

## ДЕФЕКТЫ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЁТКИ

PACS numbers: 81.05.Vx, 81.20.Ev, 81.20.Ny, 81.40.Ef, 81.40.Vw

### Ударное уплотнение порошка вольфрама в широком диапазоне температур. I. Плотность и структура

А. И. Толочин, А. В. Лаптев, И. Ю. Окунь, Я. И. Евич

*Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины,  
ул. Кржижановского, 3,  
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Выполнено ударное уплотнение в вакууме 0,0133 Па обычного порошка вольфрама с размером частиц 6–10 мкм при температурах 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600 и 1640°C. Изотермическая выдержка перед уплотнением составляла 20 мин. Полученные образцы диаметром 25–27 мм и высотой  $\cong$  10 мм разрезали на две части, одна из которых подвергалась отжигу при температуре 1600°C в течение часа. Отожжённую и неотжжённую части образца разрезали на прямоугольные штабики для определения плотности, структуры и механических свойств. Установлено, что практически плотные образцы получаются при температуре 1640°C. При температуре уплотнения 850°C и 1450°C пористость образцов равна соответственно 9,3 и 6,5%. Отжиг образцов уменьшает пористость на 2%. На образцах, уплотнённых при высоких температурах, и на отожжённых образцах наблюдается интенсивный рост зёрен. Уплотнение при 1500°C приводит к двукратному росту частиц, а уплотнение при 1640°C — к трёхкратному росту. Отжиг этих образцов дополнительно увеличивает размер зёрен в 2–3 раза, и в результате исходный размер частиц увеличивается почти в 10 раз.

Виконано ударне ущільнення у вакуумі 0,0133 Па звичайного порошку вольфраму з розміром частинок у 6–10 мкм при температурах 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600 та 1640°C. Изотермічна витримка перед ущільненням складала 20 хв. Одержані зразки діаметром у 25–27 мм і заввишки у  $\cong$  10 мм розрізали на дві частини, одна з яких піддавалася відпалу при температурі 1600°C впродовж години. Відпалену та невідпалену частини зразка розрізали на прямокутні штабики для визначення густини, структури та механічних властивостей. Встановлено, що практично щільні зразки виходять при температурі 1640°C. За температур ущільнення у 850°C та 1450°C пористість зразків становить відповідно 9,3 та 6,5%. Відпал зразків зменшує пористість на 2%. На зразках, які ущільнювалися за високих температур, та на відпалених зразках спостерігається інтенсивне зростання зерен. Ущільнення при 1500°C призводить до дворазового зрос-

тання частинок, а ущільнення при 1640°C — до триразового зростання. Відпал цих зразків додатково збільшує розмір зерен у 2–3 рази, тобто початковий розмір частинок збільшується майже в 10 разів.

In vacuum of 0.0133 Pa, impact consolidation of the commercial tungsten powder with a size of particles of 6–10 microns is carried out at temperatures of 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600, and 1640°C. The isothermal holding before consolidation was 20 min. The obtained samples with a diameter of 25–27 mm and height of  $\cong$  10 mm were cut on two parts, one of which was subjected to annealing at a temperature of 1600°C within the hour. The annealed and not annealed parts of a sample are cut on rectangular bars for determination of density, structure, and mechanical properties. As revealed, almost dense samples are fabricated at a temperature of 1640°C. At a temperature of consolidation of 850°C and 1450°C, the porosity of samples is equal 9.3 and 6.5%, respectively. Annealing of samples reduces porosity by 2%. On the samples compacted at high temperatures and on the annealed samples, the intensive growth of grains is observed. Consolidation at 1500°C leads to the double growth of particles, and consolidation at 1640°C leads to triple growth. Annealing of these samples in addition increases the size of grains by 2–3 times and, as a result, the initial size of particles increases almost by ten times.

**Ключевые слова:** порошок, вольфрам, ударное уплотнение, плотность, структура.

*(Получено 27 ноября 2013 г.)*

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Уникальные свойства вольфрама — тугоплавкость, твердость, химическая стойкость и особенно высокое значение отношения предела прочности к удельному весу при температурах эксплуатации превышающих 1400°C позволили найти применение данного металла в производстве тиглей для испарения металлов, в контактах автомобильных распределителей зажигания, в мишенях рентгеновских трубок, в качестве нагревателей вакуумных печей, контактов электроаппаратуры, регуляторов напряжения, электродов при плавке и сварке, сопел топливных ракетных двигателей, частей плазменных двигателей и носовых конусов ракет [1]. В настоящее время вольфрам является одним из перспективных материалов для атомных реакторов следующего поколения и установок управляемого термоядерного синтеза. Кроме того, намечается новая область использования вольфрама и его сплавов в качестве материалов катодов термоэлектронных преобразователей, которые могут служить бортовыми источниками питания космических кораблей.

Ограничением для более широкого использования вольфрама является его низкая пластичность при пониженных температурах,

что отражается в снижении сопротивления ударным нагрузкам и затруднении обработки вольфрама давлением. Повышение же низкотемпературной пластичности осуществляется применением обработки давлением вольфрама, вследствие чего происходит значительное измельчение структуры и перераспределение примесей, затрудняющих образование и развитие хрупких трещин [2].

Изделия из вольфрама получают в основном методами порошковой металлургии, дуговой и электронно-лучевой плавки. Плавка используется для получения компактного металла в виде крупногабаритных заготовок. Осуществляется плавка в вакууме или разреженной атмосфере водорода, в результате чего получают вольфрамовые слитки, обладающие крупнозернистой структурой. Технология порошковой металлургии включает двухстадийное спекание заготовок из порошка вольфрама: вначале спекание при 1150–1300°C в муфельных электропечах в среде водорода и затем высокотемпературное спекание сваркой путем непосредственного пропускания электрического тока через заготовку с достижением температуры 2900–3000°C. После сварки вольфрамовые заготовки имеют однородную мелкозернистую структуру и остаточную пористость 10–15%. В дальнейшем спеченные заготовки обрабатывают ковкой, которая также имеет две стадии. Первую ковку спеченной заготовки вольфрама осуществляют при температуре 1450–1500°C, а вторая ковка производится при температуре 1250–1300°C [3]. Существенным недостатком такой технологии спекания является ее двухстадийность и в результате большая длительность и высокая энергоемкость.

В случае объединения процессов спекания и обработки давлением заготовок из порошка вольфрама в одну стадию можно при существенном уменьшении энергоемкости решить задачу как получения компактного вольфрама, так и сохранения мелкозернистой структуры в готовом изделии. Такое объединение удастся реализовать при использовании разрабатываемого в Институте проблем материаловедения НАН Украины метода ударного спекания порошковых заготовок [4–6]. Отличительной особенностью ударного спекания является высокий уровень давления уплотнения порошков в широком диапазоне температур, а также наличие достаточно высокого вакуума при нагреве и уплотнении заготовок. Кроме того, данный метод интересен и тем, что позволяет получать материалы с незначительной остаточной пористостью (ниже 3%) при весьма низких температурах уплотнения (ниже температуры рекристаллизации). Это дает возможность сохранять субмикронную структуру материала и изучать межчастичное взаимодействие в материалах в широком диапазоне температур, включая температуру ниже температуры рекристаллизационного порога [7]. Поэтому целью данного исследования является изучение уплотняемости, структуры и

механических свойств порошкового вольфрама, полученного ударным спеканием (уплотнением) в широком диапазоне температур.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Использовали промышленный порошок вольфрама с размером частиц 6–10 мкм (рис. 1), из которого при нормальных условиях прессовали цилиндрические заготовки диаметром 25 мм и высотой 18 мм при давлении 150 МПа. Относительная плотность сырых заготовок вольфрама составляла 50–55%. В дальнейшем заготовки загружались в вакуумную нагревательную камеру экспериментальной установки, где осуществляли их нагрев, изотермическую выдержку и непосредственное уплотнение высоким давлением в вакууме 0,0133 Па. Экспериментальная установка ударного спекания представляет собой бесшаботный молот с максимальной энергией 16 кДж и со скоростью подвижных частей 6–8 м/с.

Уплотнение заготовок выполняли с энергией удара 1200 Дж/см<sup>3</sup> при температурах 850, 1050, 1260, 1450, 1500, 1600, 1640°C. При этом ударное уплотнение в области температур 850–1450°C выполнялось с предварительным спеканием, т.е. образцы вольфрама сначала спекались при заданной температуре, и во время второго нагрева выполнялось уплотнение давлением при той же температуре. В области температур 1500–1640°C уплотнение давлением образцов выполняли два раза (двукратное уплотнение) с предварительным ударным уплотнением при более низкой температуре без предварительного спекания. Продолжительность изотермической выдержки перед ударным прессованием составляла 20 мин. Предварительный нагрев заготовок, изотермическую выдержку и последующее их ударное уплотнение выполняли в одной вакуумной ка-

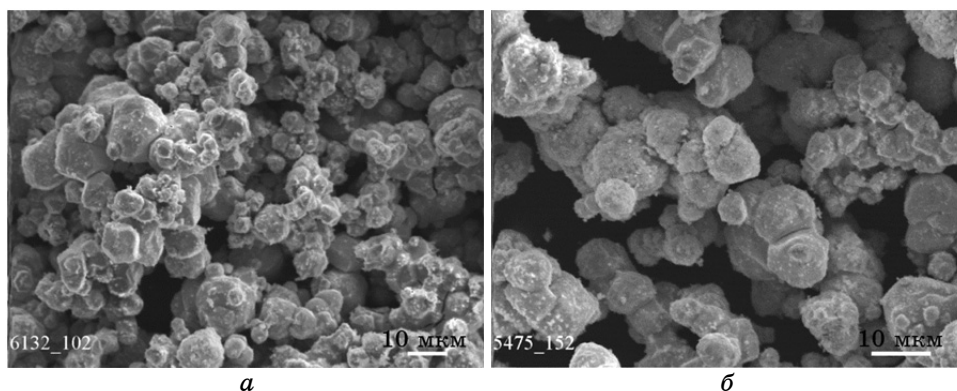


Рис. 1. Исходный порошок вольфрама.

мере и в одну стадию.

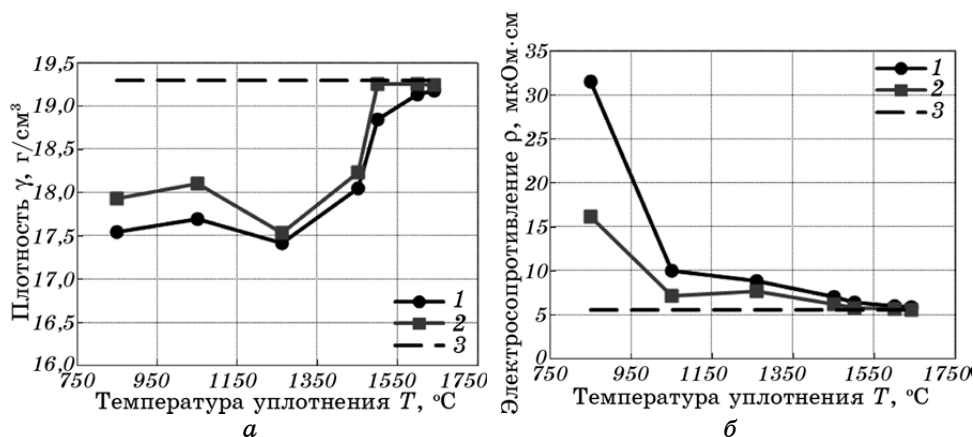
Полученные в результате ударного уплотнения образцы разрезали на две половинки. Из первой изготавливали прямоугольные штабики для изучения структуры, плотности и физико-механических свойств. Вторая половинка подвергалась отжигу в вакуумной печи при температуре  $1600^{\circ}\text{C}$  в течение 1 часа. После отжига вторая половинка также разрезалась на образцы для выполнения измерений физических свойств и выполнения механических испытаний по аналогии с первой половинкой.

Структуру уплотненного вольфрама и поверхность разрушения изучали на электронном микроскопе Superprob-733 японской фирмы JEOL. Плотность определяли гидростатическим методом; удельное электросопротивление — методом сравнения падения напряжения на исследуемом образце и эталонном сопротивлении. Были выполнены исследования ряда механических свойств. Предел прочности при изгибе определяли с помощью испытательной машины Ceramtest на образцах с размерами  $4\times 4\times 27$  мм и базой между опорами 20 мм. Предел прочности при сжатии оценивали на образцах с размерами  $4\times 4\times 8,5$  мм<sup>3</sup> (испытательная машина УТМ-100). Твердость по Виккерсу измеряли при нагрузке 100 Н. Трещиностойкость определяли при трехточечном изгибе на образцах с надрезом, выполненным электроискровым способом проволокой диаметром 0,2 мм. Для сравнения выполняли такие же испытания образцов, изготовленных из промышленного вольфрамового прутка диаметром 6 мм.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Одним из основных параметров, определяющих качество порошковых материалов, является их плотность. Практически плотный порошковый вольфрам (пористость менее 1%) удается получить при температуре ударного спекания не ниже  $1600^{\circ}\text{C}$ , где плотность исследуемых образцов составляет  $19,14\text{--}19,18$  г/см<sup>3</sup>, рис. 2, *a* (плотность кованого вольфрамового прутка  $19,3$  г/см<sup>3</sup>). Снижение температуры ударного спекания до  $1500^{\circ}\text{C}$  приводит к увеличению пористости до 2,3%. Дальнейшее уменьшение температуры уплотнения до  $1450$  и  $1260^{\circ}\text{C}$  снижает плотность до уровня, соответственно 6,5% и 9,5%. Для сравнения заметим, что обычное горячее прессование порошка вольфрама (4 мкм) при температурах  $1450$  и  $1600^{\circ}\text{C}$  и давлении 34,5 МПа [8] приводит к наличию остаточной пористости в образцах 19 и 13% соответственно.

Повышение плотности образцов, уплотненных при низких температурах, можно обеспечить повторным прессованием, а также отжигом. В частности, отжиг при  $1600^{\circ}\text{C}$  образцов, спрессованных в области температур  $850\text{--}1500^{\circ}\text{C}$ , позволил повысить их относи-



**Рис. 2.** Зависимость плотности образцов порошкового вольфрама (*а*) и удельного электросопротивления (*б*) от температуры ударного спекания: 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа, 3 — промышленный пруток вольфрама.

тельную плотность в среднем на 2%. При этом уменьшение пористости сопровождается процессом укрупнения структуры. Изменение структуры в результате отжига хорошо видно на полированной плоской поверхности различных образцов, представленных на рис. 3, где в левом ряду показана структура образцов после ударного уплотнения при разных температурах, а в правом ряду — структура этих же образцов после дополнительного отжига. Важно заметить, что укрупнение структуры происходит не только после относительно длительного отжига, но и в результате кратковременного уплотнения при более высоких температурах. Это видно на образцах, уплотненных при температурах 1500°C и выше, рис. 3.

Необходимо обратить также внимание и на то, что исследуемый вольфрам, уплотненный при низких температурах и в дальнейшем отожженный, представляется достаточно плотным, несмотря на низкую абсолютную плотность (см. рис. 2, *а*). Подобное противоречие между реальной (измеренной) пористостью и пористостью на шлифе просматривается также и на образцах, спрессованных при 1260 и 1450°C. Такое противоречие можно частично объяснить присутствием в образцах кислорода или относительно «легкого» оксида вольфрама  $WO_3$ , плотность которого равна 7,2–7,4 г/см<sup>3</sup>. Однако большая часть кислорода удаляется при нагреве, так как при температурах нагрева образцов выше 1000°C происходит испарение оксида, которое увеличивается с увеличением температуры нагрева [9]. Действительно, в результате проверки потери массы образцов после их нагрева до разных температур и определения содержания в них кислорода было установлено увеличение потери массы образ-

цов и уменьшение содержания кислорода при подъеме температуры нагрева порошковых брикетов для уплотнения (табл. 1, 2).

Исходя из этих данных видно, что после нагрева в образцах остается относительно мало кислорода, а значит и оксида вольфрама, который снижает абсолютную плотность компактного образца. Несложный расчет показывает, что у беспористого образца  $W + WO_3$  с аддитивной плотностью, например,  $18,0 \text{ г/см}^3$  массовая доля оксида вольфрама составляет 4,4%, а содержание кислорода соответственно 0,9% масс. Поскольку исследуемые образцы вольфрама имеют гораздо более низкое содержание кислорода, то и причину снижения плотности образцов за счет оксида вольфрама нельзя считать основной. В данном случае пока трудно найти убедительное объяснение различия между реальной и видимой на шлифе пористостью в образцах, но, вполне возможно, что низкая пористость на шлифе объясняется малой площадью просматриваемой поверхности, которая не отражает представительный объем материала. Такая причина особенно вероятна для крупнозернистых образцов, в которых в поле зрения шлифа попадает всего несколько десятков зерен.

Наличие даже небольшого количества кислорода на межчастичной границе должно увеличивать электросопротивление образцов. Поэтому интерес представляли значения удельного электросопротивления образцов, полученных при разных температурах, рис. 2, б, в сравнении с электросопротивлением промышленного образца. Электросопротивление образцов из промышленного прутка вольфрама составляет 5,6 мкОм·см, хотя удельное электросопротивление монокристалла вольфрама и чистого поликристаллического вольфрама равно соответственно 4,84 и 5,5 мкОм·см [1, 3].

**ТАБЛИЦА 1.** Изменение потери массы вольфрамовых образцов при увеличении температуры нагрева.

Температура нагрева, °С	850	1050	1260	1430
Потеря массы, %	0,25	0,37	0,78	3,24

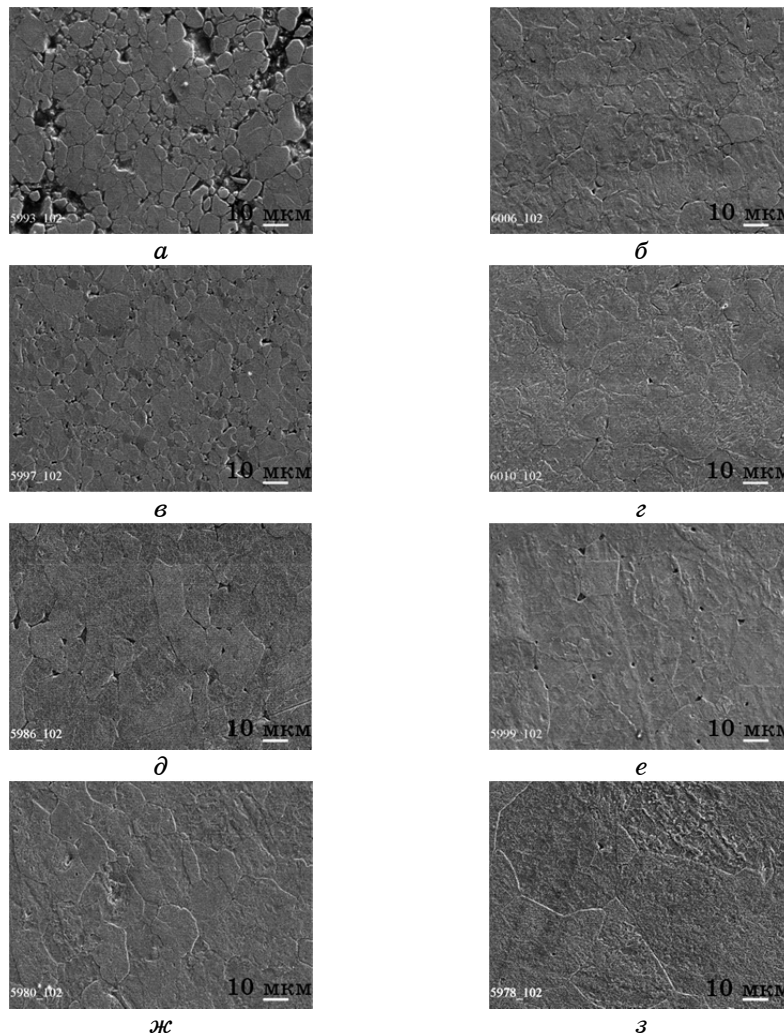
**ТАБЛИЦА 2.** Содержание кислорода в образцах вольфрама после уплотнения ударным спеканием при разных температурах и в стандартном вольфрамовом прутке.

Температура нагрева, °С						Кованный	Порошок
	850	1260	1430	1600	1640	вольфрамовый пруток	вольфрама исходный
Содержание кислорода, % масс.	0,76	0,76	0,15	0,10	0,08	0,07	1,1

Порошковый вольфрам, уплотненный при температурах 1600 и 1640°C показал электросопротивление 6 мкОм·см, рис. 2, б, а дальнейшее уменьшение температуры консолидации порошка вольфрама привело к монотонному линейному увеличению электросопротивления до 10 мкОм·см при температуре уплотнения 1050°C. Это связано, очевидно, как с увеличением пористости образцов, так и с более высоким содержанием кислорода и оксидных пленок. Более существенное увеличение удельного электросопротивления происходит на образцах, уплотненных при температурах ниже 1050°C, хотя плотность образцов при этом изменяется очень мало. Причиной высокого уровня электросопротивления в данном случае является, вероятно, весьма слабый физический контакт между частицами. Последующий отжиг исследуемых образцов привел к небольшому уменьшению электросопротивления, что может быть связано с уменьшением пористости вольфрама и содержания кислорода в образцах. Отожженные образцы, которые уплотнялись при температурах 1500–1640°C, показали уровень электросопротивления, близкий к уровню электросопротивления ковального прутка — 5,8–5,55 мкОм·см.

Представленная на рисунке 3 структура различных образцов дает важную информацию не только о пористости образцов, но и о размере частиц или зерен, изменяющихся в зависимости от режимов получения образцов. При этом необходимо заметить, что рост зерен наблюдается не только после высокотемпературного отжига, что вполне ожидаемо, но и в результате уплотнения порошка при температурах выше 1450°C. Это является неожиданным в силу чрезвычайной кратковременности процесса уплотнения (тысячные доли секунды) и охлаждения образцов (несколько минут до температуры 1200°C, где возможна рекристаллизация). Оценка размера зерен была выполнена по методике, описанной в работе [10] и представлена на рис. 4. Как видно из рисунка, размер зерен вольфрама в области температур уплотнения 850–1260°C практически не изменяется и составляет около 8 мкм, хотя количество и размер пор с увеличением температуры уплотнения уменьшается (см. рис. 2, 3). При повышении температуры ударного спекания до 1450°C зерна вольфрама несколько укрупняются до 10,5 мкм и сохраняется небольшая остаточная пористость. Уплотнение вольфрамовых образцов при температурах 1500 и 1600°C привело к увеличению размера зерен более чем в два раза — до 20 и 23 мкм соответственно. Уплотнение при температуре 1640°C обеспечило рост зерен вольфрама более чем в 3 раза, т.е. до 28 мкм. Двукратное увеличение размера зерен произошло при отжиге образцов, спрессованных в области температур 850–1450°C. Трехкратное или десятикратное (по отношению к исходному размеру частиц) увеличение зерен вольфрамовых образцов, спрессованных при температуре 1640°C, показано на

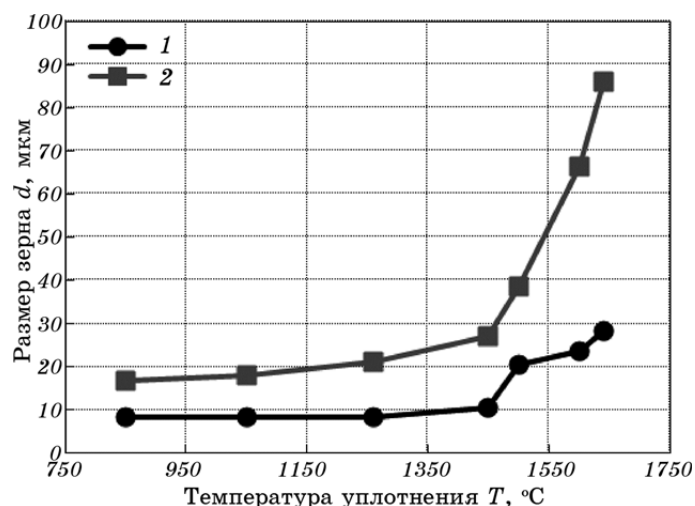




**Рис. 3.** Структура порошкового вольфрама после ударного спекания при температурах: 850°C (*a*), 1260°C (*в*), 1500°C (*д*), 1600°C (*ж*), отжига этих образцов при температуре 1600°C в течение 1 часа, соответственно (*б*, *г*, *е*, *з*).

рис. 4.

Причиной столь значительного роста зерен вольфрама при относительно высокой температуре уплотнения и отжига является, несомненно, рекристаллизация. Как известно, рекристаллизация технически чистых деформированных металлов происходит при определенной гомологической температуре, равной, как правило,  $0,4T_{пл}$ . Для вольфрама это температура около 1200°C, но из данных работы [11] следует, что вольфрам технической чистоты имеет тем-



**Рис. 4.** Влияние температуры ударного спекания и отжига на рост зерна вольфрама: 1 — ударное спекание порошкового вольфрама, 2 — отжиг уплотненных образцов 1 при 1600°C в течение 1 часа.

пературу рекристаллизации 1450°C. И это, видимо, соответствует действительности, поскольку соответствует результатам, показанным на рис. 4.

В тоже время температура рекристаллизации металлов не является постоянной величиной и зависит, в частности, от степени предварительной деформации металла. Кроме того, различная степень деформации металла обуславливает разные механизмы рекристаллизации. При невысокой степени деформации, меньшей или равной критической (5–15%), рекристаллизация происходит путем роста больших зерен за счет мелких, в то время как при больших степенях деформации образуются новые недеформированные зерна внутри деформированных. В связи с этим весьма важно знать истинную деформацию частиц вольфрама при их уплотнении до той или иной пористости. К сожалению, нет однозначной оценки такой деформации порошковых частиц при их уплотнении [6]. Но можно оценить, с одной стороны, максимально возможную деформацию, которая равна  $\delta = \ln[(1 - \Theta)/(1 - \Theta_0)]$  для случая отсутствия проскальзывания частиц при уплотнении, и, с другой стороны, степень деформации, уменьшенную на определенную величину от максимально возможной, задаваясь той или иной степенью взаимного проскальзывания частиц при их уплотнении ( $\Theta$  и  $\Theta_0$  — текущая и начальная пористости образца). Таким образом, максимально возможная степень деформации частиц вольфрама при изменении пористости от 0,45 до 0 равна 59,7%, а при изменении пористости от 0,45 до 0,1 — 49,2%. Если предположить, что проскальзывание ча-

стиц имело место до пористости 0,3, то реальная деформация металлического вольфрама равна 35,7% для первого случая и 25,1% для второго случая. Данный уровень деформации, по видимому, больше критического, хотя в работе [2] отмечается, что критическая степень деформации у вольфрамовых спеченных штабиков соответствует уровню 20–30%. Исходя из этих оценок истинной степени деформации частиц вольфрама при уплотнении, можно высказать предположение о том, что значительный рост частиц или зерен вольфрама, наблюдаемый при отжиге, обусловлен полученной ими критической или близкой к критической степенью деформации.

Более интересной является ситуация с ростом зерен на образцах, «мгновенно» уплотненных при температурах 1500°C и выше. В данном случае механизм роста зерен вольфрама может быть основан на явлении динамической рекристаллизации, однако ввиду чрезвычайно короткого времени уплотнения (тысячные доли секунды) трудно представить способность вольфрама к проявлению сверхвысокой скорости рекристаллизации (мм/с). Вероятнее всего, рекристаллизация успевает пройти за короткое время охлаждения спрессованной заготовки, которое равно нескольким минутам. В то же время вполне реальными при ударном уплотнении могут быть процессы динамического возврата и полигонизации (образование субзерен). При охлаждении успевает пройти процесс собирательной или вторичной рекристаллизации (для уточнения вида рекристаллизации необходимо сфотографировать большую по площади поверхность образца).

При анализе структуры различных образцов по шлифам заслуживает внимания также и тот факт, что поры и пористость не влияют существенным образом на рост частиц вольфрама как при уплотнении, так и при отжиге. При этом основная часть пор вытесняется на границы зерен подобно примесям внедрения, несмотря на принципиальное различие между порой и примесью. Это свидетельствует о том, что тугоплавкие ОЦК-металлы приобретают высокий уровень внутренней энергии (связанный с искажениями кристаллической решетки) не только от примесей, но и от пор.

Процесс вытеснения пор на границу между зернами может быть причиной сдерживания роста этих зерен при высокотемпературном отжиге. Поэтому один и тот же отжиг привел, по-видимому, к разной скорости роста зерен вольфрама на образцах, спрессованных при разных температурах и имеющих разный уровень пористости, (см. рис. 4). Аналогичное влияние пористости на рост зерен было также обнаружено в работе [12], но нельзя не учитывать и то обстоятельство, что в случае ударного прессования разному уровню пористости предшествует разная степень деформации частиц. В связи с этим, вопрос о главной роли в формировании скорости роста зерен

— степени деформации или пористости — остается пока открытым.

#### 4. ВЫВОДЫ

На основании выполненных исследований и полученных результатов по вакуумному ударному уплотнению порошка вольфрама в широком диапазоне температур можно сделать следующие выводы.

1. Практически плотные образцы вольфрама можно получить из обычного порошка ударным уплотнением в вакууме при температуре около 1650°C.

2. Уплотнение порошка вольфрама со средним размером частиц 8 мкм при температурах 1500°C и выше приводит к существенному укрупнению структуры. Размер зерен увеличивается в 2–3 раза в зависимости от температуры уплотнения.

3. Дополнительный отжиг при 1600°C в течение 1 часа образцов, уплотненных при всех исследуемых температурах, вызывает дальнейший интенсивный рост зерен, в результате чего исходный размер частиц, а точнее зерен, увеличивается фактически в 10 раз. Такой рост зерен, возможно, обусловлен критической степенью деформации частиц вольфрама при уплотнении.

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Е. М. Савицкий, К. Б. Поварова, П. В. Макаров, *Металловедение вольфрама* (Москва: Металлургия: 1978).
2. И. М. Павлов, Е. В. Ушаков, Е. К. Дробышева, *Хладноломкость и структура вольфрама* (Москва: Наука: 1984), с. 50.
3. А. Н. Зеликман, Б. Г. Коршунов, *Металлургия редких металлов* (Москва: Металлургия: 1991).
4. А. В. Лаптев, *Порошковая металлургия*, № 3/4: 8 (2001).
5. А. В. Лаптев, Л. А. Крячко, А. И. Толочин, Д. Г. Вербилло, М. Е. Головкова, *Металлофиз. новейшие технол.*, 34, № 10: 1001 (2012).
6. А. В. Лаптев, А. И. Толочин, В. В. Ковыляев, Д. Г. Вербилло, Е. А. Кондряков, *Металлофиз. новейшие технол.*, 34, № 4: 521 (2012).
7. Ю. Н. Подрезов, В. А. Назаренко, А. В. Лаптев, А. И. Толочин, В. И. Даниленко, Я. И. Евич, О. С. Коряк, *Порошковая металлургия*, № 5/6: 60 (2009).
8. J. E. White and M. M. Jurhowitz, *Hot Pressing of Tungsten Powder* (Aerospace Corporation El Segundo CA: Defense Technical Information Centre: 1963).
9. D. Schneider, *Gmelin Handbuch der Anorganischen Chemie, Wolfram, Ergänzungsband B1, Die Systeme mit Edelgasen, Wasserstoff und Sauerstoff* (Berlin: Springer: 1978), p. 143.
10. К. Агте, И. Вацек, *Вольфрам и молибден* (Москва: Энергия: 1964).
11. Р. С. Амбарцумян, Б. Н. Бабич, Д. С. Балковец, *Тугоплавкие материалы в машиностроении* (Москва: Машиностроение: 1967).
12. П. Я. Радченко, Ю. Н. Подрезов, В. В. Паничкина, В. В. Скороход, *Порошковая металлургия*, № 8: 36 (1990).

## REFERENCES

1. E. M. Savitskiy, K. B. Povarova, and P. V. Makarov, *Metallovedenie Vol'frama* (Moscow: Metallurgiya: 1978) (in Russian).
2. I. M. Pavlov, E. V. Ushakov, and E. K. Drobysheva, *Khladnolomkost' i Struktura Vol'frama* (Moscow: Nauka: 1984), p. 50 (in Russian).
3. A. N. Zelikman, B. G. Korshunov, *Metallurgiya Redkikh Metallov* (Moscow: Metallurgiya: 1991) (in Russian).
4. A. V. Laptev, *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 3/4: 8 (2001) (in Russian).
5. A. V. Laptev, L. A. Kryachko, A. I. Tolochin, D. G. Verbilo, and M. E. Golovkova, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **34**, No. 10: 1001 (2012) (in Russian).
6. A. V. Laptev, A. I. Tolochin, V. V. Kovylyaev, D. G. Verbilo, and E. A. Kondryakov, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **34**, No. 4: 521 (2012) (in Russian).
7. Yu. N. Podrezov, V. A. Nazarenko, A. V. Laptev, A. I. Tolochin, V. I. Danilenko, Ya. I. Evich, and O. S. Koryak, *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 5/6: 60 (2009) (in Russian).
8. J. E. White and M. M. Jurhowitz, *Hot Pressing of Tungsten Powder* (Aerospace Corporation El Segundo CA: Defense Technical Information Center: 1963).
9. D. Schneider, *Gmelin Handbuch der Anorganischen Chemie, Wolfram, Ergänzungsband B1, Die Systeme mit Edelgasen, Wasserstoff und Sauerstoff* (Berlin: Springer: 1978), p. 143.
10. K. Agte and I. Vatsek, *Vol'fram i Molibden* (Moscow: Energiya: 1964) (in Russian).
11. R. S. Ambartsumyan, B. N. Babich, and D. S. Balkovets, *Tugoplavkie Materialy v Mashinostroenii* (Moscow: Mashinostroenie: 1967) (in Russian).
12. P. Ya. Radchenko, Yu. N. Podrezov, V. V. Panichkina, and V. V. Skorokhod, *Poroshkovaya Metallurgiya*, No. 8: 36 (1990) (in Russian).