。对不同氧化钇含量的混合氧化物粉末的相组成, 比表面积和形貌进行了表征。研究了还原温度对所制备的 Fe-Y₂O₃ 纳米复合粉末的相组成和形貌的影响。在 400°C 还原得到的 Fe-Y₂O₃ 纳米复合粉末的平均颗粒尺寸为~35nm。这种简单快捷的制备方法将有助于制备其他均匀混合的氧化物弥散强化粉末。

C08-PO19

大尺寸 WTi 合金靶材与背板的扩散焊性能研究

丁照崇

1. 有研亿金新材料有限公司
2. 北京市高纯金属溅射靶材工程技术研究中心

目的: 12 英寸晶圆用大尺寸 WTi 合金靶材, 通常采用钎焊以实现与背板的焊接, 但钎熔点低, 焊接抗拉强度低 (<5MPa), 常出现焊缝开裂、甚至脱焊。为满足 WTi 合金靶材大功率、高可靠性溅射使用, 本论文开展了大尺寸 WTi 合金靶材与背板的扩散性能焊接研究。方法: 采用热压、热等静压工艺, 开展大尺寸 WTi 合金靶材分别与铝合金、铜合金或钼背板扩散焊接实验, 然后对焊接后整体变形量、焊接界面组织、焊合率、抗拉强度等性能测试分析。结果: 大尺寸 WTi 合金靶材与铝合金或铜合金背板扩散焊接后, 整体变形量大, 甚至靶材在焊缝处碎裂, 可靠性差; 而大尺寸 WTi 合金靶材与钼背板扩散焊接后, 整体变形量小, 焊接界面良好扩散, 焊合率可达到 99% 以上, 抗拉强度 50MPa 以上。结论: 采用钼背板可以实现大尺寸 WTi 合金靶材的扩散焊接, 焊合率可达到 99% 以上, 抗拉强度 50MPa 以上, 从而可以满足大功率溅射。

C08-PO20

铌硅基超高温结构材料的高温氧化行为研究

郭丰伟

使用非自耗电弧熔炼法制备 Nb-20Ti-16Si-3Al-3Cr-2Hf (原子百分比) 铌硅合金铸锭, 切取铸态合金试样进行 1250 °C 高温氧化, 获得合金的氧化增重曲线。结果表明: 铌硅合金氧化过程中发生了严重的内氧化现象, 不同的元素内氧化析出顺序不同, 内氧化发生在 Nb_{ss} 固溶体相中, 金属间化合物 Nb₅Si₃ 相不发生内氧化。合金生成疏松的外氧化皮, 外氧化皮由多层结构构成, 合金外氧化过程中发生了两次氧化物的固相反应: $5\text{Nb}_2\text{O}_5 + 2\text{TiO}_2 = \text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29}$, $\text{Ti}_2\text{Nb}_{10}\text{O}_{29} + 3\text{TiO}_2 = 5\text{TiNb}_2\text{O}_7$, 固相反应的发生带了氧化皮形貌及缺陷的变化。

C08-PO21

钼铼-镧 (铈) 合金的微观组织及力学性能研究

刘仁智, 杨秦莉, 庄飞, 安耿, 崔玉清, 王娜, 曹维成, 赵虎
金堆城铝业股份有限公司 710068

本文通过固-液掺杂的方法在 MoRe_{3.5} 中加入稀土 La₂O₃ 或 CeO₂ 纳米颗粒形成 Mo-Re-La、Mo-Re-Ce 合金, 将两种合金与 MoRe_{3.5} 和纯 Mo 的微观组织及力学性能进行对比研究, 得到如下结论: 1) 低含量 3.5% 的 Re 金属对 Mo 金属也有明显的细晶强化效果; 2) La₂O₃ 或 CeO₂ 纳米颗粒的加入进一步细化和强化了 MoRe_{3.5} 合金; 3) La₂O₃ 纳米颗粒能促进 MoRe_{3.5} 强度的提升, 而 CeO₂ 纳米颗粒将 MoRe_{3.5} 延伸率提高 50% 以上。

C08-PO22

La-TZM 钼合金在烧结和轧制过程中出现的裂纹原因分析

周宇航^{1,2}, 胡平^{1,2}, 胡卜亮¹, 常恬¹, 邓洁¹, 王快社^{1,2}, 曹维成³, 冯鹏飞³

1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 陕西 西安 710055
2. 西安建筑科技大学 功能材料加工国家地方联合工程研究中心, 陕西 西安 710055
3. 金堆城铝业股份有限公司, 陕西 西安 710077

通过粉末冶金和轧制工艺制备 La-TZM 合金, 在烧结坯、热轧板材和冷轧板材中会出现微量加工裂纹。采用 SEM 和 TEM 分别对其中出现的微量加工裂纹进行研究, 探讨 La-TZM 合金在烧结、轧制过程中裂纹的萌生机理。研究表明: La(NO₃)₃、TiH₂、ZrH₂ 掺杂使合金组织内形成更加细小均匀的第二相, 第二相粒子容易阻碍位错的运动而引起位错塞积, 由此引起的拉应力会引起裂纹形核及扩展, 裂纹在扩展时遇到第二相粒子会发生偏转。La-TZM 合金的断裂方式为穿晶的延性断裂, 其断裂面为准解理断口; La-TZM 合金裂纹的萌生符合微孔聚集模式。

C08-PO23

集成电路用粉末冶金靶材烧结成型技术及性能表征

丁照崇^{1,2}

1. 有研亿金新材料有限公司
2. 北京市高纯金属溅射靶材工程技术研究中心

目的: 综述集成电路制造领域所用难熔金属靶材种类、所用粉末冶金烧结技术种类及特点、靶材性能表征及通常的指标要求, 以支持难熔在高端微电子领域的用途。方法: 分类、归纳、汇总集成电路制造领域所用难熔金属膜层、成型技术、性能等方面的文献资料。结果: 在集成电路制造领域, 用到大量难熔金属及其合金膜, 如插塞 (Plug)、阻挡层 (Barrier layer)、粘附层 (Glue layer)、栅极 (Gate)、焊垫层 (Bondpad) 等。这些膜层通常采用磁控溅射粉末冶金靶材制备, 靶材包括 W、WTi、Mo、硅化物、Cr、Ru 等。本论文中, 一方面讨论了粉末冶金靶的烧结成型技术及其对靶材性能影响, 包括无压烧结、热压

烧结（HP）、热等静压烧结（HIP）、放电等离子烧结等；另一方面，讨论了靶材性能表征，包括纯度、合金成分、密度、微观组织、织构、硬度、电阻率、均匀性。结论：随着集成电路制程从微米到纳米，对应的粉末冶金靶材的各项性能指标及均匀性要求也越来越高。一方面需不断地探索、优化成型技术工艺，另一方面还加强对靶材各项性能的全方面监测，以确保品质的稳定性。

C08-PO24

纳米钼粉烧结研究

段柏华，张钊

中南大学材料科学与工程学院 410006

钼是一种难熔的稀有金属，具有低的线膨胀系数，良好的导热、导电性和较高的弹性模量，广泛应用于冶金、航空航天、石油、电器产品以及核工业中。但是钼的塑性及加工性能制约了其在高技术领域中的应用。论文以纳米钼粉为原料，开展了传统烧结及微波烧结工艺的研究，探讨了压制压力、烧结温度及烧结时间等工艺参数对烧结钼制品的致密度、微观组织结构、力学性能及物理性能等的影响，探索纳米钼粉在烧结过程中的致密化规律，以期获得高致密和细晶粒的高性能钼材料，解决其塑性差加工难等难题。

C08-PO25

钼铜复合材料的制备及其致密化研究

王德志，张宇晴

中南大学材料科学与工程学院 410083

钼铜复合材料是一种组元成分互不相溶的假合金，具有良好的导电导热性能，且热膨胀系数可根据成分比例调节。目前，钼铜复合材料的制备方法多种多样，但大多都具有原料粉不易得、过程繁琐及设备昂贵等缺点，从而阻碍了钼铜复合材料的推广及工业化生产。本文提出一种制备钼铜复合材料的新思路，即钼包覆常规铜颗粒，提高复合材料的烧结温度，使复合材料更加致密且避免渗铜现象的发生。同时，探讨了添加剂含量、压制压力及烧结温度对钼铜复合材料致密度、微观组织及物理性能的影响，以得到最优工艺参数。

C08-PO26

钨-氧化铝复合粉体的水热法制备工艺研究

杨颜萍，魏世忠，潘昆明，王长记

河南科技大学 471023

金属钨的韧脆转变温度较高、再结晶温度较低、低温脆性以及辐照硬化等不足之处使得我们对于金属钨的应用研究有所止步。而氧化铝（ Al_2O_3 ）因其的高强度、高稳定性、高硬度、高耐磨性等优点被广泛使用。所以此次我们在金属钨中掺杂一定量的 Al_2O_3 ，形成 $\text{W-Al}_2\text{O}_3$ 复合材料，通过第二相强化作用，弥补钨合金性能的不足，进一步拓宽其应用领域。本实验利用水热法、液液掺杂、煅烧工艺和还原工艺成功制备出 $\text{W-Al}_2\text{O}_3$ 复合粉体，并研究了 PH 值、水热温度、溶液浓度以及水热时间等因素对前驱粉体形貌、尺寸的影响。利用 XRD、SEM、TEM 等检测手段对粉末的颗粒形貌、物相组成、形态转变进行了分析。研究表明：在 $\text{pH}=0.5$ ，浓度为 0.5g/ml ，水热温度为 $170\text{ }^\circ\text{C}$ 反应时间为 15h 能制备出最佳的前驱体粉体。经过煅烧两段还原，制备出颗粒尺寸为 $200\text{-}400\text{nm}$ 的 $\text{W-Al}_2\text{O}_3$ ，并且随着 Al_2O_3 含量的增加， W 颗粒逐渐细化。所以，我们可以得出结论：将 Al_2O_3 加入到金属 W 中确实可以起到细化晶粒的作用，从而引起第二相强化的效果，改善金属 W 的不足性能，创造出性能更好的、更能满足人们使用条件的 W 基合金，拓宽了金属 W 的使用范围。

C08-PO27

不同 OH-浓度对 La-TZM 合金电化学腐蚀行为影响研究

邓洁^{1,2}, 胡平^{1,2}, 王快社^{1,2}, 宋瑞^{1,2}, 胡卜亮^{1,2}, 陈震宇^{1,2}, 周宇航^{1,2}, 常恬^{1,2}

1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 陕西 西安 710055
2. 功能材料加工国家地方联合工程研究中心, 陕西 西安 710055

通过微合金成分控制, 采用粉末冶金和轧制工艺制备出耐腐蚀性能良好的高强高韧稀土掺杂 La-TZM 合金板材。采用动电位极化测试研究不同 OH⁻浓度 (5%、7%、10%) 对 La-TZM 合金腐蚀行为的影响规律并揭示其电化学腐蚀机理, 采用扫描电子显微镜 (SEM)、能谱 (EDS) 分析表征腐蚀产物显微结构特征。研究表明, 添加的合金元素 (La、Ti、Zr) 以氧化物的形式均匀分布于 Mo 合金基体, 氧化物周围易发生点蚀。La-TZM 合金在氢氧化钠腐蚀介质中主要发生点蚀, 腐蚀首先在第二相粒子周围以点蚀的形式产生, 随着腐蚀电位增加, 腐蚀沿着晶界和缺陷处继续扩展。在不同 OH⁻浓度的腐蚀介质中, 随着 OH⁻浓度的增大, La-TZM 合金腐蚀速率呈现出先增大后减小的趋势。La-TZM 合金在 OH⁻浓度为 10% 时, 表面生成单层钝化膜, 有效延缓 OH⁻对基体的直接腐蚀, 合金在腐蚀介质浓度为 10% 时表现出良好的耐腐蚀性能。

C08-PO28

不同 Co 含量下的珊瑚状 Ni-Co 合金粉末的磁性能

胡平, 陈震宇, 常恬, 邓洁, 杨帆, 王快社, 李秦伟, 胡卜亮, 喻海良
西安建筑科技大学 710055

本文介绍了一种利用共沉淀结合氢气还原的方法制备出成分控制的 Ni-Co 合金纳米粒子, 同时表征了其晶体结构, 形貌和磁性能。文章讨论了不同 Co 含量对 Ni-Co 纳米粉末的磁性能的影响。结果表明饱和磁化强度随着 Co 含量的增加而增加, 当 Co 含量为 90% 的时候达到 214.7emu/g。矫顽力随着 Co 含量的增加而增加直到 Co 含量增加到 70%, 然后随着 Co 含量的进一步增加而减小。研究揭示了饱和磁化强度受到原磁距的影响, 矫顽力受到 Co 含量和晶粒尺寸大小的共同影响。

C08-PO29

高纯 MoNb 合金溅射靶材微观组织的 EBSD 分析

付振华¹, 李继文¹, 魏世忠², 耿宏安³, 李武会¹

1. 河南科技大学材料科学与工程学院
2. 河南省耐磨材料工程技术研究中心
3. 洛阳爱科麦钨钼科技股份有限公司

高纯 Mo 溅射靶材广泛用于电子信息产品制造业中, 其微观组织均匀性、晶粒尺寸大小及晶粒取向分布对溅射性能有着直接的影响。在 Mo 靶材中掺杂一定量的 Nb, 采用 SEM 和 EBSD 技术对高纯 MoNb 合金溅射靶材的微观组织进行观察, 主要研究了 Nb 对 Mo 靶材组织的影响, 并对高纯 MoNb 合金溅射靶材的组织成分、相分布和晶粒尺寸分布进行了分析。结果表明: Nb 均匀分布在 Mo 靶材组织中, 对 Mo 靶材具有细化晶粒的作用, 靶材组织中未发现明显织构, Nb 对 Mo 靶材组织的晶粒取向没有明显影响。

C08-PO30

集成电路用钛靶材和铜锌合金背板扩散焊接技术研究

董亭义^{1,2,3}, 吕景波^{1,2}, 于文军¹, 何金江³, 吕保国^{1,2,3}

1. 北京翠铂林有色金属技术开发中心有限公司
2. 有研亿金新材料有限公司
3. 北京市高纯金属溅射靶材工程技术研究中心

为解决国内大尺寸靶材技术问题，研究了高纯金属 Ti 和 Cu62Zn38 合金在不同的工艺条件下的扩散焊接性能和界面情况。结果表明，真空封焊的退火态 Cu62Zn38 合金和高纯 Ti 样件经过 525 °C/120M Pa/4h 热等静压，平均焊接强度能达到 136MPa 以上，焊接界面达到冶金结合，焊接性能可以满足大尺寸 Ti 靶材的使用要求。

C08-PO31

钨铜合金电导率模型及理论值计算

王喜然^{1,2}，魏世忠¹，潘昆明¹，徐流杰¹，李秀清¹

1. 河南科技大学河南省耐磨材料工程技术研究中心
2. 河南科技大学材料科学与工程学院

钨铜合金由于其具有良好的耐电弧烧蚀性、抗熔焊性、高导热导电性等特点，已被应用于冶金、材料、电子、军工等领域。电导率材料性能指标之一，一直备受大家关注。对于电导率的理论计算，国内外的一些学者分别提出了一些具有各自特色的物理模型。本文针对不同成分的钨铜合金现有的电导率计算模型进行了归纳总结，推导出不同模型下的理论电导率；并对不同模型的特点进行了分析和比较，讨论了不同模型的适用范围，并将计算值与实验结果进行了比较，为钨铜合金的成分和电导性能设计提供了初步的理论依据。

C08-PO32

锻造钼棒缺陷及检测方法的研究

董帝，任树贵

安泰天龙钨钼科技有限公司 100094

本文详细介绍了锻造钼棒常见缺陷的典型特征、分布形态以及缺陷产生的原因，并对消除缺陷的防范措施和缺陷检测方法进行了系统研究。结果表明，低倍分析可以发现锻造钼棒粗晶及晶粒组织不均、心部疏松等缺陷，利用超声波无损检测技术可以对锻造钼棒内部缺陷进行定量、定位，分析了孔洞、夹杂、裂纹等典型缺陷的特征波形，同时对试样进行解剖、金相观察，建立起超声检测波形与缺陷类型的对应关系，为获得高性能无缺陷的钼棒提供有效保证。

C08-PO33

大尺寸细晶钼材的多向锻压研制

杨益航^{1,2}，黄羽²，郑艾龙²，黄志民²，彭福生²

1. 厦门理工学院
2. 厦门虹鹭钨钼工业有限公司

高品质钨钼材料在高端靶材、半导体及国防工业等领域的应用已日渐广泛，其对材料的大尺寸需求也越来越高。将多向锻压技术应用于大尺寸细晶钼材的研制，经 3 道以上的多向锻压加工，获取 200% 以上的累积变形量，由 EBSD 检测发现材料内取向较多且弱，而呈现近各项同性的效果；晶粒尺寸发布于 5~20 μm ；材料的抗拉伸强度达到 640MPa，延伸率约 25%，表现出较好的综合力学性能；现已制出尺寸为 $\phi 86 \times 4\text{mm}$ 的钼饼及 $\phi 63 \times 41\text{mm}$ 的钼柱。由此，多向锻压工艺在大尺寸细晶钼材制备上表现出较强的优势。

C08-PO34

高温等温锻造模具用 TZM 合金室温及高温力学性能研究

付静波，曹维成，杨秦莉，庄飞，张晓

金堆城钼业股份有限公司 710077

随着我国国防工业的发展，航空难变形材料的应用越来越广泛。与此同时，材料的变形工艺成为亟需解决的问题。目前，航空难变形材料的变形方法主要是高温等温锻造，因此，寻求适合于高温等温锻造的模具材料将成为关键。钼基合金导热性好、膨胀系数低、良好的高温和低温强度、高温蠕变和高温韧性，因此适合用作高温模具材料。用作工模具的钼合金材料主要有 TZM 合金和 TZC。而 TZM 合金相对于 TZC 合金综合性能好，因此应用更为广泛。目前，在美国 TZM 合金是等温锻造粉末高温合金盘件的唯一工模具材料，而国内由于诸多原因尚未进行这方面的研究。本研究的目的是制备出满足 1100 ℃ 等温锻造模具要求的 TZM 合金材料。本研究采用新型掺杂工艺制备了 TZM 合金粉末，通过对合金烧结工艺、热加工工艺的合理设计，制备出高温等温锻造模具用 TZM 合金。对该合金的室温拉伸性能及高温拉伸性能、高温断裂韧性、高温持久性能进行了研究。结果表明，本研究制备的 TZM 合金室温力学性能优良，明显优于 ASTM B387-2010 标准；该合金的高温力学性能优异，与现有国产等温锻造模具材料相比有很大优势。在 1100 ℃ 抗拉强度为 552Mpa、屈服强度 513.8Mpa、延伸率为 10.5%，1100 ℃ 加载应力为 160Mpa 的持久寿命为 250 小时。本研究制备的 TZM 合金，性能明显优于现有 TZM 产品；该合金可用作 1100 ℃ 至更高温下的等温锻造模具材料。

C08-PO35

掺杂钨板坯轧制工艺的研究

祁美贵¹，郑艾龙¹，范荣奎²，黄丽枚¹，黄志民¹，彭福生¹，谢永华²

1. 厦门虹鹭钨钼工业有限公司
2. 成都联虹钼业有限公司

通过制备不同掺杂剂含量的掺杂钨板坯，研究掺杂钨板坯在不同道次变形条件下的密度演变、组织演变情况，研究了掺杂钨板坯的轧制工艺。结果表明：掺杂钨板坯经过热轧开坯后，随着道次变形量的增大，密度不断增大。当轧制变形量为 92%。掺钨钨板材的密度值从烧结坯的 18.4g/cm³ 增加到 18.9 g/cm³，掺钨钨板坯的密度值从烧结坯的 17.6g/cm³ 增加到 19.15g/cm³，轧制后的掺杂钨板材呈现典型的板坯轧制状态。与纯钨板相比，掺杂钨板在高温下的组织形态更为稳定。

C08-PO36

玻璃窑炉用钼制品的高温抗氧化涂层制备及其性能

刘文迪，黄羽，黄志民，彭福生

厦门虹鹭钨钼工业有限公司 361021

随着全球电熔技术的升温和迅猛发展，钼制品在玻璃电熔行业内需求量大增。由于钼具有良好的高温性能，使其成为玻璃电熔窑炉加热元件的首选材料，但是钼的抗氧化能力差，导致玻璃液对钼的过早侵蚀，降低电极的使用效能，甚至造成钼表层晶粒剥落而融入玻璃液中，影响玻璃成品质量。我们的涂层目的是从根本上克服了纯钼材料天性的不足，提高了其在高温环境下的抗氧化能力，提升了产品在高温环境下的性能以及延长了其在玻璃电熔炉中的使用寿命。利用 Mo-Si-B 三元系中金属间化合物的高熔点(~2160℃)、突出的高温力学性能、及良好的高温氧化抗力，采用固体包渗及热处理的方法在 Mo 基体表面形成致密的多层涂层结构。经过加热、保温和扩散退火等工序，在基体与涂层之间引入阻挡层，有效阻止涂层不断扩散至基体中导致涂层退化甚至失效。通过 SEM\EDS、XRD 确认涂层成分，利用氧化测试验证其具有优异的高温抗氧化性能。该涂层具有以下 4 个优点：1) 克服了钼易氧化的缺点；2) 可以防止在熔炉预热过程中，致使产品暴露在空气中而被氧化的可能性；3) 可以采用冷装方式，不需采取任何防氧化措施可以进入施工程序；4) 涂层的附着力强、高温状态下强度高、有自我修复能力，可以提高产品的抗侵蚀能力，延长了基体的使用寿命；5) 涂层不影响基体的导电率及机械强度。此涂层制备工艺简单，便于在异型件上制备；成本低廉，易实现产业化；高温抗氧化性能好，与 Mo 基体结合力强，能在窑炉预热期间起到保护好电极的作用，也不会污染玻璃液。

C08-PO37

溶液燃烧合成法制备 Y₂O₃ 掺杂纳米 W 粉

陈铮

北京科技大学新材料技术研究院 100083

采用溶液燃烧合成与氢气还原相结合的方法制备 Y₂O₃ 掺杂纳米钨粉。首先采用溶液燃烧合成法制备针状的 Y₂O₃/W₁₈O₄₉ 前驱体复合粉末，然后在氢气中将前驱体粉末在不同的温度下进行还原。前驱体粉末表现出很高的还原活性，在 700℃ 下保温 2 h 即可将 W₁₈O₄₉ 完全还原为纯 W。将还原得到的 W 粉进行烧结实验，实验结果表明该 W 粉具有很高的烧结活性，在 1500℃ 烧结即可达到超过 95% 的相对密度，同时其晶粒尺寸仅有 450-550 nm。TEM 测试表明在烧结块体中，Y₂O₃ 颗粒均匀的分散在 W 的晶粒内部以及晶界上。

C08-PO38

基于正交实验的高强银铜镍合金加工工艺优化设计

户赫龙¹，董亭义¹，李海滨¹，李艳锋²

1. 北京翠铂林有色金属技术开发中心有限公司
2. 北京有色金属研究总院

目的：银铜镍合金以其优良的导电性能和较高的机械强度被广泛应用于制造军事装备信号传输和能量传送部件。轧制和热处理的工艺参数对银铜镍合金的性能有较大的影响。但目前文献中缺少类似报导，基于此，本文系统研究了轧制和热处理的工艺参数对银铜镍合金性能和微观结构的影响。方法：本文通过正交实验设计系统研究了变形量、热处理温度、冷却方式等因素对合金性能和微观结构的影响。结果：结果表明：银铜镍合金的硬度随着变形量的增大和固溶温度的升高而变大，随着时效时间延长而变小，固溶处理冷却方式对其硬度影响不大。结论：银铜镍合金经 720 ℃ 固溶处理，冷轧变形量为 65% 时，硬度最大，可达 155HV，电导率为 $2.2 \times 10^{-8} \Omega m$ 。通过该工艺制备的合金材料呈现为共晶组织，沿变形方向均匀分布。

C08-PO39

一种新型的制备超细纳米氮化铝粉末的方法

何庆，秦明礼，王浩，黄敏，鲁慧峰，曲选辉

北京科技大学新材料技术研究院 100083

本文利用溶胶-凝胶结合碳热还原的方法制备出颗粒大小分布均匀、尺寸为 20-30 纳米的超细氮化铝粉末，其前驱物制备原理基于溶液燃烧合成方法。首先，将无机铝盐、有机碳源、燃料在溶液中混合均匀加热制备出含铝源、碳源的凝胶，之后，将凝胶置于惰性气氛中加热燃烧得到含无定型氧化铝和碳的前驱物，最后，前驱物在氨气中进行煅烧得到氮化铝粉末。讨论了前驱物的燃烧气氛对氮化反应的影响。结果表明惰性气氛中制备的前驱物在 1000 ℃ 开始生成氮化铝相，1300 ℃ 煅烧 2 小时实现完全氮化，最后讨论了实现低温氮化的热力学可能性。本文通过控制燃烧气氛以及利用氨气进行氮化可以在低温制备出超细氮化铝粉末。

C08-PO40

The structural and optical properties of Er₂O₃ by pseudopotential method

Yanyan Zhu¹, Xiaojie Pan¹, zebo Fang², Haijing Cao¹

1. Department of Mathematics and Physics, Shanghai University of Electric Power
2. Department of Physics, Shaoxing University, Shaoxing 312000, China

氧化铒 (Er_2O_3) 由于具有优异的化学, 热学, 光学和电学性能而引起了广泛的关注。其宽带隙和低声子振动使其成为适用于宽荧光体发射范围的合适的主体材料。对于微光子器件来说, 这是一种有希望的发光材料, 因为 Er^{3+} f-壳跃迁为 $1.54\mu\text{m}$, 与温度无关。由于其高介电常数 (高 κ), 也可用在 CMOS 器件中代替 SiO_2 栅介质层。 Er_2O_3 膜由于其折射率高也可被用作减反涂层。由于铒离子的 4f 价电子, 位于 5s 和 5p 电子轨道内, 预期在热光伏 (TPV) 电池中可用作辐射器, 它可以将红外光或热能直接转换成电能。基于密度泛函理论的第一性原理模拟是预测材料性质的方法之一。稀土金属氧化物的第一性原理计算比较困难。然而, 由于计算机技术方面最近发展, 一些这样的材料的性质正在变得明朗。在这篇论文中, 我们通过密度泛函理论的第一性原理计算研究了单晶 Er_2O_3 的性质。我们使用第一个原理计算和分析了纯 Er_2O_3 的电子和光学性质。对能带结构和 DOS 的计算结果表明 Er_2O_3 具有 4.68eV 的带隙值。将光学性能与以前的理论结果和实验数据进行比较。我们在 Si (001) 衬底上 Er_2O_3 膜的实验折射率和吸收率符合我们的理论预测。

C08-PO41

Migration of Liquid Phase in Dual-layer WC-9Ni Cemented Carbides

Kaihua Shi, Xiuqi Zan, Jun Liao

自贡硬质合金有限责任公司

A series of WC-9Ni mixtures with varieties of initial WC grain sizes were prepared to form dual-layer cemented carbides. The liquid phase migration in the sintering process and its mechanism were investigated and discussed using scanning electron microscopy (SEM). Moreover, the effect of sintering temperature and WC grain size on microstructure changes of the samples was also studied. The results indicated that the LPM of dual-layer cemented carbide at different stages in the sintering process is mainly dominated by capillary force, decrease of interfacial energy in fine WC layer (FWC layer) and Ni content concentration gradient in the coarse WC layer (CWC layer). During the sintering process, liquid phase first migrated from FWC layer to CWC layer due to the effect of capillary force. With the temperature increase, the liquid phase in turn flowed from CWC layer to FWC layer result from the decrease of interfacial energy of FWC layer. When sintering temperature is $1450\text{ }^\circ\text{C}$, the liquid phase in the position away from interface would flow to the area near the interface because of the Ni content concentration gradient in the CWC layer. A high temperature sintering ($1450\text{ }^\circ\text{C}$) might lead to the formation of an abnormal WC grain growth layer (AWC layer) with relative high Ni content and many pool defects in the CWC layer next to the interface. With the increase of WC particle size in the CWC layer, the quantity of the pool defects in the CWC layer near the interface increases, so does the size.