



УДК 669.187.526:51.001.57

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МОЛИБДЕНА, ПОЛУЧЕННОГО СПОСОБОМ ЭЛПЕ

В. О. Мушегян, Е. Н. Потятыник

Исследованы слитки молибдена, полученные способом электронно-лучевой плавки с промежуточной емкостью, в том числе с применением периферийного нагрева в кристаллизаторе. Определены степень рафинирования металла от примесей в зависимости от параметров плавки и механические свойства выплавленных слитков.

Investigated are the molybdenum ingots produced by the method of electron beam cold hearth melting, including the application of periphery heating in the mould. Degree of metal refining from impurities depending on melting parameters and mechanical properties of melted ingots are defined.

**Ключевые слова:** молибден; слиток; электронно-лучевой переплав; кристаллизация; структура; рафинирование; ударная вязкость

Электронно-лучевая плавка с промежуточной емкостью характеризуется достаточным арсеналом средств для влияния на структуру слитков, которые позволяют изменять параметры кристаллизации (градиент температуры, скорость охлаждения и скорость кристаллизации) в десятки раз при сохранении скорости (производительности) плавки. Как показано в работе [1], путем варьирования мощности и распределения электронно-лучевого нагрева в в кристаллизаторе диаметром 200 мм металла слитков титанового сплава Ti-6Al-4V регулировали скорость охлаждения от 0,4 до 7 К/с, т. е. почти в 20 раз, а скорость кристаллизации увеличивалась от 0,0036 до 0,11 см/с. Для среднелегированного титанового сплава Ti-6Al-4V это приводит к измельчению структуры и, самое главное, смене ее типа — от столбчатой к равноосной (рис. 1, а).

Изменение структуры, как видно из данного рисунка, сопровождается ростом общей площади границ зерен. При уменьшении среднего размера зерна в поперечном сечении слитка в  $k$  раз общая длина границ увеличивается в  $k^2$  раз, а в результате дополнительного дробления столбчатых кристаллитов в продольном сечении общая площадь границ возрастет пропорционально  $k^3$ . Измельчение зерна происходит благодаря увеличению центров кристаллизации, которые становятся таковыми за счет достигаемого переохлаждения [2].

Для тугоплавких металлов VIa группы (молибден, вольфрам) площадь границ зерен имеет важное значение из-за низкой растворимости примесей внедрения [3] и концентрации последних по границам зерен. Существенного увеличения общей площади границ зерен достигают путем формирования монолитного материала способами, используемыми в порошковой металлургии. При получении слитков тугоплавких металлов способами вакуумной металлургии сформировать равноосную структуру не удается по причине низкого содержания модификаторов — центров кристаллизации. Таким образом, низкое содержание примесей оказывает уже отрицательное влияние.

Задачей ЭЛПЕ с точки зрения влияния на структуру слитков является, с одной стороны, максимальная очистка металла от вредных примесей (кислорода, азота), с другой, — выведение содержания модифицирующих примесей (углерод, бор) на оптимальный уровень. При этом необходимо по-

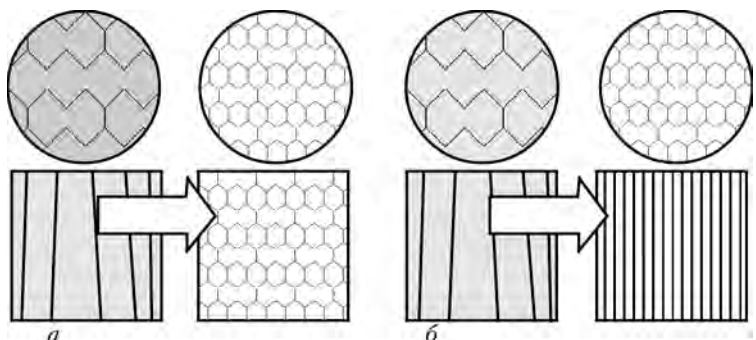


Рис. 1. Изменения структуры: а — переход из столбчатой в равноосную (около  $k^3$ ); б — измельчение столбчатой (примерно  $k^2$ )

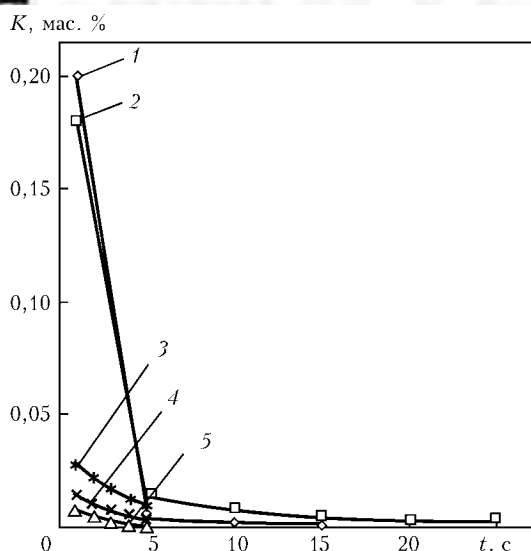


Рис. 2. Зависимость содержания примесей  $K$  в слитке молибдена от времени выдержки расплава в промежуточной емкости: 1 – [O]; 2 – Fe; 3 – C; 4 – Cu; 5 – N

лучить максимальные значения параметров кристаллизации и добиться изменения структуры по типу рис. 1, б для увеличения общей длины границ в  $k^2$  раз.

Рафинирование исходного молибдена при ЭЛПЕ происходит в основном в промежуточной емкости и частично при прогреве и плавлении шихты на припоре, а также в кристаллизаторе. Как показывают исследования, проведенные в работе [4], наиболее эффективно металл рафинируется в промежуточной емкости, причем при ЭЛПЕ возможна выдержка жидкого металла в течение необходимого времени для наиболее полного удаления примесей. Удаление кислорода (наиболее неблагоприятной примеси в молибдене) происходит за счет его перехода в газовую фазу как в виде оксида молибдена, так и монооксида углерода. Исследования газовой атмосферы над зоной плавки показывают преимущественный характер второго из указанных путей [5].

Таким образом, применение в кристаллизаторе периферийного электронно-лучевого нагрева при ЭЛПЕ незначительно уменьшает рафинирующую способность переплава за счет снижения перегрева металла в центральной части кристаллизатора. Вместе с тем данное уменьшение можно компенсировать увеличением продолжительности пребывания порции жидкого металла в промежуточной емкости в процессе порционной заливки. Добавление углерода в шихту положительно сказывается на удалении кислорода в процессе ЭЛПЕ.

Изучение процесса ЭЛПЕ слитков молибдена из первичной шихты (брикетов молибденового порошка) показало справедливость этих предположений.

Установлено, что при ЭЛПЕ молибдена из брикетированного порошка происходит существенное рафинирование от примесей (рис. 2). Характерное время пребывания расплава в промежуточной

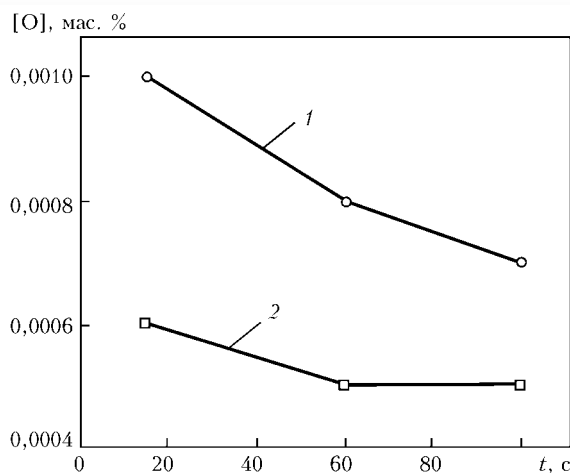


Рис. 3. Зависимость содержания кислорода в слитке молибдена от времени выдержки расплава в промежуточной емкости: 1 – ЭЛПЕ; 2 – ЭЛПЕ ПО

емкости (15 с) дает снижение содержания кислорода в 200 раз.

Повышение содержания углерода в шихте одновременно с применением периферийного обогрева металла в кристаллизаторе (ЭЛПЕ ПО) позволяет несколько уменьшить содержание кислорода в слитках по сравнению с традиционным ЭЛПЕ (рис. 3).

Это свидетельствует о том, что очищающее влияние дополнительного углерода оказывается сильнее, чем снижение интенсивности рафинирования молибдена в кристаллизаторе.

С целью проверки влияния примесей и конфигурации электронно-лучевого нагрева поверхности слитка в кристаллизаторе были проведены экспериментальные плавки слитков молибдена в электронно-лучевой печи МВ-1 с промежуточной емкостью в кристаллизаторе диаметром 70 мм как с применением периферийного обогрева поверхности слитка в кристаллизаторе, так и по классической схеме ЭЛПЕ. В исходный молибден в процессе формирования шихты добавляли 1 % карбида циркония ZrC. Содержание усвоенного циркония, как показали данные спектрального анализа, составило  $(0,28 \pm 0,02)$  %. Таким образом, степень перехода ZrC в отливку достигла 30 % предварительной шихтовки.

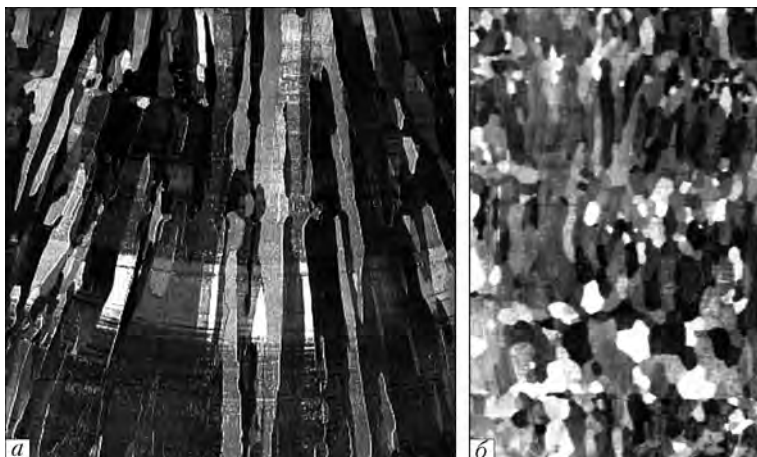


Рис. 4. Макроструктура слитка молибдена ЭЛПЕ диаметром 70 мм, модифицированного ZrC при ЭЛПЕ (а) и ЭЛПЕ ПО (б)

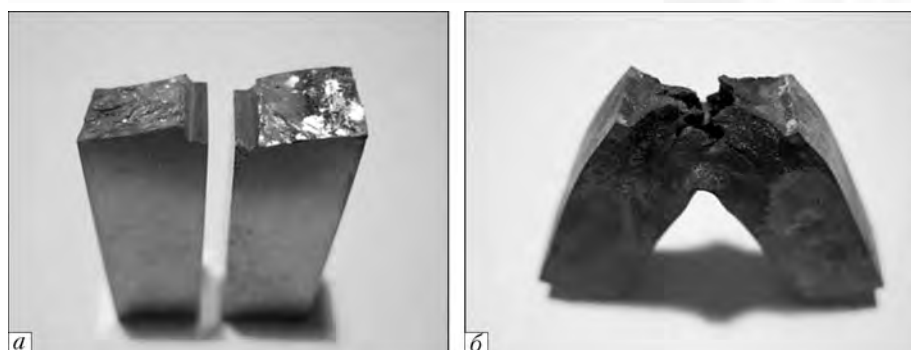


Рис. 5. Образцы после испытаний на ударную вязкость при значениях температуры 200 (а) и 730 °С (б)

интервале — 600... 950 МПа, около 10 % образцов разрушились при изготовлении. Особо показательные результаты получены при измерении ударной вязкости образцов литого металла (рис. 5, 6).

При температуре испытаний выше 400 °С излом образцов переходил из хрупкого в вязкое состояние. Металл образцов слитка ЭЛПЕ ПО показал значительно большие значения ударной вязкости ( $KCU$  200... 250 Дж/см<sup>2</sup>), которые приближаются к показателям, характерным для деформированного молибдена.

Таким образом, модифицирование структуры молибдена карбидами циркония одновременно с периферийным нагревом слитка в кристаллизаторе при ЭЛПЕ позволяет снизить содержание кислорода, измельчить столбчатую структуру слитков, создать градиент структур в поверхностной зоне слитка, облегчающий варианты последующих термомеханических обработок слитка.

Отмеченное повышение ударной вязкости позволяет улучшить деформируемость слитков при относительно низких значениях температуры (700... 800 °С).

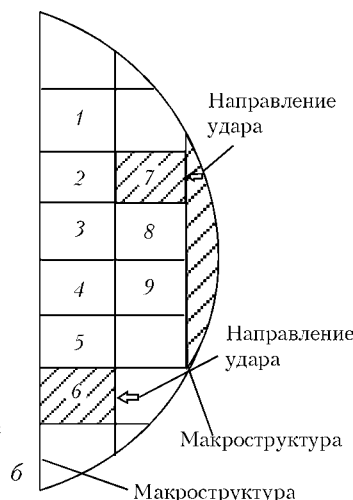
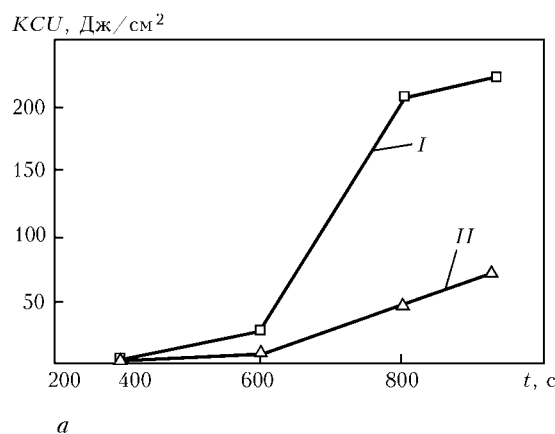


Рис. 6. Зависимость ударной вязкости литого молибдена от температуры испытаний (а), схемы порезки образцов (б) и их испытания ближе к центру (1-6) и краю слитка (7-9): I — ЭЛПЕ ПО; II — ЭЛПЕ

Макроструктура продольного сечения слитка представлена на рис. 4. Слиток состоит из вытянутых вдоль оси зерен поперечным сечением 1... 4 мм, что на порядок меньше, чем в слитках молибдена ЭЛП (11... 16 мм) [6]. Существенное уменьшение размеров кристаллитов объясняется модифицирующим действием карбидов циркония в совокупности с увеличением скорости кристаллизации слитка благодаря применению периферийного обогрева при ЭЛПЕ. Применение технологии ЭЛПЕ ПО позволяет дополнительно уменьшить размер кристаллитов, при этом столбчатые кристаллы дробятся по длине на несколько почти равноосных.

Макрошлифы слитков однородные, без трещин, материал хорошо поддавался шлифовке. Растрескивания на отдельные кристаллиты, как это обычно бывает в слитках чистого молибдена электронно-лучевой плавки с крупными зернами, не происходило. Средняя микротвердость образца металла слитка при нагрузке 100 г составила 2160 МПа.

Исследованы механические свойства металла выплавленных слитков. Временное сопротивление металла образцов изменялось в достаточно широком

1. Жук Г. В. Влияние мощности электронно-лучевого нагрева на структуру и свойства титановых слитков // *Металлург. и горноруд. пром-сть.* — 2003. — № 3. — С. 36-38.
2. Флеммингс М. Процессы затвердевания в вакууме. — М.: Мир, 1977. — 423 с.
3. Зеликман А. Н. Молибден. — М.: Металлургия, 1970. — 440 с.
4. *Электронно-лучевая плавка* / Б. Е. Патон, Н. П. Тригуб, Д. А. Козлитин и др. — Киев: Наук. думка, 1997. — 265 с.
5. Патон Б. Е., Тригуб Н. П., Ахонин С. В. Электронно-лучевая плавка тугоплавких и высокорекрационных металлов. — Киев: Наук. думка, 2008. — 306 с.
6. Мовчан Б. А., Статкевич В. Н. Повышение пластичности литых и рекристаллизованных сплавов молибдена при выделении высокотемпературной второй фазы // *Изв. АН СССР. Металлы.* — 1969. — № 2. — С. 129-136.

ГП НТЦ «Патон-Армения», Киев  
НТУУ «Киевский политехнический институт»  
Поступила 03.04.2012