

• 材料失效分析 Material Failure Analysis •

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.08.019

MOCVD 用钨中圈变形失效组织分析

杜小平, 何伟, 李正佳, 马红征

(西安汉唐分析检测有限公司, 陕西 西安 710000)

摘要:针对 MOCVD 外延设备使用国产钨中圈寿命较短的问题,对进口和国产钨中圈进行了金相检测对比分析,并使用 ansys 软件对钨中圈使用过程中各位置温度变化进行了计算机模拟。结果表明,钨中圈使用失效后,组织由长条状纤维组织转变为等轴晶,部分组织发生了二次再结晶;钨中圈各个位置的晶粒长大的程度不同,这是导致钨中圈的不均匀变形的主要原因,当变形达到一定程度后,钨中圈将失效;国产钨中圈原始组织为轧制态的长条状纤维组织,进口钨中圈原始组织存在一定程度的再结晶,可有效降低并推迟二次再结晶的发生,提高钨中圈使用寿命。

关键词:钨中圈;二次再结晶;金相;模拟温度

中图分类号: TG115

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2019)08-0835-04

Metallographic Analysis of Deformation Failure of Tungsten Ring for MOCVD

DU Xiaoping, HE Wei, LI Zhengjia, MA Hongzheng

(Xi'an Hantang Analysis & Test Co., Ltd., Xi'an 710000, China)

Abstract: To solve the problem of short life of domestic tungsten midring in MOCVD epitaxial equipment, metallographic detection and comparative analysis of imported and domestic tungsten midring were conducted. Using analysis software, the temperature change of tungsten middle ring was simulated. The results show that the microstructure changed from long fiber to equiaxial crystal after the failure of tungsten ring, and some of the microstructure underwent secondary recrystallization. The grain size varies at different positions in the tungsten midring, which is the main reason for the uneven deformation of the tungsten midring. The original structure of domestic tungsten midring is a long fiber structure in rolling state. The recrystallization of imported tungsten middle ring original structure can effectively reduce and delay the occurrence of secondary recrystallization and improve the service life of tungsten midring.

Key words: tungsten middle ring; secondary recrystallization; metallographic; simulate the temperature

金属钨具有较高的熔点、化学性能稳定等优点,被广泛用于高温炉加热元件等领域^[1]。随着 LED 的大范围应用,其对应的生产设备需求量也越来越大,MOCVD 外延生长设备是其重要的制造设备,加热元件是 MOCVD 外延生长设备的重要部件,工作温度高于 2 000 °C,当加热元件在大电流通过时,产生大量的热量,为设备提供了稳定的温度,保证了化学气相沉积过程的顺利完成;目前市场上 MOCVD 外延生长设备的加热元件以钨中圈的性价比最具优势,一般的 MOCVD 外延生长设备的发热元件都是采用钨中圈,故要求钨中圈在使用过程中具有良好的稳定性和蠕变性能^[2-4]。目前,国产钨中圈寿命仅为进口钨中圈的 1/3 左右、且在使用过程中存在不稳定的现象。

本文针对国产钨中圈寿命较短的问题,对进口钨中圈和国产钨中圈进行了金相检验对比分析,分别把使用前的国产钨中圈和进口钨中圈的组织进行对比分析,失效后的国产钨中圈和进口钨中圈组织进行对比分析,通过 ANSYS 软件模拟了钨中圈使用过程中各个位置的温度情况,并与金相检测、分析结果进行了对比。

1 试验方法

国产钨中圈样品是由钨板坯经 1 450 °C 开坯,经过多次轧制,1 150 °C 退火,加工成厚度 δ 为 1.6 mm 的钨板材^[5],再通过线切割加工而成;进口钨中圈为美国 Veeco 公司生产。其化学成分如表 1 所示。

通过金相分析的方法,分别对国产未使用钨中圈(A)、进口未使用钨中圈(B)、国产已失效钨中圈(C)、进口已失效钨中圈(D)进行了检测和分析。已失效的钨中圈取样分 3 个位置,分别是最外圈 1#、拐角处 2#、最内圈 3#,未使用的钨中圈取 1# 位置进行金相检测,具体如图 2 所示。试样经过砂纸打磨,

收稿日期: 2019-04-02

作者简介: 杜小平(1980-),女,陕西西安人,工程师。主要从事钛及钛合金、稀贵和难熔金属及复合金属的金相研究工作。电话: 15389079612, E-mail: dxp1125@163.com

表1 钨中圈成分及其含量
Tab.1 Tungsten ring chemical composition and its content

试验材料	名义成分含量 $\times 10^{-4}(\%)$									
	O	C	Fe	Al	Ca	Mg	Mo	S	P	W
国产	50	20	10	2	7	2	100	4	3	余量
Veeco	45	30	11	2	7	2	80	4	2	余量



图1 取样示意图

Fig.1 Schematic diagram of sampling



图2 A 国产未使用钨中圈

Fig.2 Homemade unused tungsten middle ring

机械抛光,用腐蚀剂 $K_3Fe(CN)_6+NaOH$ 的混合溶液擦拭后,观察显微组织;此外还通过 ansys 软件模拟了钨中圈在使用过程中各个位置的温度情况,并将模拟结果与金相检测、分析结果进行了对比。

2 试验结果及分析

2.1 国产钨中圈和进口钨中圈使用前的的组织对比分析

由图2、图3可见,两种产品的原始显微组织存在较大差异,国产未使用钨中圈的组织是轧制态的长条纤维状组织,有少量纤维组织较粗大;进口的未使用前的钨中圈的组织有一定的等轴晶粒。等轴

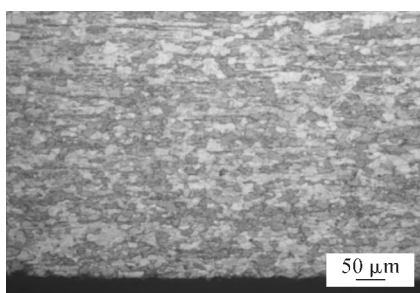


图3 B 进口未使用钨中圈

Fig.3 Imported unused tungsten middle ring

组织是一种比较稳定的组织状态,而纤维状组织是非稳定的组织,同时等轴组织对材料的蠕变性能有一定的好处,其机理可根据材料高温蠕变机理进行解释^[6]。故进口钨中圈在使用过程中不易变形,使用寿命好于国产钨中圈。

2.2 国产钨中圈和进口钨中圈失效后的组织对比分析

由图4至图6可见,国产钨中圈经过高温使用失效后,显微组织是由细小的等轴晶粒和粗大的异常晶粒组成;1#位置的显微组织全部是等轴晶,芯部晶粒尺寸大一些,上下表面的晶粒尺寸略微小一些;2#位置的显微组织芯部是等轴晶,表面有异常长大的晶粒,芯部与表层晶粒尺寸相差非常大;3#位置的显微组织是已经完全等轴化的晶粒,靠近上表面的晶粒发生异常长大。说明钨中圈在使用过程中各个部位的温度是不同的,外圈的温度明显低于内圈的温度,拐点处的温度高于其他位置的温度,这就造成了钨中圈各个位置组织变化的不均匀。

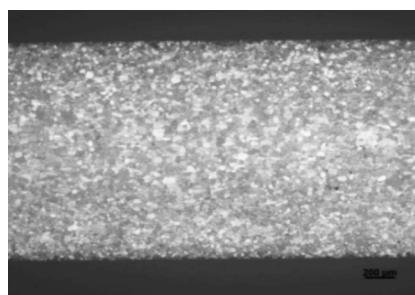


图4 C-1# 国产已失效钨中圈 $\times 50$

Fig.4 Homemade failed tungsten middle ring

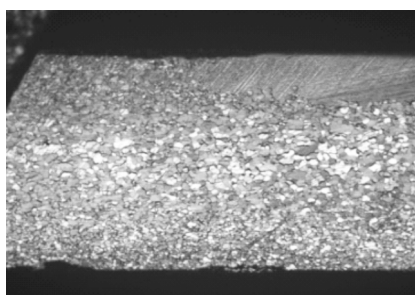


图5 C-2# 国产已失效钨中圈 $\times 50$

Fig.5 Homemade failed tungsten middle ring

由图7至图9可见,进口钨中圈经过高温使用失效后的显微组织,也是由细小的等轴晶粒和粗大的晶粒组成;1#位置显微组织全部是等轴晶,晶粒尺寸基本一致;2#位置显微组织是已经完全等轴化

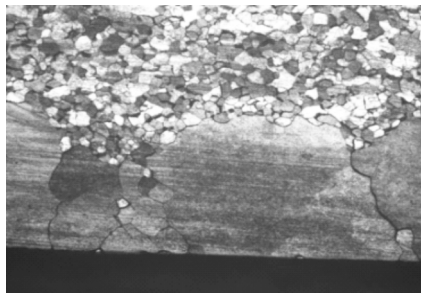


图 6 C-3# 国产已失效钨中圈 ×50
Fig.6 Homemade failed tungsten middle ring

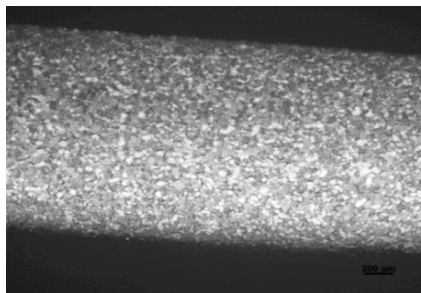


图 7 D-1# 进口已失效钨中圈 ×50
Fig.7 Imported failed tungsten middle ring

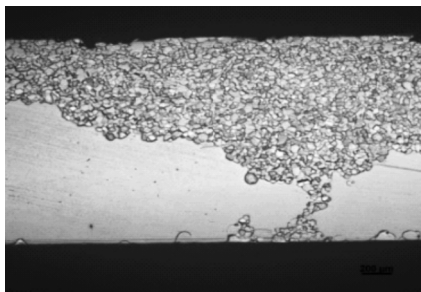


图 8 D-2# 进口已失效钨中圈 ×50
Fig.8 Imported failed tungsten middle ring

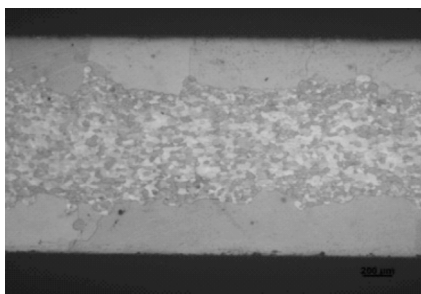


图 9 D-3# 进口已失效钨中圈 ×50
Fig.9 Imported failed tungsten middle ring

的晶粒,靠近表面的晶粒发生异常长大;3#位置显微组织,芯部的组织已经开始长大,上下表面的晶粒都存在异常长大的现象,同样,说明了钨中圈在使用过程中各个部位的温度是不同的,造成了组织变化的不均匀^[7]。

已使用的钨中圈的组织表面或接近表面区域组织异常,造成此现象可能的原因是:厚度 δ 为1.6 mm钨板在轧制过程中轧制变形在近表面区域形变较大,导致储能较高,再结晶温度降低,钨中圈

使用过程中表面和接近表面的区域优先发生了再结晶或组织异常长大,且部分组织发生了二次再结晶^[8-10]。由于使用过程中钨中圈各位置的温度不同导致了钨中圈各处晶粒长大的程度不同,这在宏观上导致钨中圈的不均匀变形,当变形达到一定程度后,钨中圈就会失效。

2.3 钨中圈温度场模拟

根据钨中圈实际使用的工矿条件,使用 ANSYS 软件模拟钨中圈在使用过程中各个位置的温度情况。如图 10。

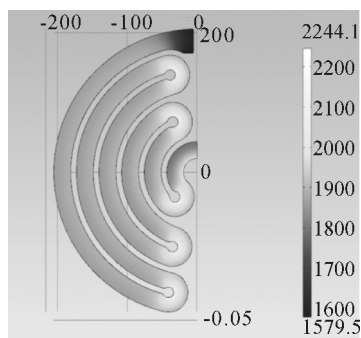


图 10 温度场模拟图
Fig.10 Temperature field simulation diagram

从模拟图中可明显看出,钨中圈在使用过程中,各个部位的温度是有差异的,外圈(除跟外界电源连接的部位)温度明显低于内圈温度,该模拟结果刚好与失效钨中圈金相检测分析结果吻合。

3 结论

(1)钨中圈使用过程中各位置温度存在差异,外圈(除跟外界电源连接的部位)温度明显低于内圈温度;

(2)钨中圈在使用过程中因其各位置温度不同,导致钨中圈各位置组织的不均匀长大,这就导致钨中圈在宏观上的不均匀变形,造成失效;进口钨中圈原始组织均匀一致性较好,且本身就存在一定的再结晶组织,可有效降低并推迟二次再结晶的发生,有利于钨中圈的高温蠕变性能,从而提高钨中圈使用寿命。

(3)建议中国钨中圈生产厂家:调整轧制工艺,使轧制后的板料组织均匀;调整退火制度,使钨中圈在交付使用前即存在一定数量的等轴晶,降低二次再结晶的储存能,推迟二次再结晶的发生。

参考文献:

- [1] 殷为宏,刘建章.钨板加工技术的现状与发展[J].中国钨业,2004(5):49-52,73.
- [2] 文尚胜,廖常俊,范广涵,等.现代 MOCVD 技术的发展与展望

- multaneous DC casting of multiple aluminum alloy layers for rolling ingot [J]. Light Metal Age, 2006, 23(8): 48-50.
- [27] Takeuchi E Zene M. Novel Continuous Casting Progress for Clad Steel Slabs with Level Magnetic field [J]. Iron-making and Steel-making, 1997, 24(3): 257-263.
- [28] 李继展,付莹,接金川,等. 连续铸造法制备 3003/4004 铝合金属层圆铸坯[J]. 金属学报, 2013(3): 297-302.
- [29] 张卫文,郁鸽,李元元,等. 采用连续铸造方式制备的梯度材料[J]. 材料导报, 2000(3): 24-25.
- [30] 张卫文,邹敢峰,邓长宁,等. 以连续铸造方法制备梯度材料的实验研究[J]. 金属学报, 1998(6): 609-614.
- [31] 郑小平,张卫文,邵明,等. 双流连铸制备层状金属复合材料的研究及其应用 // 第二届层压金属复合材料生产技术开发与应用学术研讨会[C]. 北京:北京机械工程学会, 2010(10): 60-69.
- [32] 张卫文,李元元,龙雁,等. 半连续铸造法制备 AlCu/Al 梯度材料[J]. 中国有色金属学报, 2002(S1): 188-191.
- [33] 张卫文,朱苍山,魏兴钊,等. 生产梯度材料的双流浇注连续铸造方法[J]. 科学通报, 1998(10): 1223-1226.
- [34] 许峰,张卫文,罗宗强,等. 连续铸造制备 Mg-Al/Al 梯度复合材料的试验研究 [J]. 特种铸造及有色合金, 2007, 27 (8): 624-626, 572.
- [35] Li Yuan-yuan, Zheng Xiao-ping, Zhang Wei-wen, et al. Effect of deformation temperature on microstructures and properties of 7075/6009 alloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2009, 19(5): 1037-1043.
- [36] 张卫文,陈维平,费劲,等. Microstructure and mechanical property of 2024/3003 gradient aluminum alloy [J]. Journal of Central South University of Technology (English Edition). 2004 (2): 128-133.
- [37] Weiwen Zhang Xiaoping Zheng, Qiang Huang. Mechanical properties of laminated aluminum-based plates with gradient interface [C]. // MRS International Materials Research Conference. Chongqing. 2008:6.
- [38] 刘晓涛,张延安,崔建忠. 层状金属复合材料生产工艺及其新进展[J]. 材料导报, 2002(7): 41-43, 50.
- [39] 陈燕俊,周世平,杨富陶,等. 层叠复合材料加工技术新进展[J]. 材料科学与工程, 2002(1): 140-142, 132.
- [40] 杨红娜,黄航,沃西源,等. 桁架结构卫星接头的研究进展[J]. 航天返回与遥感, 2003(2): 58-60.
- [41] Zhang Y X, Yang C H. Recent developments in finite element analysis for laminated composite plates [J]. Composite Structures. 2009, 88(1): 147-157.
- [42] Grishaber R B, Sergueeva A V, Mishra R S, et al. Laminated metal composites—High temperature deformation behavior [J]. Materials Science and Engineering: A. 2005, 403(1-2): 17-24.
- [43] 于治民,吴春京,谢建新,等. 双金属层状复合材料连铸工艺的研究进展 [J]. 铸造技术, 2004, 25(5): 398-400.
- [44] 夏兆辉,姚辉,孙谊嫔,等. 铜铝复合材料在电力电气行业的研究和应用 [J]. 热加工工艺, 2016, 45(22): 24-28, 32.
- [45] 刘柱,梁贺,臧勃林,等. 受压顶出充芯连铸成形技术的实验研究 [J]. 热加工工艺. 2010, 39(17): 48-51.
- [46] 黎红英,李莎,梁贺,等. 气压顶出充芯连铸制备双金属复合材料试验研究 [J]. 特种铸造及有色合金, 2009, 29 (11): 1047-1049, 978.
- [47] 汤宝钺,陆春校,黄欣,等. 初探铜包铝(CCA)在通信电缆中的应用 [C]. // 中国通信学会 2006 年光缆学术年会. 北京:中国通信学会, 2006(12): 409-420.
- [48] 孙德勤, 吴春京, 谢建新. 双金属复合材料铸造工艺研究进展 [J]. 铸造, 1999, 48(12): 48-51.
- [49] 颜莹,张彩碚,崔晶磊,等. 低频电磁场对半连铸高强 Al 合金组织结构的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(3): 415-422.
- [50] 颜莹,张彩碚,崔晶磊,等. 低频电磁场频率对半连铸高强 Al 合金组织结构的影响 [J]. 东北大学学报, 2005, 51(5): 444-447.
- [51] 张雪. 热双金属复合工艺及其发展趋势 [J]. 西安邮电学院学报, 1999(2): 67-70.
- [52] 王守诚,魏世忠,龙锐,等. 液固双金属复合铸造现状与前瞻 // 2004 年全国选矿新技术及其发展方向学术研讨与技术交流会 [C]. 中国博鳌, 2004: 6.
- [53] 吴彩虹. 直流电磁场下铝硅-铝镁复层材料的制备[D]. 大连:大连理工大学, 2005.
- [54] 杨大可,袁鹤清,陈乃琪,等. 轧辊复合层连续铸造法[J]. 机械工人(热加工), 1995(3): 5-6.
- [55] 寇兴武. 高速钢轧辊工艺的改进与研发 [J]. 科技创新与应用. 2015(3): 81.
- [56] 吴春京,沈定钊,杨大可,袁鹤清,陈乃琪. 轧辊复合层连续铸造法计算机数值模拟 [J]. 钢铁研究学报, 1995(4): 19-24.
- [57] 郝素斌,刘瑞玲. 复合轧辊铸造工艺及凝固模拟研究现状[J]. 热加工工艺, 2012, 41(5): 62-65.
- [58] 李再久. Gasar 多孔铜 (合金) 的气孔结构及其力学性能研究 [D]. 昆明:昆明理工大学, 2014.
- [59] 李再久,金青林,杨天武,等. Gasar 连铸工艺制备藕状多孔铜 [J]. 中国有色金属学报, 2014(6): 1531-1537.
- [60] 贾宁涛. GASAR 连续铸造法制备多孔镁及其性能研究 [D]. 大连:大连理工大学硕士, 2013.

(未完待续)

(上接 837 页)

- [J]. 华南师范大学学报(自然科学版), 1999(3): 99-107.
- [3] 陈倩翌, 甘志银, 胡少林. 大尺寸 MOCVD 加热器的模拟仿真 [J]. 科技传播, 2011(1): 83-85.
- [4] 文尚胜, 廖常俊, 范广涵, 等. 现代 MOCVD 技术的发展与展望 [J]. 华南师范大学学报(自然科学版), 1999(3): 99-107.
- [5] 王鹏. 烧结钨板多道次轧制工艺及质量控制研究 [D]. 济南:山东大学, 2014.
- [6] 黄建辉. 金属材料的高温蠕变性能分析[J]. 中国新技术新产品, 2012(09): 141.
- [7] 刘宁平, 淡新国, 张永刚, 等. 轧制工艺对热轧钨板材组织和性能的影响[J]. 稀有金属快报, 2008(8): 34-37.
- [8] 刘强强. 粉末冶金纯钨板轧制工艺的控制与优化[D]. 太原:太原理工大学, 2012.
- [9] 杨昌麟, 范景莲, 龚星, 等. 退火温度对挤压态细晶钨合金性能及组织演变的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(11): 2293-2297.