



ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ ПЛАВКА ВОССТАНОВЛЕННОГО КОНЦЕНТРАТА МОЛИБДЕНА

В. О. Мушегян

Впервые способом электронно-лучевого переплава с промежуточной емкостью проведены опытно-промышленные плавки брикетов восстановленного порошка молибдена. Получены высококачественные слитки молибдена диаметром 100 мм. Показано, что способ ЭЛПЕ эффективно очищает молибденовые брикеты от примесей, достигая в слитках уровня молибдена чистого.

Experimental-industrial melting of briquettes of reduced molybdenum powder was performed for the first time using the method of electron beam cold hearth remelting. High-quality ingots of molybdenum of 100 mm diameter were produced. It is shown that the EBCHM method refines effectively the molybdenum briquettes from impurities reaching the level of pure molybdenum in ingots.

Ключевые слова: молибден; брикеты; примеси; электронно-лучевой переплав; рафинирование; прокат

Молибден благодаря своим физико-механическим свойствам (высокая температура плавления, 2617 °С, низкий коэффициент линейного расширения, высокий модуль упругости и др.) довольно широко применяется в электротехнической, авиакосмической, химической и атомной отраслях промышленности [1].

Промышленный молибден в основном получают способом спекания восстановленных порошков молибдена в вакууме или в водороде. Современное состояние технологии изготовления молибдена не обеспечивает металлу достаточного уровня пластичности и способности к свариванию из-за присутствия примесей внедрения и неметаллических включений.

Физико-механические свойства молибдена, полученного спеканием, существенно анизотропны и зависят от исходного состояния, чистоты и структуры исходных порошков [2]. Указанные недостатки снижают возможность применения порошковых материалов. Необходимые для деформации и эксплуатации свойства металлического молибдена обеспечивают его переплав в слитки.

Молибден и сплавы на его основе плавят в дуговых печах с расходуемым электродом в вакууме, аргоне, медном водоохлаждаемом кристаллизаторе или гарнисажных печах с медным или графитовым тиглем, а также в печах электронно-лучевого переплава [3].

Особенность плавки молибдена в дуговых печах состоит в необходимости его раскисления углеродом, водородом или алюминием. При раскислении алюминием плавку осуществляют в аргоне, а при раскислении в вакууме — углеродом или водородом.

Раскисление углеродом при плавке в аргоне способствует образованию пористости в слитках. Для нейтрализации вредного воздействия углерода в сплав вводят небольшое количество (до 0,02 %) карбидообразующих элементов (титана, циркония, гафния), которые кристаллизуются в виде мелких разрозненных включений.

Электронно-лучевая плавка молибдена и его сплавов является наиболее перспективной, позволяет получать слитки и отливки с низким содержанием примесей. В качестве шихты применяют молибден металлический в виде штабиков и пластин (ТУ 48-19-102-82), требования по чистоте которых (не менее 99,35 мас. % молибдена) значительно выше, чем для брикетов.

Электронно-лучевая плавка с промежуточной емкостью (ЭЛПЕ) позволяет эффективно рафинировать тугоплавкие металлы [3, 4]. В отличие от дуговых вакуумных печей, при плавке электронным лучом можно осуществить значительный (контролируемый) перегрев и выдержку жидкого металла в промежуточной емкости в течение любого заданного времени.

Использование способа ЭЛПЕ позволяет разделить во времени и пространстве процессы плавления шихты, рафинирования, охлаждения расплава с формированием и кристаллизацией слитков. Это, а также возможность проведения плавки при весьма низком остаточном давлении (менее $1 \cdot 10^{-2}$ Па) создает условия для эффективной дегазации металла.

Указанные преимущества ЭЛПЕ позволяют добиваться заданной чистоты металла слитков даже в случае использования относительно загрязненного шихтового материала.



Таблица. Химический состав слитков молибдена ЭЛПЕ и исходного сырья

Вид продукции	Массовая доля элементов, %					
	C	S	Fe	Cu	O	N
Молибден металлический в виде спеченных брикетов (TSh 64-15126592-02:2008)	0,1	0,01	0,5	0,01	1,0	–
Молибден металлический в виде спеченных брикетов (результаты анализа)	0,005	0,001	0,2	0,01	0,2	0,03
Слитки ЭЛПЕ диаметром 70 и 100 мм	0,002	<0,001	0,007	<0,001	0,0005	0,002

С целью снижения себестоимости литого молибдена путем вовлечения в плавильное производство молибденовых брикетов проведены экспериментальные плавки восстановленного молибденового концентрата производства ОАО «Чистое железо» (Ереван, Армения) в виде брикетов. Химический состав исходного сырья приведен в таблице. Брикетки представляют собой цилиндры размерами диаметром 40×(45... 50) мм со средней массой 0,8 кг из восстановленного водородом молибденового порошка. Использовано преимущество электронно-лучевого переplава молибдена, по сравнению с ВДП, возможность переplава металла в любом виде (брикетки, порошок стружка), тогда как при дуговой плавке необходимо готовить расходный электрод [5].

Плавки проводили на установке МВ-1 (рис. 1) с использованием четырех электронных пушек на тлеющем разряде [6] общей мощностью 480 кВт. Брикетки из восстановленного молибденового порошка загружали в нерасходный короб, после чего установку вакуумировали до уровня остаточного давления $5 \cdot 10^{-2}$ Па. Затем при помощи механизма подачи шихты брикетки подавали на водоохлаждаемую площадку (припод), где в зонах I и II (рис. 2) происходили нагрев и дегазация брикеток. При этом с использованием программируемых схем разверток и сканирования электронных лучей исходные брикетки прогревали на краю промежуточной емкости, в результате чего происходило интенсивное газовыделение, и брикетки становились пористыми. Продолжая повышать интенсивность нагрева (путем увеличения мощности до 100 кВт), плавно переходили к плавлению брикеток и заполнению объема

промежуточной емкости.

По мере накопления металла в промежуточной емкости производили порционный слив расплава в медный водоохлаждаемый цилиндрический кристаллизатор. Электронным лучом с помощью круговой развертки по свободной поверхности формируемого слитка в кристаллизаторе поддерживали наличие постоянной жидкой ванны глубиной до 6 мм. При этом путем программируемого сканирования лучей добивались увеличения интенсивности обогрева у стенок кристаллизатора, по сравнению с центральной зоной, для минимизации поверхностных дефектов при формировании слитка.

Основные процессы нагрева, рафинирования и перемешивания расплава для выравнивания химического состава осуществляли в промежуточной емкости. При взаимодействии поверхности перегретого расплава в промежуточной емкости с вакуумной средой и высокоэнергетическим воздействием электронных лучей происходило его рафинирование от растворенных газов и легкоплавких примесей с высокой упругостью пара, примесей внедрения и нестойких соединений.

Эффективная плавка молибдена в печах ЭЛПЕ возможна при обеспечении высокой скорости откачки и остаточном давлении в плавильной камере примерно $1 \cdot 10^{-1} \dots 1 \cdot 10^{-2}$ Па. При таком давлении и значениях температуры 2900... 3000 °С из жидкого молибдена удаляются примеси, уровень давления паров которых выше, чем у паров молибдена. Среди металлов лишь у рения, тантала и вольфрама дав-

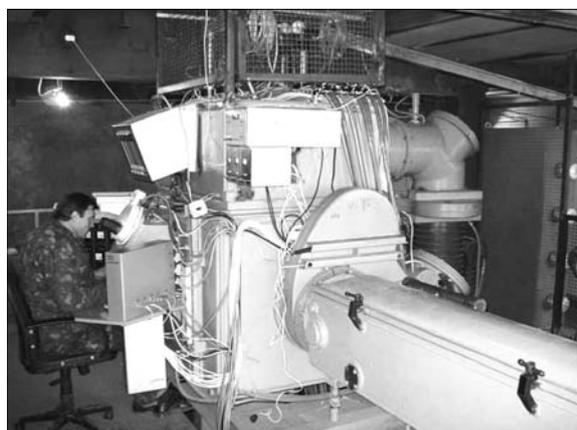


Рис. 1. Электронно-лучевая печь МВ-1

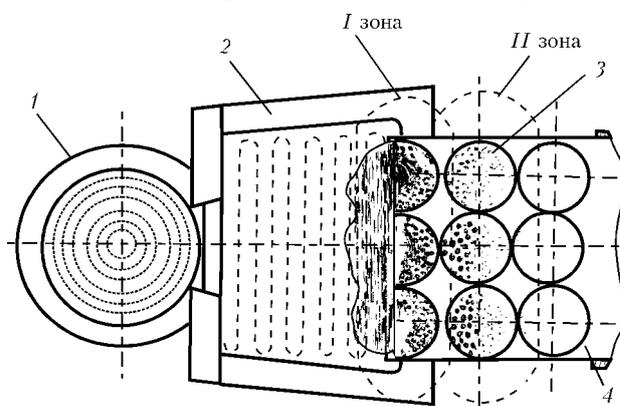


Рис. 2. Схема ЭЛПЕ брикетов молибдена: 1 — кристаллизатор; 2 — промежуточная емкость; 3 — брикетки молибдена; 4 — водоохлаждаемый лоток

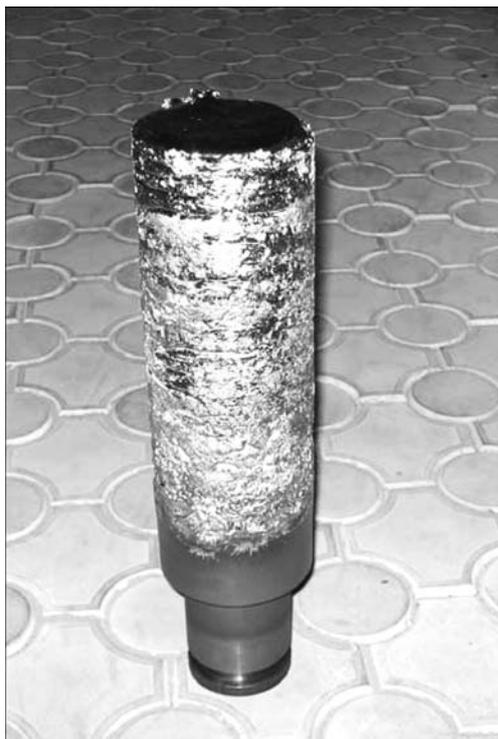


Рис. 3. Слиток молибдена ЭЛПЕ диаметром 100 мм

ление паров существенно ниже, чем у молибдена при указанных температурах.

Если принять, что металлические компоненты образуют в жидком молибдене растворы, близкие к идеальным, можно ориентировочно рассчитать конечное содержание примеси после плавки при определенных значениях остаточного давления и температуры по формуле, приведенной в работе [7] (закон Генри):

$$N_n = P_{\text{ост}}/P_n,$$

где $P_{\text{ост}}$ — остаточное давление газов; P_n — давление чистого компонента (примеси) при температуре плавки; N_n — конечная молярная доля примеси в расплаве.

В результате плавки получены слитки молибдена ЭЛПЕ диаметрами 70 и 100 мм, длиной до

1500 мм (рис. 3). Поверхность слитков — гладкая, без разрывов и трещин, с небольшими гофрами. Химический анализ слитков показал, что в результате электронно-лучевого переплава брикетов молибдена с использованием промежуточной емкости происходит интенсивное удаление примесей кислорода, азота, железа, меди, углерода, серы (таблица). Значения твердости слитка молибдена равны HV 1400... 1550 МПа, т. е. намного ниже твердости молибдена, полученного способом вакуумно-дугового переплава (HV 1760... 1800 МПа) [3].

Выводы

1. Установлено, что электронно-лучевая плавка с промежуточной емкостью является эффективным средством рафинирования восстановленного порошка молибдена от примесей.

2. Показано, что химическая чистота полученных слитков по исследованным элементам соответствует требованиям молибдена чистого (молибден чистый, 99,96 мас. %), применяющегося для изделий ответственного назначения.

1. *Молибден в ядерной энергетике* / Под ред. чл.-кор. АН СССР В. С. Емельянова и д-ра техн. наук, А. И. Евстюхина. — М.: Атомиздат, 1977. — 160 с.
2. *Зеликман А. Н. Молибден*. — М.: Metallurgy, 1970. — 440 с.
3. *Мовчан Б. А., Тихоновский А. Л., Курапов Ю. А. Электронно-лучевая плавка и рафинирование металлов и сплавов*. — Киев: Наук. думка, 1972. — 240 с.
4. *Электронно-лучевая плавка* / Б. Е. Патон, Н. П. Тригуб, Д. А. Козлитин, С. В. Ахонин и др. — Киев: Наук. думка, 1997. — 265 с.
5. *Дуговые вакуумные печи и электронные плавильные установки* / М. Я. Смелянский, В. А. Бояршинов, К. Д. Гуттерман и др. — Metallurgizdat, 1962. — 190 с.
6. *Удрис Я. Я., Чернов В. А. Мощные электронные пушки высоковольтного тлеющего разряда (ВТР): Proc. II Intern. conf. on electron beam technologies (Varna, Bulgaria, 1988)* — Varna, 1998. — P. 254
7. *Заборонок Г. Ф., Зеленцов Т. И., Ронжин А. С. Электронная плавка металлов*. — М. Metallurgy, 1965. — 292 с.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев

Поступила 15.10.2009