

文章编号: 1001-4322(2006)03-0521-04

超细钨丝的电解腐蚀制备及其性能表征*

刘德斌, 邱龙会, 付志兵

(中国工程物理研究院 激光聚变研究中心, 四川 绵阳 621900)

摘 要: 直径小于 $7\ \mu\text{m}$ 的超细钨丝是制备 Z-pinch 丝阵负载的主要原料, 为了满足 Z-pinch 物理实验需要, 利用电解腐蚀法原理, 制备出了直径最小为 $3.0\ \mu\text{m}$ 的超细钨丝。研究了电解液温度、电解液质量分数、电解电压和收丝速度等工艺条件对钨丝的影响, 并用扫描电镜、原子力显微镜和万能测力计测试了所制备钨丝的直径、形貌及抗拉强度。实验表明, 电解电压和收丝速度是影响钨丝腐蚀速度的主要因素, 所制备的钨丝表面光滑, 均方根粗糙度为 $2.42\ \text{nm}$, 直径为 $3.5\ \mu\text{m}$ 的钨丝其抗拉强度为 $2.32\ \text{g}$ 。利用这种方法所制备的超细钨丝已用作 Z-pinch 丝阵负载的靶材料, 取得了很好的物理实验结果, X 光能量已达到 $36.58\ \text{kJ}$ 。

关键词: 电解腐蚀法; 电解电压; 超细钨丝; Z-pinch 丝阵负载

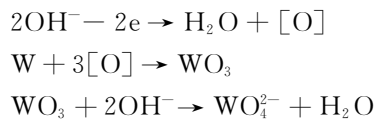
中图分类号: TG171; TL631 **文献标识码:** A

20 世纪 90 年代后期, 由于负载的结构和制备工艺取得了突破, 即采用直径几 μm 的钨丝阵构成圆柱形丝阵的负载形式, Z-pinch 物理实验 X 光的输出功率和能量大幅度提高^[1]。Z-pinch 丝阵负载主要的负载丝钨丝直径为几 μm ^[2-5], 且要求丝表面光滑、直径偏差小, 而目前市场上的产品不能满足 Z-pinch 丝阵负载用丝要求。为了解决这个问题, 我们采用电解腐蚀法来制备超细钨丝^[6], 并对其制备工艺进行了研究。用这种方法可制备出直径 $3.0\sim 10.0\ \mu\text{m}$ 、表面质量良好且符合物理实验要求的钨丝, 制备的钨丝已在 8 轮 Z-pinch 物理实验中得到应用, 并取得了良好的效果。

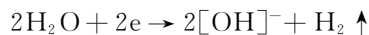
1 电解腐蚀法制备超细钨丝的原理

电解腐蚀是利用金属在熔盐或水溶液等电解液中受到电化学腐蚀的作用即电化学阳极溶解来制备金属材料的一种方法, 采用交流电源和直流电源均能进行电解腐蚀。本实验制备钨丝采用的是交流电源, 其原理可用下列反应式表示。

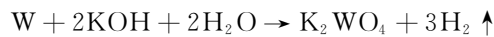
阳极:



阴极:



总反应式为



钨丝表面被电解产生的活性氧原子氧化生成氧化钨, 氧化钨与溶液中的氢氧根离子反应生成可溶性的钨酸根离子。化学反应析出的氢气有一定的压力, 有利于疏松钨丝表面上的氧化钨, 使其容易参与反应, 有利于氧化钨排除, 使反应进一步进行^[6-8]。利用上述原理将工业法制备的直径 $10\ \mu\text{m}$ 的细钨丝连续通过碱性电解液电解抛光来减小钨丝直径, 使钨丝直径和表面均符合要求。

2 实 验

如图 1 所示将 $\phi 10\ \mu\text{m}$ 原料钨丝固定于超细金属丝电解抛光机的排线轮上, 然后牵丝经 2, 3, 4, 8 及 10 导线轮将丝固定于收线轮上。控制好电解液温度、电解液 KOH 质量分数、电解电压、收丝速度, 多次电解腐蚀可制得不同直径的超细钨丝。

* 收稿日期: 2005-06-30; 修订日期: 2005-10-25

基金项目: 国家自然科学基金重点资助课题(10035030); 国防科技基础研究基金资助课题(4210204)

作者简介: 刘德斌(1970—), 男, 四川资中人, 工程师, 主要从事超细金属丝及 Z-pinch 丝阵负载研究; liudebinen2000@yahoo.com.cn。

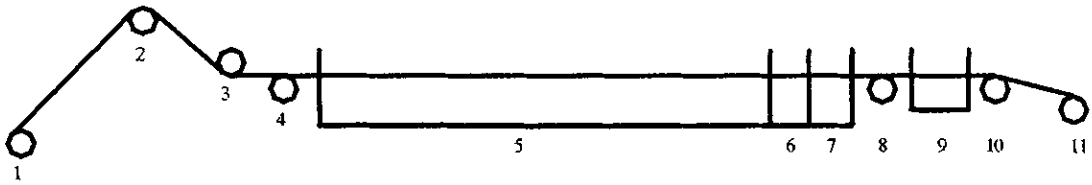


Fig. 1 Schematic diagram of electrolysis instrument

图 1 超细金属丝电抛光机示意图

3 结果与讨论

3.1 电解液温度对钨丝腐蚀速度的影响

保持电解液质量分数、电解电压和收丝速度不变,电解液温度对制备直径约 $5 \mu\text{m}$ 的钨丝的影响如图 2 所示。在其它条件不变的情况下电解液温度越高钨丝的腐蚀速度(腐蚀的质量与腐蚀前质量的百分比)越快,但影响不是太明显。

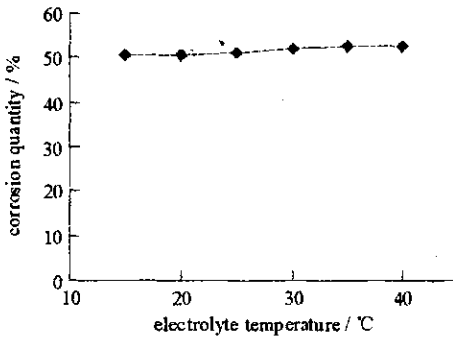


Fig. 2 Effect of electrolyte temperature on corrosion quantity

图 2 温度对钨丝腐蚀速度的影响

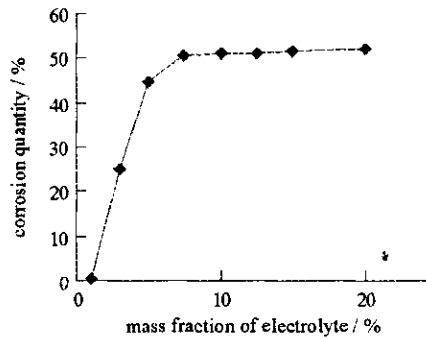


Fig. 3 Effect of mass fraction of electrolyte on corrosion quantity

图 3 电解液质量分数对钨丝腐蚀速度的影响

3.2 电解液 KOH 质量分数对钨丝腐蚀速度的影响

当电解液温度、电解电压、收丝速度保持不变时,电解液质量分数对制备直径约 $5 \mu\text{m}$ 的钨丝的影响如图 3 所示。在其它条件不变的情况下电解液质量分数越高钨丝的腐蚀速度越快,当电解液质量分数小于 5% 时这种趋势很明显;当电解液质量分数小到约 0.5% 时钨丝的腐蚀速度接近于 0,丝表面呈黑色;当电解液质量分数大于 7.5% 时对钨丝的腐蚀速度的影响不是太明显。这主要是因为电解液的质量分数大于 5% 时 K_2WO_4 的溶解速度受电解液质量分数的影响较小,电解液的质量分数小于 5% 时 K_2WO_4 的溶解速度受电解液质量分数的影响较大。

3.3 收丝速度对钨丝腐蚀速度的影响

电解液质量分数、电解液温度、电解电压保持不变时,收丝速度对制备直径约 $5 \mu\text{m}$ 的钨丝的影响如图 4 所示。在其它条件不变的情况下收丝速度越快钨丝的腐蚀速度越慢,且收丝速度越慢这种影响越明显。这是由于收丝速度越慢,电解腐蚀一次的时间就越长,当收丝速度慢到一定程度时电解腐蚀就无法进行,此时电解还没结束钨丝就已断开,而当收丝速度快到一定程度时电解腐蚀速度几乎为 0。

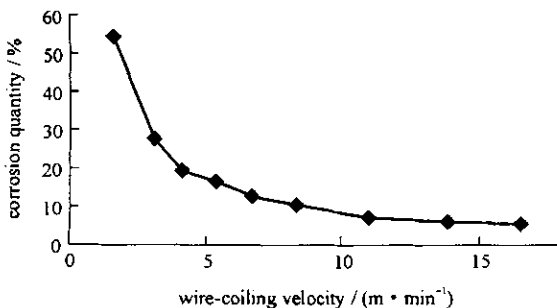


Fig. 4 Effect of wire-coiling velocity on corrosion quantity

图 4 收丝速度对腐蚀速度的影响

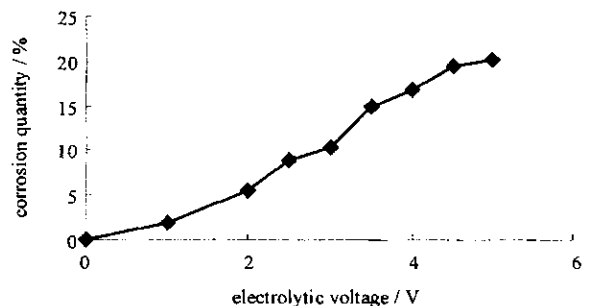


Fig. 5 Effect of electrolytic voltage on corrosion quantity

图 5 电解电压对腐蚀速度的影响

3.4 电解电压对钨丝腐蚀速度的影响

当电解液质量分数、电解液温度、收丝速度保持不变时,电解电压对制备直径约 $5 \mu\text{m}$ 的钨丝的影响如图 5 所示。在其它条件不变的情况下电解电压越高钨丝的腐蚀速度越快,当电解电压高到一定程度时电解腐蚀就无法进行。因腐蚀速度太快,此时电解还没结束钨丝就已断开,而当电解电压为 0 时,电解腐蚀速度为 0。

4 丝性能测试

用 JSM—59100LV 扫描电镜测试了部分所制备的钨丝的直径和形貌,见图 6,平均直径为 $4.996 \mu\text{m}$ 。图 7 为原料丝的 SEM 图,从 SEM 形貌图可以看出原料丝表面有较大的沟槽及凸斑,而所制备的钨丝表面比较光滑,没有凸斑,没有凹槽,但有一些很细小的沟槽,这主要与原料丝的质量有关,原料丝表面质量太差也会影响到所制钨丝的表面质量。原料丝经电解抛光后表面质量有了很大的改善,这主要是因为电解抛光过程中原料丝的表面比沟槽的底部与电解液接触更充分,腐蚀速度更快,因而使沟槽逐渐减小,在钨丝电解抛光腐蚀减小直径的同时使表面质量得到改善。

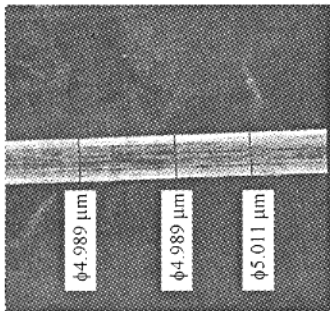


Fig. 6 SEM picture of ultra-fine tungsten wires

图 6 超细钨丝的 SEM 形貌图

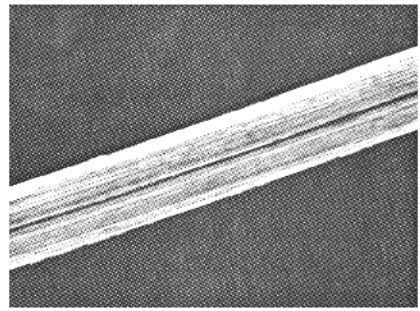


Fig. 7 SEM picture of raw tungsten wires

图 7 原料钨丝的 SEM 形貌图

用 DIMENSION 3000 原子力显微镜测试了所制备钨丝的表面状况,见图 8,钨丝的表面质量良好,均方根粗糙度为 2.42 nm 。

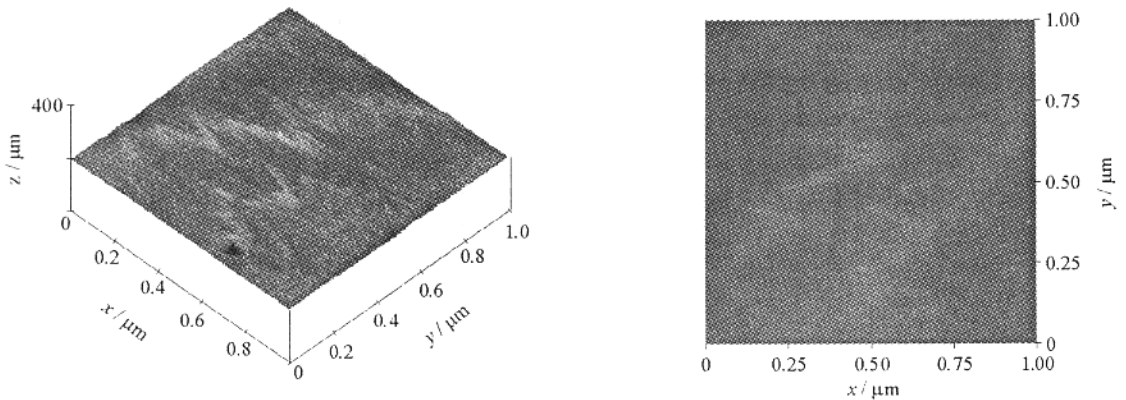


Fig. 8 AFM picture of tungsten wire

图 8 钨丝的 AFM 图

用 AG—10TA 万能材料试验机测试了部分所制备钨丝的拉断负荷,实验结果见表 1。可见:钨丝的抗拉强度随钨丝直径的增加而增加,当钨丝的直径为 $3.5 \mu\text{m}$ 时抗拉强度极限为 2.32 g 。影响丝做得很细的主要因素是腐蚀速度和系统摩擦力,用这种电解腐蚀法制备出了直径最小为 $3.0 \mu\text{m}$ 的钨丝。适当调整工艺参数、控制腐蚀速度尤其是改进设备、减小系统摩擦力有希望制备出直径更小的钨丝。

表 1 钨丝直径与抗拉强度的关系

Table 1 Relation of tungsten wire diameter and tensile strength

diameter/ μm	3.50	4.00	4.21	4.36	4.76	4.93	5.03	5.23
tensile strength/g	2.32	2.83	3.27	3.5	4.76	4.83	5.21	6.12

5 结 论

钨丝的腐蚀速度随电解液温度、质量分数、电解电压的增加而增加,随收丝速度的增加而减小,且电解电压和收丝速度是影响钨丝腐蚀速度的主要因素。而腐蚀速度和系统摩擦力是影响丝做得很细的主要因素,通过合理控制工艺参数,用这种电解腐蚀法可制备出直径最小为 $3.0\ \mu\text{m}$ 且表面比较光滑的钨丝。应用本电解腐蚀方法所制备的直径 $5\ \mu\text{m}$ 的超细钨丝已用于俄罗斯“C-300”,“Angara-5-1”、西安“强光-1”、及中物院“阳”等装置上(见图 9),并进行了 8 轮正式的 Z-pinch 物理实验,取得了很好的实验效果,X 光能量已达到 $36.58\ \text{kJ}$ 。

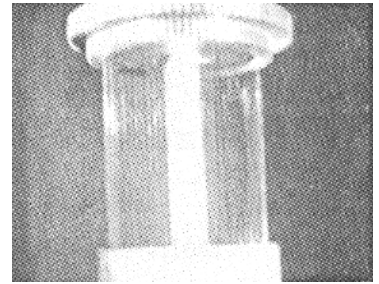


Fig. 9 Cylindrical wire-array loads

图 9 柱面丝阵负载

参考文献:

- [1] Singer N. Another dramatic climb toward fusion conditions for Sandia Z accelerator [EB/OL]. [2005-06-03]. <http://www.sandia.gov/media/z290.htm>.
- [2] 宁成, 杨震华, 丁宁. Z 箍缩丝阵负载参数的优化设计[J]. 强激光与粒子束, 2003, **15**(12):1200-1204. (Ning C, Yang Z H, Ding N. Optimal design on parameter of Z-pinch wire-array load. *High Power Laser and Particle Beams*, 2003, **15**(12):1200-1204)
- [3] 魏芸, 邱龙会, 唐永建, 等. Z-pinch 靶的结构及材料特点[J]. 强激光与粒子束, 2001, **13**(5): 568-572. (Wei Y, Qiu L H, Tang Y J, et al. Characteristics of Z-pinch targets and related materials. *High Power Laser and Particle Beams*, 2001, **13**(5):568-572)
- [4] 付志兵, 邱龙会, 刘德斌, 等. 高温高密度 Z-pinch 等离子体自适应式平面丝阵负载制备技术研究[J]. 强激光与粒子束, 2003, **15**(12): 1187-1190. (Fu Z B, Qiu L H, Liu D B, et al. Techniques to design and fabricate self-adapted planar wire-arrays used in high-density Z-pinch plasmas. *High Power Laser and Particle Beams*, 2003, **15**(12):1187-1190)
- [5] 刘德斌, 邱龙会, 付志兵, 等. 弹簧支撑自适应 Z-pinch 单层柱面丝阵负载研制[J]. 强激光与粒子束, 2004, **16**(8):1009-1012. (Liu D B, Qiu L H, Fu Z B, et al. Method to fabricate self-adapted cylindric wire-array load for Z-pinch physical experiments. *High Power Laser and Particle Beams*, 2004, **16**(8):1009-1012)
- [6] 印协世. 钨丝生产原理、工艺及其性能[M]. 北京:冶金工业出版社, 1998: 339-401. (Yin X S. The properties of tungsten wires and the producing principles and technologies. Beijing: Press of Metallurgy Technology, 1998: 339-401)
- [7] 彭美骥. 电解抛光法生产超细钨丝[J]. 微细加工技术, 1996, (3): 77-80. (Peng M J. Manufacture of ultrathin tungsten wire by electrolyze-polished method. *Microfabrication Technology*, 1996, (3): 77-80)
- [8] 唐元春, 罗卫国, 朱宪忠. 电解清洗高温直化钨钼丝材的工艺研究[J]. 中国照明电器, 2000, (1): 15-17. (Tang Y C, Luo W G, Zhu X Z. The technologies research of electrolysis corrosion tungsten wires and molybdenum wires. *China Light and Lighting*, 2000, (1): 15-17)

Fabrication and characterization of ultra-fine tungsten wire

LIU De-bin, QIU Long-hui, FU Zhi-bing

(Research Center of Laser Fusion, CAEP, P. O. Box 919-987, Mianyang 621900, China)

Abstract: An electrolysis corrosion method was used in producing ultra-fine tungsten wires with diameters less than $7\ \mu\text{m}$. The main factors that influence the tungsten wire were investigated, including the temperatures, KOH mass fraction of the electrolytic solution, electrolytic potentials and coiling velocity on the tungsten wires. The results show that the electrolytic potential and coiling velocity are the most important factors. The morphologies, roughness and strengths of the as-produced ultra-fine wires were characterized by Scanning Electronic Microscopy (SEM), Atomic Force Microscopy (AFM) and Tension/Compression Tester. Compared with the initial wires, the as-fabricated ultra-fine tungsten wires, $3.5\ \mu\text{m}$ in diameter, with a surface extraction roughness of $2.42\ \text{nm}$ and a tensile strength of $2.32\ \text{g}$, have smoother surfaces and lower strengths. And the developed techniques have been successfully used to produce ultra-fine wires with a diameter down to $3.0\ \mu\text{m}$. Furthermore, the as-produced tungsten wires meet the requirement of Z-pinch wire array loads for physical experiments.

Key words: Electrolysis corrosion method; Electrolytic voltage; Ultra-fine tungsten wire; Z-pinch wire array load