

УДК 621.745.5:669.15/26

ПЛАЗМЕННО-ДУГОВОЙ ПЕРЕПЛАВ ОТХОДОВ ТАНТАЛА

В. Р. Бурнашев

Исследовано влияние плазменно-дугового переплава (ПДГП) на кинетику удаления примесей из отходов тантала. Определено, что изменение технологических режимов ПДГП приводит к интенсивному рафинированию тантала от углерода, железа, молибдена и марганца. Отмечена перспективность переработки отходов тантала способом ПДГП для получения компактных заготовок массой до 11 кг.

The effect of plasma-arc remelting (PAR) on kinetics of removal of impurities from titanium wastes was investigated. It was determined that change in technological conditions of PAR leads to the intensive refining of tantalum from carbon, iron, molybdenum and manganese. The prospects for recycling of tantalum wastes by the PAR method for producing compact billets of up to 11 kg mass were outlined.

Ключевые слова: плазменно-дуговая гарнисажная плавка; отходы; тантал; кинетика; удаление; примеси; заготовка

Тантал характеризуется весьма ценными свойствами — высокой температурой плавления, низким давлением паров и малой скоростью испарения при 1500... 2000 °С, способностью к эмиссии и поглощению газов, что позволяет изготавливать из него детали электровакуумных приборов. Последнее свойство используют для поддержания глубокого вакуума в радиолампах и других электронных приборах [1–6].

Плавку тантала применяют как технологическую операцию для достижения двух целей:

получения компактных заготовок для последующей обработки [7];

рафинирования металла от примесей [8].

Поскольку тантал имеет высокое сродство к кислороду и углероду, применение для его плавки оксидных материалов или графита приводит к сильному загрязнению примесями. Это оказывает отри-

цательное влияние на механические свойства металла, в частности на снижение пластичности. По этой причине плавку осуществляют в медных водоохлаждаемых тиглях.

Исходными материалами для выплавки слитков служат черновые металлы, полученные карбо- или алюмотермическим способами, спеченные штабики тантала, а также отходы танталового производства.

Важное значение имеет применение тантала для изготовления конденсаторов. Здесь использована способность тантала к образованию устойчивой оксидной пленки при электролитическом анодном окислении. Танталовые элементы конденсаторов изготавливают из танталовой фольги толщиной примерно 0,013 мм или из танталового порошка, который прессуют и спекают при 2000 °С в пористые таблетки (пористость 30... 50 %).

В случае применения твердого электролита таблетку после анодного окисления пропитывают раствором $Mn(NO_3)_2$ и нагревают для превращения нитрата в MnO_2 . После многократного повторения операции на пленке Ta_2O_5 образуется покрытие из MnO_2 . Затем таблетки покрывают электропроводным углеродом [4, 5]. После окончания эксплуатации конденсаторы подлежат утилизации.

Вовлечение в производство отходов тантала в виде элементов конденсаторов имеет важное народнохозяйственное значение ввиду больших объемов утилизации военной и гражданской техники, выведенной из эксплуатации.

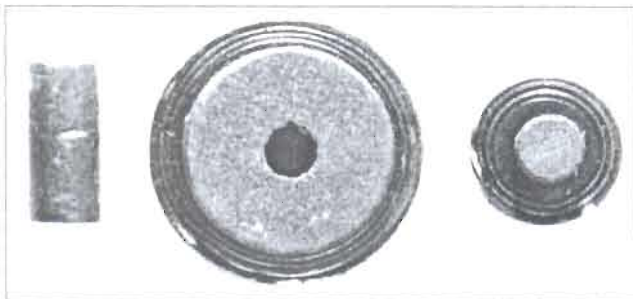


Рис. 1. Отходы радиодеталей, подготовленные к переделу

© В. Р. БУРНАШЕВ, 2008



Утилизация отходов тантала является очень трудоемкой операцией. Вначале конденсаторы освобождают от металлических капсул (рис. 1), а затем подвергают сплавлению.

Важное значение при переработке танталовых деталей конденсаторов приобретает контроль за примесями химических элементов и соединений, используемых при их изготовлении (нержавеющая сталь, марганец, молибден, коллоидный углерод) [6]. Примеси из тантала могут удаляться в атомарном состоянии (железо, кремний, алюминий, титан и другие металлы) и в молекулярном (азот и летучие оксиды типа CO , SiO_2 , NbO , TaO , Al_2O_3) [4–6].

В настоящей работе проведены эксперименты по исследованию влияния плазменно-дугового переплава (ПДП) на кинетику удаления примесей из танталовых деталей конденсаторов.

Экспериментальные кинетические кривые испарения примесей в тантале получали по данным опытов, выполненных с различной продолжительностью выдержки металла под плазмой. Опыты проводили на установке ОБ1957 в аргоне и гелии. Использовали медный водоохлаждаемый стол с десятью полусферическими лунками, размер которых выбран таким образом, чтобы зона анодного пятна закрывала зеркало жидкого металла.

Масса одного образца составила 50 г. Выдержка образца под плазмой в течение 180 с длилась до полного расплавления образца, следующего — 360 с, последнего — 720 с.

С применением методов спектрального и химического анализов определено, что основными примесями в исследуемых отходах тантала являются железо, марганец, углерод и молибден.

В процессе исследований меняли такие технологические параметры, как ток и состав плазмообразующего газа. Следует отметить, что углерод, железо и молибден испаряются или всплывают в виде включений в течение всего времени воздействия на образец плазмой. Увеличение тока от 650 до 750 А, а также применение в качестве плазмообразующего газа смеси аргона и гелия (в соотношении 1:1 по объему) приводит к увеличению скорости удаления

Химический состав тантала исходного и переплавленного способом ПДП					
№ плавки	Состояние	Массовая доля элементов, %			
		Ta	Fe	Mn	Mo
1	Исходное	90,995	7,229	0,288	1,517
	После ПДП	98,820	0,572	Не обнаружено	0,601
2	Исходное	98,387	0,723	0,337	0,567
	После ПДП	99,674	0,286	Не обнаружено	0,078
3	Исходное	99,629	Не обнаружено	»	0,371
	После ПДП	99,719	»	»	0,28

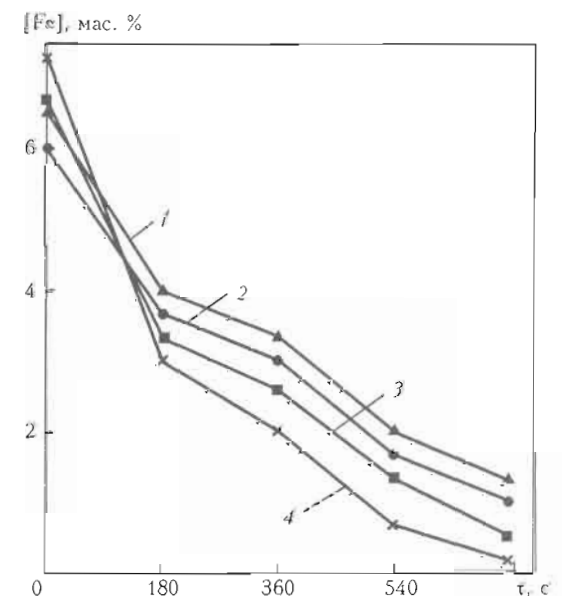
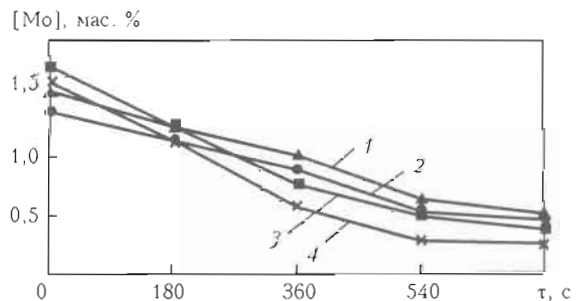
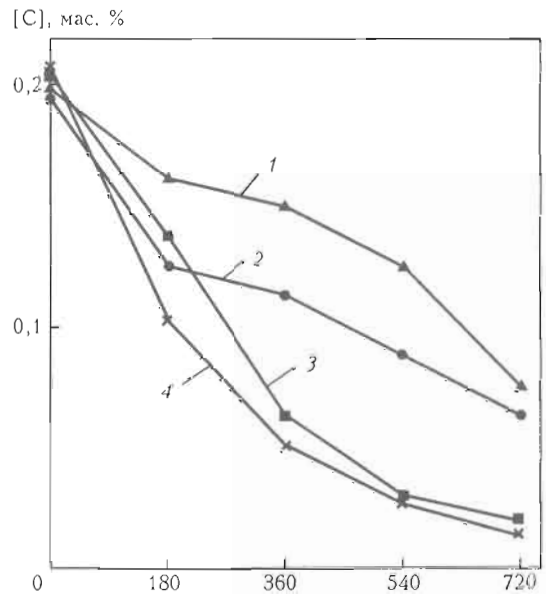


Рис. 2. Поведение примесей при переплаве отходов тантала: 1 — аргон, $I = 650$ А; 2 — аргон, $I = 750$ А; 3 — аргон + гелий, $I = 650$ А; 4 — аргон + гелий, $I = 750$ А

примесей, о чем свидетельствует наклон кинетических кривых (рис. 2).

Что касается кинетики испарения марганца, то установить какую-либо закономерность не удалось из-за его сильного испарения в самом начале расплавления. После воздействия плазмы на танталовые образцы в течение 360 с марганец не обнаружен.

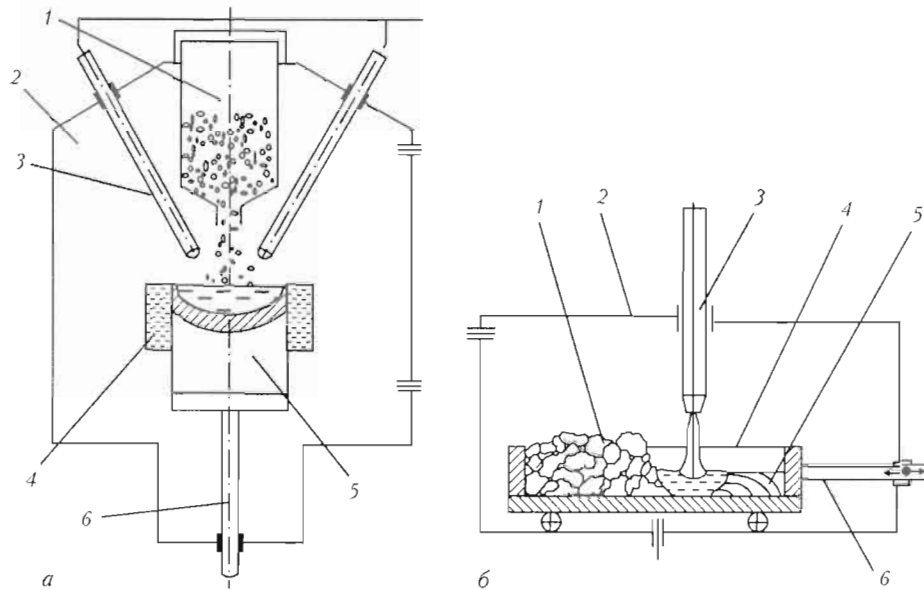


Рис. 3. Схемы установок УПП-3 (а) и ОБ1957 (б): 1 — шихта; 2 — плавильная камера; 3 — плазмотрон; 4 — кристаллизатор; 5 — слиток; 6 — механизм вытягивания слитка

Материальный баланс примесей показал, что при воздействии плазменной дуги на танталовые элементы конденсаторов в течение 720 с происходит интенсивное рафинирование от углерода (в 10... 12 раз), железа (в 15 раз), молибдена (в 3... 6 раз) и марганца (полностью).

С учетом указанных результатов проведены эксперименты по получению плоских и круглых заготовок тантала из отходов танталовых конденсаторов. Компактирование отходов тантала в круглую заготовку выполняли в плазменно-дуговой печи УПП-3, оснащенной проходным медным водоохлаждаемым кристаллизатором (рис. 3, а).

Плавку начинали с загрузки отходов на медную водоохлаждаемую загрузку. Камеру печи откачивали вакуумно-дуговым насосом ВН2 до $1 \cdot 10^{-1}$ МПа. Затем рабочее пространство заполняли аргоном и расплавляли шихту. Расплавленный металл выдерживали под плазмой 25... 30 мин для рафинирования от примесей. Масса одной засыпки составляла 1,2... 1,5 кг. Затем металл охлаждали и делали следующую засыпку, повторяя эту операцию несколь-

ко раз. В результате получили слитки тантала диаметром 100 мм, массой 7... 11 кг (рис. 4, а). При этом на компактирование и рафинирование тантала от примесей расходуется от 9 до 15 кВт·ч/кг электроэнергии.

Переплав отходов тантала в плоскую заготовку выполняли в печи ОБ1957 по схеме, приведенной на рис. 3, б. В плоский медный водоохлаждаемый кристаллизатор загружали отходы танталовых конденсаторов. Толщина заготовки составляла 30... 40 мм, масса одной порции — 8... 9 кг.

При плавке по этой схеме в качестве плазмобразующего газа использовали смесь аргона и гелия. Процесс начинали с расплавления ванны жидкого металла по ширине кристаллизатора. Затем кристаллизатор перемещали с небольшой скоростью. В результате получали заготовки размерами 300×80×20.

Проведенные исследования показали, что основными примесями в исследуемых отходах тантала являются железо, марганец, молибден и углерод. В зависимости от времени выдержки резко снижается содержание железа (в 10 раз) и молибдена

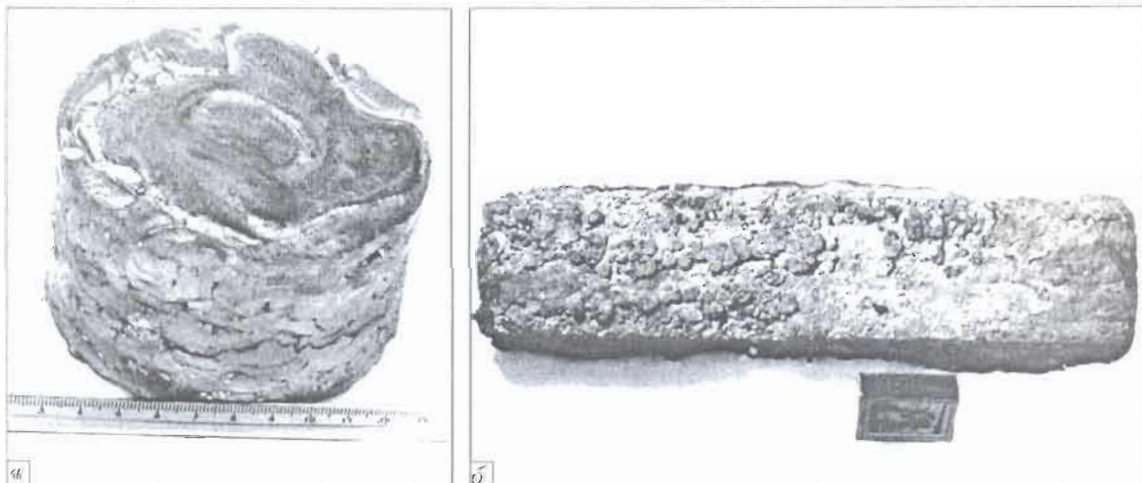


Рис. 4. Внешний вид скомпактированной заготовки из тантала круглой (а) и плоской (б) форм



(в 2,5 раз), после переплава практически не обнаруживается марганец (таблица). Уменьшается содержание углерода (рис. 2).

Выявлено, что чем меньше тантал загрязнен примесями, тем труднее их удалить. От содержания примесей зависит и плотность металла: чем их меньше, тем выше плотность металла.

Установлено, что качество боковой поверхности скомпактированной заготовки зависит от нескольких факторов:

массы засыпки (чем меньше засыпка, тем лучше поверхность);

энергетических параметров плавки (чем больше вкладывается энергии, тем лучше качество поверхности);

качества предварительной подготовки шихты.

В целом следует отметить перспективность переработки отходов тантала способом ПДП и ее модификаций как для рафинирования от примесей, так и для формирования компактных заготовок небольшой (2...3 кг) и средней (7...11 кг) массы (рис. 4).

1. *Физические величины*. Справочник / А. П. Бабичев, Н. А. Бабушкина, А. М. Братковский и др. — М.: Энергоатомиздат, 1991. — 1231 с.
2. *Козица Л. Н., Ревякин А. В., Громова М. М.* Растворимость азота в жидком тантале и ванадии // Физико-химические основы взаимодействия жидкого металла с газами и шлаками. — М.: Наука, 1978. — С. 51-64.
3. *Кипарисов С. С., Левинский Ю. В.* Азотирование тугоплавких металлов. — М.: Металлургия, 1972. — 160 с.
4. *Ниобий и тантал* / А. Н. Зеликман, Б. Г. Коршунов, А. В. Елютин, А. М. Захаров. — М.: Металлургия, 1980. — 290 с.
5. *Киффер Р., Браун Х.* Ванадий, ниобий, тантал / Пер. с нем.; под ред. Е. М. Савицкого. — М.: Металлургия, 1968. — 311 с.
6. *Зеликман А. Н.* Металлургия редких металлов. — М.: Металлургия, 1980. — 328 с.
7. *Варич И. Ю., Ахонин С. В., Тригуб Н. П.* Утилизация лома тантала способом электронно-лучевой плавки // Современ. электрометаллургия. — 2005. — № 3. — С. 44-46.
8. *Ахонин С. В.* Эффективность рафинирования и потери на испарение при электронно-лучевой плавке тантала // Пробл. спец. электрометаллургии. — 2000. — № 3. — С. 33-37.

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

Поступила 04.08.2008

ИНСТИТУТ ЭЛЕКТРОСВАРКИ им. Е. О. ПАТОНА НАН УКРАИНЫ



Объявляет ежегодный набор по следующим специальностям:

ДОКТОРАНТУРА

- ❖ сварка и родственные технологии
- ❖ автоматизация технологических процессов
- ❖ металловедение и термическая обработка металлов
- ❖ металлургия высокочистых металлов и специальных сплавов

АСПИРАНТУРА

- ❖ сварка и родственные технологии
- ❖ автоматизация технологических процессов
- ❖ металловедение и термическая обработка металлов
- ❖ металлургия высокочистых металлов и специальных сплавов

Прием документов проводится в сентябре.

Контактный телефон: 289-84-11.

Подробная информация на сайте института (раздел аспирантура): www.paton.kiev.ua

Документы направлять по адресу: 03680, Украина, Киев-150, ГСП, ул. Боженко, 11,

Институт электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, ученому секретарю