

文章编号: 1005-2712(2005)01-0041-04

扫描电镜在钨制品生产中的应用

张冬梅, 王文华

(赣州华兴钨制品有限公司, 江西 赣州 341000)

摘 要: 介绍了扫描电子显微镜的工作原理及其在钨制品冶金生产中的应用。

关键词: 扫描电镜; 钨粉; 碳化钨粉

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** B

扫描电子显微镜(以下简称扫描电镜)是一种多功能表面分析显微镜。场深大、三百倍于光学显微镜, 适用于表面形貌观察, 图像富有立体感、真实感、易于识别和解释。放大倍数范围大, 一般为 50~20000 倍, 对于相组成的非均匀材料便于低倍下的普查和高倍下的观察分析。它具有相当的分辨率, 可达 2~6nm。

世界上每年消耗大量的钨, 作为硬质合金添加剂的碳化钨、用于合金化的元素钨和白炽灯的钨丝, 都采用粉末冶金制造。粒度分布宽、粗细不均匀的碳化钨粉无法满足生产高质量硬质合金的需要。同样不均匀的钨粉在制取钨丝后其产品的一致性差。对于粒径大小只有微米级的粉末制品, 我们肉眼是无法判定的, 借助扫描电镜, 问题便迎刃而解。扫描电镜成了我们在钨制品生产中微观世界的一双眼睛。

1 扫描电镜基本原理及常用功能

扫描电镜是聚焦电子束在试样表面逐点扫描成像。由电子枪发射出的电子束, 在加速电压的作用下, 经过电磁透镜会聚成一个细小的电子探针, 在末级透镜上部扫描线圈的作用下, 使电子探针在试样表面作光栅状扫描。由于入射电子与物质相互作用, 结果在试样表面上产生各种信息。因为所获得各种信息的二维强度分布是同试样的表面形貌、晶体取向及表面状态的一些性质等因素有关, 因此通过接收和处理这些信息, 就可以获得表征试样微观形貌的扫描电子像。成像信号可以是二次电子、背散射电子、吸收电子、电子感生电流、阴极发光和特征 X 射线等。通过接收和处理这些信息, 就可以获得表征试

样微观形貌的扫描电子像, 它还可对试样进行成分、晶体学、阴极发光、感应电导等多方面分析。在一般情况下, 用得最普遍的是作为形貌观察的二次电子像, 用作微区成分分析的特征 X 射线谱, 用作晶体学分析的电子通道花样, 以及作为前两者补充的背反射电子像与吸收电子像^[1]。

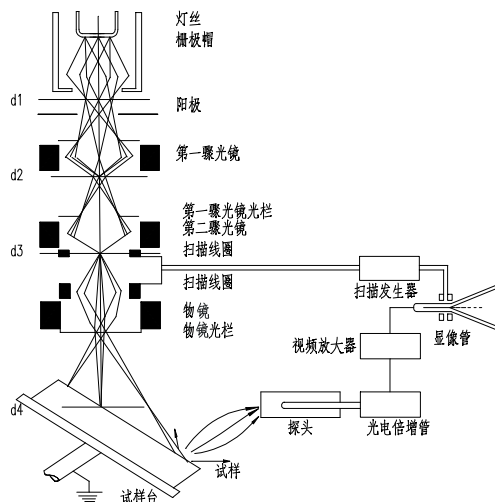


图 1 扫描电镜的工作原理图

2 扫描电镜在钨制品生产中的应用

2.1 原料的筛选

在生产控制过程中, 从仲钨酸铵原料到钨粉生产结束的扫描电镜图谱表明, 粒度分布均匀的氧化钨能制得均匀的钨粉, 粒度分布不均匀的氧化钨, 由于其在还原过程中存在不同的还原路径和还原速度, 制得的钨粉不均匀。以图 2 仲钨酸铵为原料生产

收稿日期: 2004-10-25

作者简介: 张冬梅(1970-)女, 江西赣州人, 工程师, 主要研究冶金生产的过程及产品分析。
© 1994-2012 China Academic Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

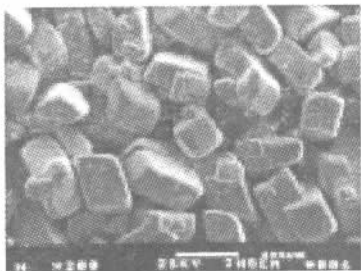


图 2 均匀的仲钨酸铵 SEM 照片

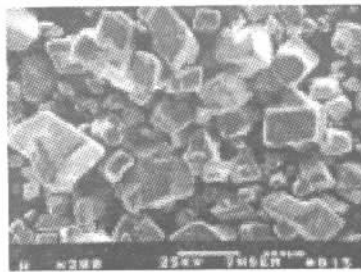


图 4 非均匀的仲钨酸铵 SEM 照片

的钨粉的电镜照片见图 3;同一工艺,以图 4 仲钨酸铵为原料生产的钨粉的电镜照片见图 5,可以直观的反应这一特性,因此扫描电镜成为钨制品生产中筛选原料不可缺少的检测工具。

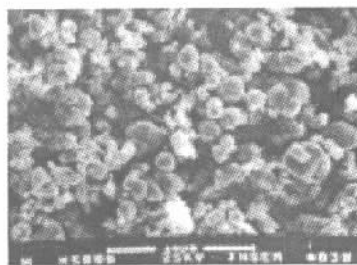


图 3 用图 2 原料生产的钨粉 SEM 照片

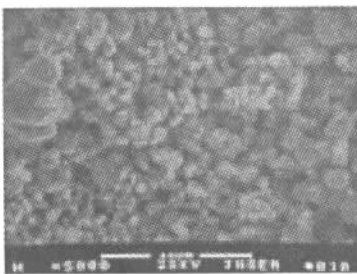


图 5 用图 4 原料生产的钨粉 SEM 照片

2.2 工艺参数的有效控制

在仲钨酸铵生产中,用间歇结晶和连续结晶及喷雾干燥工艺生产的仲钨酸铵扫描电镜照片见图 6、图 7、图 8。

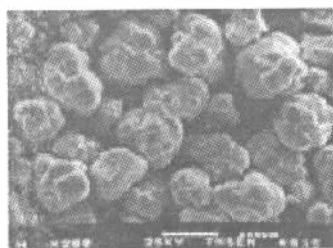


图 6 间歇结晶工艺 APT 的 SEM 照片

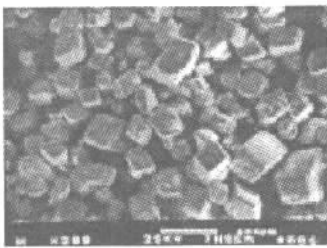


图 7 连续结晶工艺 APT 的 SEM 照片

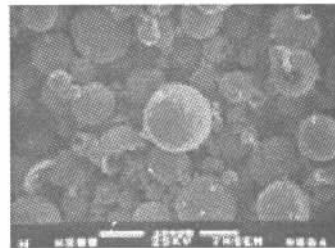


图 8 喷雾干燥工艺 APT 的 SEM 照片

由图可见工艺的改变所得仲钨酸铵的外观有明显的不同。

从碳化钨生产电镜图谱表明,工艺参数改变,所得产品扫描电镜图片也各异。下面图 9 及图 10 是用同一种钨粉原料改变碳化温度生产的碳化钨产

品。从图片可知,适当的碳化温度能生产出分散性好且粒度均匀的碳化钨粉。如碳化温度过高,则产品烧结利害,团聚现象严重。

由图 9 及图 10 可见:工艺改变,物相组成改变,扫描电镜图也各异。反过来,参考扫描电镜照片,可

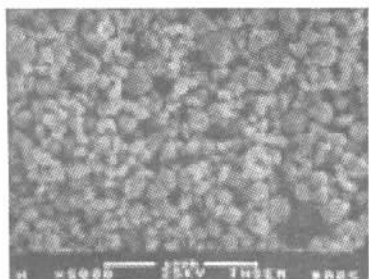


图 9 温度适宜生产的碳化钨粉 SEM 照片

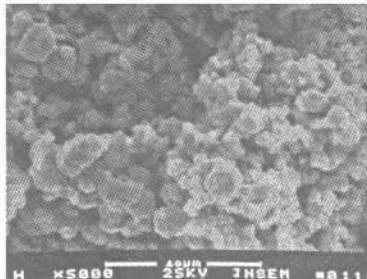


图 10 温度过高生产的碳化钨粉 SEM 照片

以及时调整生产中不利于生产的工艺参数。

2.3 产品形貌及性能表征

用仲钨酸铵在空气中煅烧制得黄钨,在氢气中还原成蓝钨和紫钨。用扫描电镜观察它们的形貌见图 11~图 16。

由上述扫描电镜图可看出,仲钨酸铵制出的各

种氧化钨仍保留了仲钨酸铵的外形,蓝钨晶体上的裂纹比黄钨多,紫钨是由大量杂乱排列的细针状晶体组成。紫钨具有独特的针状晶形,其间存在较大的间隙,紫钨的聚合体是疏松的。进行氢还原时,这种间隙有利于氢的渗入和水蒸气的逸出,生成钨粉速度快^[2]。

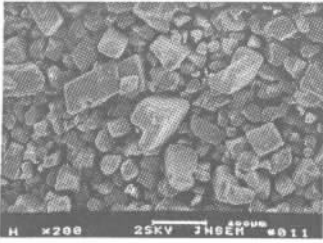


图 11 黄钨 200 倍 SEM 照片

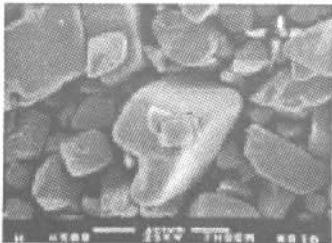


图 12 黄钨 500 倍 SEM 照片

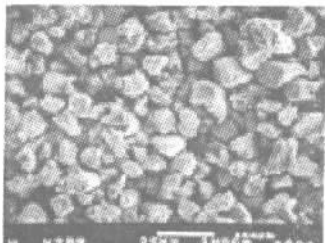


图 13 蓝钨 200 倍 SEM 照片

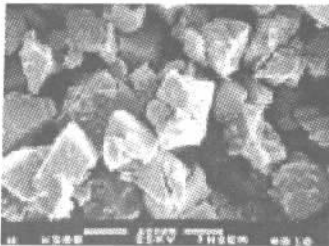


图 14 蓝钨 500 倍 SEM 照片

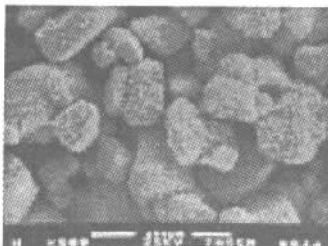


图 15 紫钨 500 倍 SEM 照片

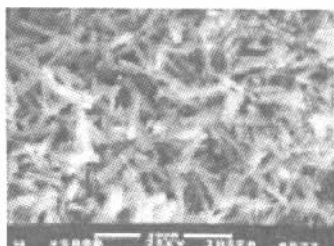


图 16 紫钨 5000 倍 SEM 照片

实践证明:分散性差的碳化钨粉无法满足生产高硬度、高强度的硬质合金的需要。借助扫描电镜对碳化钨粉低倍下的普查及高倍下的观察、小量研磨试验,可以证实这一点。

图 17 和图 18 是 1# 碳化钨粉的扫描电镜照片,

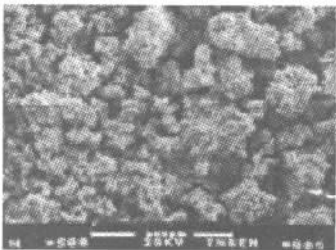


图 17 分散性差的碳化钨粉 500 倍 SEM 照片

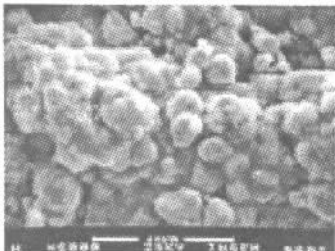


图 18 分散性差的碳化钨粉 5000 倍 SEM 照片

图 19 和图 20 是 2# 碳化钨粉的扫描电镜照片,对这两批样品进行小量研磨试验的数据见表 1。

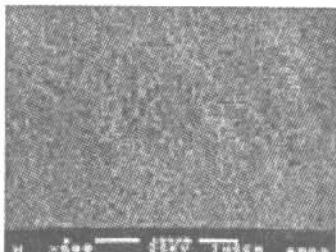


图 19 分散性好的碳化钨粉 500 倍 SEM 照片

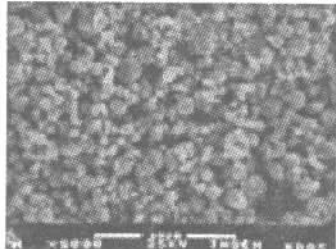


图 20 分散性好的碳化钨粉 5000 倍 SEM 照片

从图表我们可知:1# 碳化钨粉团粒多,粒度分布也不集中,2# 碳化钨粉产品粒度分布集中,粉末的分散性好。1# 碳化钨粉作为添加剂做出的钻头硬度大大低于技术标准规范;2# 碳化钨粉作为添加剂做出的钻头硬度完全满足技术标准规范。因此,碳化钨粉

表 1 两批样品进行小量研磨试验数据

产品编号	研磨时间	密度	硬度
	h	g/cm ³	HRA
1 [#]	4	14.56	88.6
2 [#]	4	14.55	90.5

的扫描电镜图片也直观地反映出其物理性能与产品性能的关系。

3 展 望

综上所述,扫描电镜作为钨制品生产中的检测手段,不仅可以直观地反映产品的外观形貌,还可反映出诸如粒度分布、分散性等重要物理性质,为生产出优质产品提供最直接的信息。近年来,随着电子计算机信息处理技术应用到扫描电镜中,已实现了用两种颜色(例如红色和蓝色)来分别显示立体图像,

然后用偏光镜来进行复合的立体彩色图象观察^[3]。此外,从发展来看,随着扫描电镜数字图像处理技术的发展,如果把构成立体的数字图象进行处理,则不必通过人工几何测量而直接给出立体几何分析数据也是可能的。那么在以后用扫描电镜进行形貌观测的同时,还可以给出钨制品的粒度确切的数据。总之,随着扫描电镜功能的不断改进,扫描电镜将成为钨制品生产中研究表面微观世界的全能仪器。

参考文献:

- [1] 魏全金. 材料电子显微分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990.149-163.
- [2] 彭泽辉. 紫色氧化钨制取工艺的研究及其应用[J]. 稀有金属与硬质合金, 2003, 31(2): 8-11.
- [3] 廖乾初, 蓝芬兰. 扫描电镜分析技术与应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 1990.3-78.

The Application of Scanning Electronic Microscope to Producing Tungsten Products

ZHANG Dong-mei, WANG Wen-hua

(Ganzhou Huaxing Tungsten Products Co., Ltd, Ganzhou 341000, Jiangxi, China)

Abstract: The operating principle of scanning electronic microscope is introduced, as well as its application to producing tungsten products.

Key words: scanning electronic microscope; tungsten powder; tungsten carbide powder

(上接第 32 页)

者曾在 Sc 和 Y 蒸馏中利用这一原理收到很好的效果。

4 结 论

(1) 金属铽采用真空蒸馏提纯工艺可以降低杂质含量, 提高金属纯度。

(2) 真空蒸馏提纯时使用钨坩埚对降低 Fe、Ni、Si 有明显效果。

(3) 使用 SL63—7BL 真空电阻炉蒸馏提纯粗金属铽, 真空度在 10^{-3} Pa, 温度为 $1\ 750\sim 1\ 800^{\circ}\text{C}$ 的工艺能用于批量生产高纯金属铽。

参考文献:

- [1] 徐光宪. 稀土[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1995.56-86.
- [2] 姜银举, 郝占忠. 金属铽蒸馏速度的实验测定及理论计算[J]. 稀土, 1999, 20(6): 11-13.
- [3] 姜银举, 郝占忠. 金属铽、钬、铈蒸馏提纯效果的研究[J]. 稀土, 1999, 20(6): 14-15.

Study on Production Technology of High-purity Terbium Metal

YANG Qing-shan, LIU Shu-ping, OUYANG Yu-ping, LIU Shi-zhong, SU Zheng-fu

(Hunan Shenghua Rare Earth Co., Ltd., Changsha 410014, Hunan, China)

Abstract: The tungsten melting pot is used in SL63-7BL vacuum resistance furnace, and tantalum plate is used to gathering bulk, raw terbium metal is purified by distillation at the temperature of $1\ 750\sim 1\ 800^{\circ}\text{C}$ with the vacuity of 5×10^{-3} Pa. The technology is reliable and can be batch production.

Key words: terbium metal; distillation; production technology