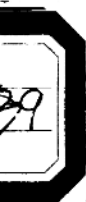


〈冶金译丛〉

新型冶金设备

冶金译丛編译委员会編

上海市科学技术編译館



15.11.7
96

冶金译丛
新型冶金设备
冶金译丛编译委员会

上海市科学技术翻译馆出版
(上海南昌路59号)

新华书店上海发行所发行 各地新华书店经售
中华书局上海印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张 9 字数 282,000
1964年12月第1版 1964年12月第1次印刷
印数 1—4,500

编号: 62·246
定价: 1.10 元



15.11.7 35225 3

15.11.7	15.11.7
義書印	96
圖書館	

前言

随着原子能、半导体、超速运输和宇宙航行等新技术的发展,对金属和合金的电、磁和高温强度等性能提出了愈来愈高的要求。在这些金属和合金中,只要含有浓度极低的杂质就会严重地影响它们的性能。例如,在钛、锆及钨中,只要含有极微量的氧或氮等气体,就会引起脆性。钨的脆性是众所周知的,但用电子束浮区熔化法制备的超纯钨单晶(纯度99.9975%)则在 -330°F 时仍具有优良的延展性。

近代尖端新技术所必需的各种稀有金属和合金材料,大多必须采用新的工艺进行提纯熔炼或浇铸,因此新型冶炼设备也就得到了相应的发展。如某些镍基合金的真空感应熔炼量及各种高熔点金属和活泼金属材料的真空自耗电弧熔炼量,近几年来都已发展到超过以吨计算的工业生产规模。

为了适应我国对高纯金属及精密合金的研究和生产发展需要,在这里收集了一些适于实验室和小量生产用的小型冶炼新设备的有关文献。这些冶炼设备都具有一定的特色,它们的应用和规模目前尚在发展之中。本辑出版的目的是希望读者能对新型冶炼设备的发展动向有一概括的了解。

本辑主要内容为:

- (1) 综合报道 介绍各种特殊熔炼方法和设备。
- (2) 感应熔炼设备 介绍水冷坩埚熔炼和飘浮熔化技术以及温度超过 3000°C 的感应炉等。
- (3) 电弧熔炼设备 介绍具有离心浇铸的凝壳炉和高熔点金属浇铸设备。
- (4) 电子束加热熔炼技术 介绍电子束加热技术在冶金过程中应用的专论,用电子束加热浮区熔化法制备高熔点金属单晶的设备,电子束加热硅单晶炉和电子束熔炉等。
- (5) 弧象炉 介绍弧象炉的全貌、设计和结构,以及在炉内控制单晶的技术。
- (6) 等离子加热技术 介绍等离子体在高温工程中及在高温涂层方面的一些应用。
- (7) 其他 收集一些电阻炉、烧结炉和有关真空冶炼设备设计方面的资料。

有关耐高温及稀有金属的新工艺装备的面是很广的,这里仅收集了一些有关特殊熔炼设备方面的资料,其他如热处理、焊接和涂膜等方面的设备的资料都未收入本辑。

本辑的编集工作由蒋新元、曹剑南、陈钧珊同志负责。

限于编译者的水平,缺点和不妥之处在所难免,欢迎读者提出宝贵意见和批评。

编者 1964年12月



0645845

新 型 冶 金 設 备

目 录

一、金属材料的特殊熔炼法	1
二、真空冶金设备的設計問題	12
三、几种作为高温真空炉部件的絕热体的效果	20
四、高温熔化法用的冷坩埚	27
五、冷炉床熔化的新方法	28
六、活泼金属的水冷坩埚感应熔炼	29
七、金属的飄浮熔化	33
八、飄浮状态下加热和熔炼金属的感应器	36
九、温度能超过 3000°C 的控制气氛感应炉	42
十、用取向良好的石墨做发热体炉温达到 3400°C 的感应炉	50
十一、实验室用高真空炉	57
十二、悬浮区域熔炼法	60
十三、无坩埚区域熔炼法的棒直径调节法	62
十四、凝壳炉和它的操作	64
十五、实验室中高温金属的浇鑄	68
十六、电子轰击加热在冶金方面的应用	71
十七、有关高能电子束应用的一些問題	78
十八、用于难熔金属和合金的电子轰击区域熔炼的设备	85
十九、通过电子束熔炼制取鉭单晶	87
二十、电子轰击浮区熔炼过程中灯絲設計的改进	89
二十一、电子轰击加热的硅单晶生长炉	90
二十二、用 60 瓩电子轰击炉进行鉭的熔炼試驗	94
二十三、1000 瓩級电子束熔炼和浇鑄炉	104
二十四、单晶生长用弧象炉	109
二十五、碳电极弧象炉的設計、結構和评价	112
二十六、利用弧象炉浮区成长单晶	118
二十七、等离子体在高温工程中的应用	123
二十八、等离子体喷涂的过程参数	127
二十九、高温燒結用的炉子	134
三十、装有金属片电阻发热元件的高温真空炉	140

一、金属材料的特殊熔炼法

金属材料の特殊熔解法

津谷和男

一、緒 論

最近,随着对金属材料性能要求的提高,已研究出多种新的熔炼方法并应用于各个方面,首先用于特殊金属的熔炼,在效果显著の場合也适宜于钢铁等一般材料的熔炼,其中真空电弧熔炼就是一个很好的例子。

本文仅就这些新的尚未投入大规模工业生产而作为研究之用的几种熔炼方法,加以论述。

二、真空电弧熔炼的晶粒细化

現今工厂实际应用着的真空自耗电弧熔炼,从技术角度来看虽然是个成功的方法,其实問題并没有全部弄清楚。經电弧熔炼的鑄錠具有方向性,有相当大的柱状結晶,这对鑄錠的加工性能有重要的影响。因此,对于加工性能不太好的金属采用电弧法熔炼,調正鑄錠的晶粒度是非常必要的。

电弧熔炼鑄錠的晶粒細化的方法有添加具有微細化作用的某种合金成分或者用磁場綫圈攪拌熔融金属,以及改变熔炼功率等几种方法^[1]。可是現在最引人注意的方法乃是超声波法,图1就是这种裝置的示意图^[2]。这个方法的关键在于能使超声波沒有衰减地傳給金属錠,如果換能器与鑄錠之間有界面存在,超声波就要衰减,故在图1的裝置中要設法將鑄錠和換能器接合成一个整体,換能器是借熔化初期的电弧电流將換能器与一个作为鑄模底盘的金属块焊接而成。为了防止鑄錠与該金属块之間漏气用○形密封圈隔開。

用图1所示的裝置熔炼时,仅在开始时用大的电弧电流將鑄錠与其底下的金属块焊接好,之后,就一直用正常电流熔炼。当熔化状态趋于正常后,再將频率为20千周、功率为400瓦的超声波加給換能器。当超声波的频率是鑄錠的共振频率时效果最好。因此在熔炼过程中随着鑄錠的尺寸不断增大,頻率必須經常进行相应的調整。

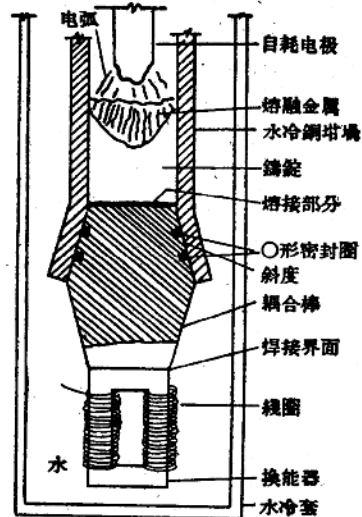


图1 加装有超声波晶粒細化裝置的自耗电弧炉

三、凝壳炉熔炼法

如上所述,真空电弧熔炼已經用于工业生产,象鋇、鎂和鋁等活泼金属錠都是用这种方法制取的。但真空电弧熔炼并非万能的方法,在某些特殊場合下有一定的缺点,譬如:1)真空电弧熔炼不能进行澆鑄;2)回收材料利用困难;3)制备均匀性的合金和具有正确組成的合金也較为困难。为解决这些問題,产生了凝壳炉熔炼法。这种方法是:把鋇和鎂等活泼金属就在它們自身金属凝結成的凝壳中进行电弧熔炼,并将壳中熔融金属液进行澆注。这种方法实质上被熔金属就是在这种被熔金属所形成的壳中进行熔化的,因此必須使壳在不熔化的范围内將尽可能大的溶池尽量做到热的平衡。这样,导热率差的金属也易于熔化了,象导热率只有鋁十分之一的鋇和鎂等金属,用这种方法熔炼就很适宜。

凝壳炉熔炼的对象,是一些不能在耐火材料坩堝中熔炼的活泼金属,故炉内要充以惰性气体或者抽成真空。将金属全部装入預先做好的凝壳内,要

用頂端附有鎢頭子的非自耗電極進行熔煉，但這種電極在真空中熔煉有困難，故爐子要充以氬氣。這是在真空中電弧所發生的熱量均勻地分配於陽極（熔融金屬）和陰極（即電極）之間，鎢電極有被熔化掉的可能，所以在真空中熔煉要用自耗電極。

熔融金屬的澆鑄有傾鑄和底鑄兩種方式，前者是傾側坩堝將金屬溶液澆入鑄模內，這種方式容易控制金屬液的量，但熔化效率較低；後者當金屬在坩堝中熔融後，強熱坩堝的底部使坩塞熔化後澆鑄，這種方式的優點是熔化效率高但對澆鑄金屬液的量的控制幾乎不大可能。

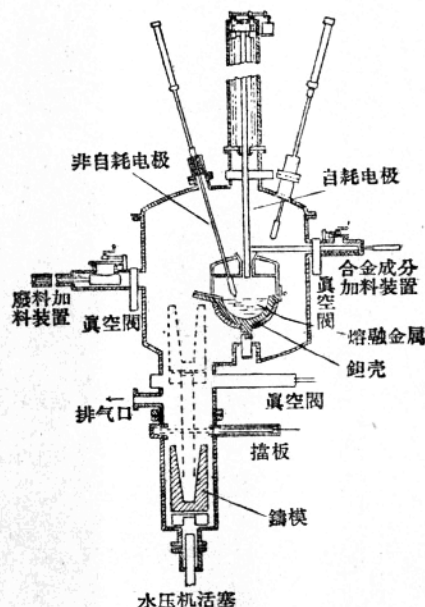


圖 2 凝壳爐

圖 2 是自耗與非自耗電極兩用的凝壳爐的說明圖示^[3]。這種爐子的特點是既能進行真空熔煉，又能鑄造含氬量少的鉬鑄件。保持爐殼的容器是用水冷卻鋼材或者襯以薄層耐火材料的不銹鋼筒體製成的。這個爐子有 4 根以上的非自耗電極，每根電極端部都有鎢頭子。澆鑄時將電極提升起來。自耗電極的製作，象電弧爐的一樣是將海綿狀物壓製成形後焊接而成的，此外也可以用這種爐子澆鑄，這樣做製造手續可以大大減省。澆鑄鉬的鑄模是用石墨做的。由於在加料口和鑄件取出口處裝有閘閥，所以能進行半連續的熔煉作業。

熔煉操作是按下述順序進行的：將用壓製成的或者澆鑄出來的自耗電極裝在爐內的電極升降軀頭

上。如用海綿物壓成的電極時由於爐內不必再加合金添加劑，故操作簡單。冷爐時，爐料和合金成分是直接裝在爐殼里的，對連續熔煉的熱爐子，爐料則可通過加料裝置和閘閥裝入爐內。裝完料以後先對爐體抽真空再充以惰性氣體，然後用非自耗電極在爐殼內進行熔化。金屬熔融後，重新再抽真空并用自耗電極進行真空熔煉，這個過程的目的是要除去里面所含的氬。之後，再通入惰性氣體，再用非自耗電極進行熔煉以保持溶池。此時用石墨取樣杯取樣分析，以調整金屬液的成分。熔煉完畢後，將非自耗電極向上提升，就可進行澆鑄了。

上述凝壳熔煉法主要適用於鉬和鎢的熔煉，最近一個時期也有用來熔煉鎢鉍類的高熔點金屬的^[4]。圖 3 就是用凝壳法製成的重 4 公斤的鉬鑄件的外形，熔煉時所用的自耗電極的直徑為 3 吋。最初電弧電流為 2000 安，逐漸增到 8000 安，維持 2 分半鐘後進行澆鑄，熔煉和澆鑄總共所需的時間為 6 分 40 秒。這種鉬鑄件的顯微照相如圖 4 所示，其晶粒要比用自耗電弧熔煉的小得多。且這個鉬環的含氧量为 46~75ppm，比相同原料用電弧熔煉的鉬鑄



圖 3 用凝壳熔煉所製成的鉬鑄件

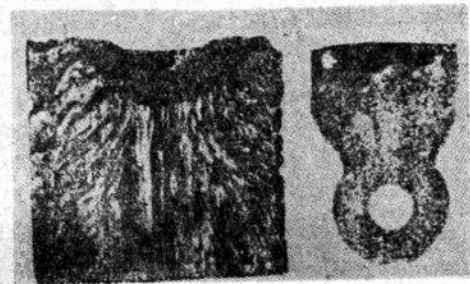


圖 4 鉬鑄件與用電弧熔煉的鑄件晶粒度的比較

件的含量多，内部有较多的气孔存在。鑄模是用石墨做的，石墨染污可借切削加工除去。

四、飄浮熔煉法

水冷銅坩堝的電弧熔煉是作為防止在熔煉中混入耐火材料雜質所產生的一種方法，目今則多用飄浮熔煉來解決這個問題^[5]。這種方法正如他的命名熔煉不用坩堝而飄浮在空中進行，能避免雜質的沾污。試料的飄浮作用是借熔煉綫圈電流與試料中的渦流之間所產生的電磁力來實現的。圖5就是這種裝置的結構圖示。熔煉綫圈如圖5(b)所示，呈漏斗

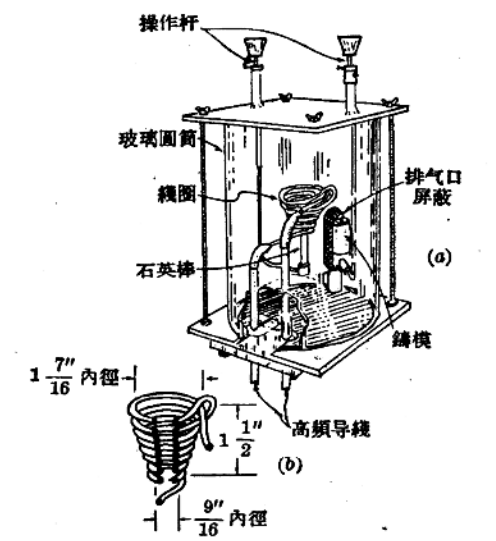


圖 5 飄浮熔煉裝置

狀，共繞8匝，其頂部1匝繞的方向與其餘7匝相反。裝置的左側有一根操作棒，棒端連着一根石英棒供試料從下面加入綫圈時使用。右側還有一根端部裝着鑄模的操作杆，在澆鑄時使用。我們採用的是—個450千周、10瓩的高頻發生器的加熱電源。將待熔煉材料的金屬粉末或碎屑做成直徑 $\frac{1}{8}$ 吋的小球，放在石英棒的頂端，小球的重量一般為4~28克。熔煉時應充以氬或氬，不得進行真空熔煉。熔煉時間一般在1分鐘以內。由於金屬熔融時溫度超過2000℃，因此會引起金屬蒸發而使合金成分發生變化。含鋁和鈉的合金，在熔煉中有時還會產生閃弧現象。在進行澆鑄時，可將電壓急劇地予以降低或者將電源切斷，因為當電壓劇烈地降低時會形成一個電磁漏斗，熔融金屬就通過這個漏斗注入鑄模。表1是一些用飄浮熔煉的金屬的舉例。

表 1 飄浮熔煉對各種金屬熔煉的情況

金屬名稱	重量(克)	熔煉情況及其他
Al	6	最初熔融金屬表面鑄着一層皮，溫度一上升就消失了
Ag	4.5	一般金屬熔融成梨狀而銀則呈人參狀
Au	4.5	在2秒鐘以內飄浮部分熔融后落下
Si		純度為97%的材料(對於純硅如不用其他方法預熱則不能熔融)
Cu, Fe, Ni, Co, Ti, Zr		
Cr		除能在氬氣中熔煉外亦能在氬氣中熔煉。在氬氣中熔煉的鑄呈多孔性
Mo, Nb	13.5	
C Zr的碳化物 Zr的氮化物		雖不熔融但能飄浮起來。Zr的氮化物在氬氣、氬氣中，當溫度為2060℃時，10分鐘就燒結
Al, Co, Cr, Fe, Mo, Ni等的合金		用純Ni粉末製備Ni合金時，能達到配合值0.5%以內的組成的合金。如用純度差的粉末則表面生成渣子含Al量將減少
304不銹鋼 Sn-Ti, Mo-Ti In-Mg	20	
含La, Ba, Sr 5%以下的Zr合金		Ba-Zr合金熔煉時有白煙發生，如無白煙發生則說明Ba已經沒有了。
Cr-Mo合金 11% Zr-Nb, 11%與25%Cr-Nb合金		11% Cr-Nb合金30秒鐘內熔了11克，其重量減少在0.1克以下
Mo-Mn合金		由於產生電弧試驗失敗
W	43	能使固體W飄浮起來，但因產生電弧致使試驗失敗
Ta	10	飄浮不起來

在實驗室里飄浮熔煉與熔煉鈕扣狀試料的非自耗電弧爐有同樣的用途。兩者相比，則後者的熔煉量大但有如下一些缺點，即：不能進行反面熔煉，不易製成均勻的合金以及會從非自耗電極混入雜質等等，而這些缺點如用飄浮熔煉却都可獲得解決。對用來作為硬度測定、時效硬化測定、腐蝕試驗以及測定平衡狀態圖等材料的鑄造，以及用作X射綫衍射與導磁率測定的試料的制作，都可用飄浮熔煉來進行。

五、电子轰击区域熔炼

对金属和半导体进行区域提纯时，象锗之类熔点较低的材料是把试样放在能作水平方向移动的舟状坩埚里进行区域熔炼的。但对硅等熔点高的材料则采用所谓立式浮区熔炼。这个方法一般用感应加热，但最近大多已被电子轰击法所替代^[6]。图6所示的就是用钨丝发射电子进行区域熔炼的装置。熔区的宽度可借聚焦用的聚焦板来调节。用这个方法进行区域熔炼可达到的试样直径，对硅约为10毫米，对钨为5毫米。

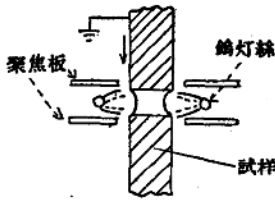


图6 电子轰击区域熔炼装置说明

电子轰击用的高压电源的直流高压一般为几千伏(0.5~2.5千伏)，功率则在1瓩左右。用作阴极的钨丝直径为0.5毫米，聚焦板间的距离约为6毫米。抽气系统一般用4吋左右的油扩散泵，为了防止扩散泵分解出来的碳的沾污还装有液氮冷阱装置。作为特例，也有用水银扩散泵的，也有用钛泵的，不论采用那一种泵运行真空度一定要达到 10^{-5} 毫米汞柱以上。

用电子轰击进行区域熔炼，阴极钨丝与作为阳极的试样距离很接近，很容易引起放电。为此有必要配置象图7所示电气保护装置^[7]。

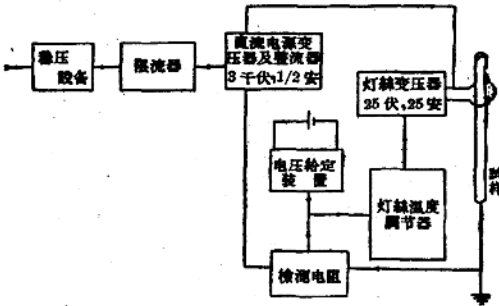


图7 电子轰击区域熔炼设备电气线路结构图

在图7中，直流电源是由变压器和2个整流管供电的。变压器输入的限制由电压和电流控制器来实现。试样接地，钨丝阴极接负高压，故由钨丝发射出来的电子被高压电场加速向试样轰击从而将试样加热。由于电子束回路中的电流流过一个电阻时，使其所产生的电压降保持一定，所以电流也就能保

持不变。这种自动控制的原理是基于：将上面讲到的电压降与一给定电压相比较，将其差值放大后输入调节灯丝变压器电压的拖动电动机，以改变钨灯丝的温度来调节电子束电流的大小。除象上面的电流自动控制外，防止试样被钨蒸气所沾污亦属必要，为此可将电极装配得使钨灯丝与熔区屏蔽起来即采用电子束偏转的方法来进行区域熔炼。图8就是改装后的例子^[8]。

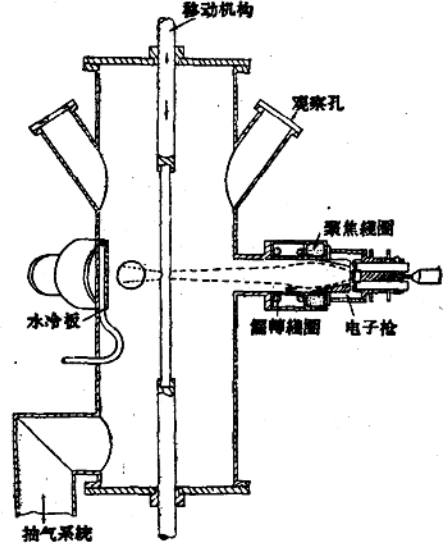


图8 装有3支电子枪的区域熔炼装置

这个装置已经将一向所用的区域熔炼装置的缺点改进了。这些缺点是：(1)一般装置有放电的可能，加速电压不能用得过高，因此要增大熔炼功率就非增大电子束电流不可，而增大电流又不利于电子聚焦，使形成狭的熔区发生困难，结果仍然达不到增加输入功率的目的。这就使熔炼容量受到了限制。(2)由于难以缩小熔区宽度，不但提纯效率低而且还会将试样熔断的可能。(3)由于试样蒸发，钨灯丝的寿命缩短。(4)由于离子的冲击，钨灯丝会受到损伤。

为了解决以上几个问题，采用了如图8的装置，在炉子周围水平位置装着三支电子枪，水平地发出电子束向试样熔区瞄准，每支电子枪都有偏转线圈，以便调整电子束使能正确地打在适当的位置上。另外在熔体内侧正对着电子枪的位置装有水冷却板，以防电子束没有打中目标时损伤炉体。采用这样的方法，有下面几个优点：(1)加速电压能够增高，电子束可以尽量调得细以便得到很窄的熔区，加之加速电压提高以后，熔区熔融深度就能加深，就有可能进行大直径试样的区域熔炼；(2)试样与电子枪相距很

远, 試样的蒸发就不成問題。不仅阳极与阴极間的放电可以减少, 而且鎢灯絲受試样蒸发的沾污也隨之而消除; (3) 設有聚焦透鏡和偏轉綫圈, 調整位置极为方便; (4) 由于电子束偏轉, 阴极不会受到离子冲击而損伤。

电子轰击区域熔炼实验最常用的金属材料是鎢, 其实际操作要点如下: 对鎢來說, 先用不致將試样熔化的速度进行脫气, 脫气完了一般即可正式熔炼。区域熔炼时的功率約 600 瓦, 速度在 2.5 毫米/分左右。图 9 是区域熔炼时, 鎢試样的溫度分布与电极裝置的对应关系曲线^[9]。輸入功率如过大則熔区寬度就会增大將使熔区不稳定以致有可能將試样熔断。稳定熔炼时的熔区形状如图 10 所示。熔区的寬度可以增大到 7 毫米, 但最佳的距离則如图示为 3 毫米。

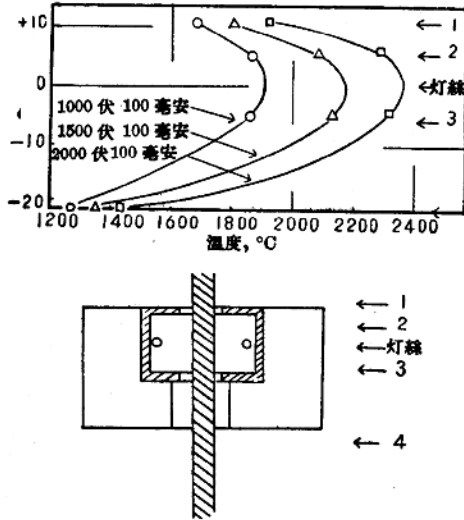


图 9 区域熔炼时試样的溫度分布

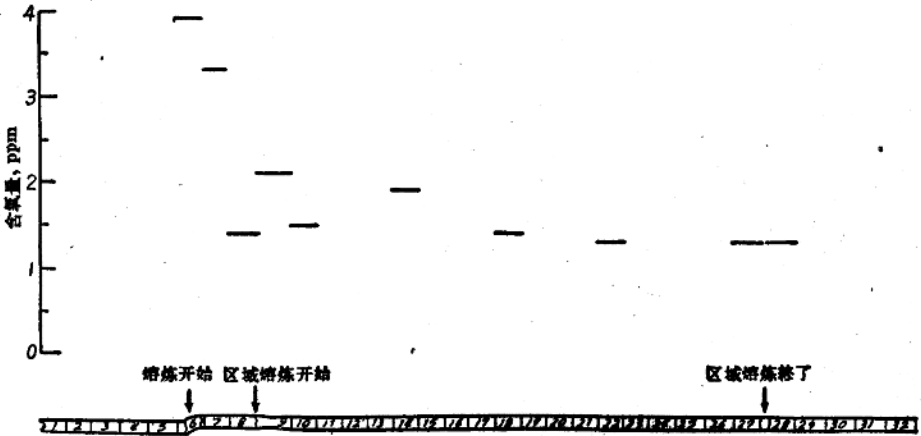


图 11 經区域熔炼后的鎢試样中的含氧量

厘米 *

* 图 9 纵座标估計单位是毫米, 图 11 的横座标估計单位是厘米——譯者注。

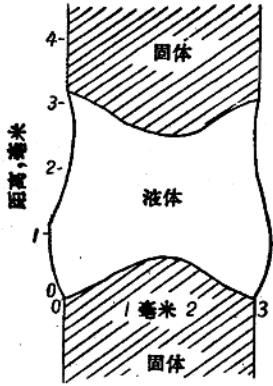


图 10 区域熔炼时熔区的形状

表 2 用电子轰击进行区域熔炼金属鎢杂质含量的变化

元 素	熔 炼 前	熔 炼 后
Ca	0.001	未檢出
K	0.004	未檢出
Na	0.002	未檢出
Fe	0.001	未檢出
Mo	0.004	0.0001
Si	0.002	未檢出
C	0.007±0.002	0.002±0.001
O	0.0003±0.0005	0.0001
N	0.00003±0.00001	未檢出
H	0.00001±0.00003	未分析

鎢經过区域熔炼后能够得到单晶, 但其中的杂质含量究竟減了多少, 我們作了研究并获得如下的結果^[7]。如表 2 所示, 熔炼后的杂质含量比熔炼前有相当的减少。經过区域熔炼后杂质含量的变化, 特別对氧作了考查获得如图 11 所示的結果。(选择氧

来分析的原因主要因为氧对鎢的机械性能有严重的影响)。图 11 是区域熔炼后的鎢棒各个位置含氧量分析的結果，經区域熔炼的部分含氧量为 1.3~1.5 ppm。其硬度則为 290~350 DPH，在长度方向的硬度分布則如图 12 所示。如果說杂质的除去是由于分凝的結果，那末硬度应该会逐渐增大而最終达到某一极大值，但在这曲线上却并没有看到这种趋势。因此杂质除去的原因，可以設想主要是由于选择蒸发的作用所致。

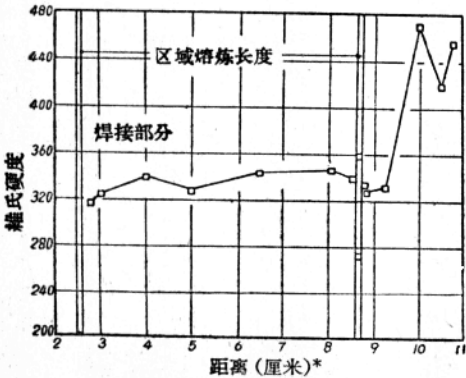


图 12 經区域熔炼后的鎢試样的硬度分布

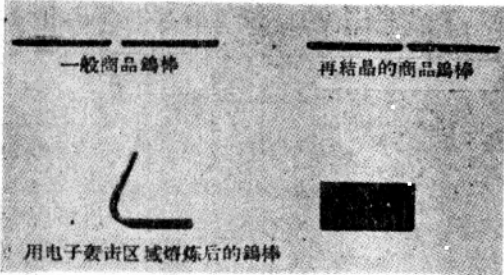


图 13 經区域熔炼后的鎢在常温时的弯曲試驗

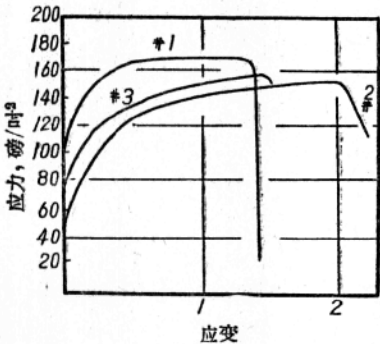


图 14 經区域熔炼后的鎢的应力-应变曲綫

为了研究杂质去除后的鎢的韌性是否有所改善，作了常温时的弯曲試驗^[7]，其結果如图 13 所示。

* 图 12 横座标估計距离单位为厘米——譯者注。

正如图示，用市場买来的鎢棒和經過再結晶的鎢来做試驗，都因太脆几乎完全不能弯曲。如果用区域熔炼过的材料来試，則当弯到 110° 时还没有破裂。經区域熔炼的鎢的应力-应变曲綫如图 14 所示，1 号試样其方向接近 111 或者 110，断面收縮率为 100%。对 100 方向的 2 号、3 号試料，其断面收縮率小，在 (100) 面的地方裂开而破坏。其延伸率为 15~25%。

表 3 区域熔炼比例极限的变化

区域熔炼次数	比 例 极 限	
	始端(磅/吋²)	終端(磅/吋²)
1	38000	40000
2	34000	37000
3	30000	32000
4	17000	

如上所述的鎢的机械性质(特别是韌性)改善的机理，設想有以下三个方面^[10]：(1)大傾角晶界的除去；(2)因蒸发除去揮发性物质；(3)由于区域提純使杂质分凝。可是用应力退火的办法制备的鎢单晶，其延伸率也只有 2% 左右，因此认为第(1)点并不太重要。又如表 3 所示，試料終端的比例极限随区域熔炼次数的增加而减少，根据这一点可知杂质的除去，并非单单由于第(3)点亦即杂质分凝所致。因此认为杂质的除去起主要作用的是杂质的蒸发，关于这个說法自然还有进一步探討的余地。

六、电子束熔炼法

用电子轰击作为热源除上面讲到的区域熔炼之外，还有电子束熔炼法。这种方法簡言之，就是用电子轰击来替代作为真空电弧熔炼的热源电弧。与自耗电弧熔炼相比，成品质量究属有那些差异，确是一个非常有趣的问题，搞清了这一点，那末电子束熔炼今后在金属冶炼方面的应用能达到何种規模，就可加以推測了。可是由于目前做过的比較試驗还不多，因此与电弧熔炼相比孰优孰劣尚难定論。这里只限于在理論上列举电子束熔炼的优点如下：

研究电子束熔炼的效果，首要問題在于电子轰击究竟能产生什么样的效果。这种效果如果存在，則可以作为电子束熔炼的最大特征来考虑。遺憾的是对这种特殊效果的期望，似乎尚未能落实。文献指

出当加速电压为 20 千伏时, 电子的渗透深度^[11] 鎢为 0.44 微米, 铝为 3.1 微米都非常小, 且电子的压力也极小。因此电子束到底起什么作用, 想来不过是个热源而已。

电子束熔炼第二个特征是当熔炼时所需的真空度要比其他方法高。电弧熔炼的真空度通常在 10^{-3} 毫米汞柱左右, 电子束熔炼的真空度必须在 1×10^{-4} 毫米汞柱以上才能进行熔炼(如真空度低于 1×10^{-4} 毫米汞柱, 则电子束在途中与气体分子相互碰撞而失去能量, 而且还会放电, 因此要保证熔炼稳定, 真空度必须在 10^{-5} 毫米汞柱的数量级)。所以设想杂质除去的效果要比电弧熔炼显著。

第三个特征是熔炼速度调节容易。自耗电弧炉熔炼时, 鎢锭由电极熔化下滴形成, 如熔化速度放慢则熔化功率也必须随着减小, 这样将造成熔化不透。熔化速度放慢, 又将使彻底脱气困难。电子束熔炼的熔化速度与熔化功率是能单独进行调节的, 因此即使熔化速度极度减慢, 但坩埚里熔融金属的温度还能保持比熔点高的过热温度。这个特征与熔炼在高真空中进行的另一特征, 想来都能促使气体杂质的除去。

第四个特征是以电子束为热源, 可对任何位置进行加热。而电弧熔炼的热量是由电极与熔融金属间的电弧产生的。由于真空度等的变化, 会产生所谓边弧, 有时会烧穿铜铸模。解决这个问题, 固然可以增大电极与铸模间的间隙以增大鎢锭周围部分熔融金属的流动性, 但这样做鎢锭表面外观就比较差。电子束熔炼时电子束覆盖在整个熔融金属液表面上, 而且能不接触铸模进行调节, 故熔炼稳定。

由于电子束熔炼具有上述几方面的优点, 正逐渐被用于工业生产。可是在目前, 其应用范围大致与电弧炉相同, 但使用规模要比电弧炉小得多。

1. 电子束熔炼炉的种类

迄今为止已经发表的实验室用和工业生产上用的电子束熔炼炉的种类已经很多了。这里仅就各个炉子发表先后顺序来论述, 从而找出其演变改进的过程。虽然电子束熔炼炉的型式象下面所讲的有种种型式, 但做得还没有象电弧炉那样完善, 故还没有能定型。

图 15 是美国国营原子能公司实验室用的电子束熔炼炉^[12], 能够铸出 $3 \times \frac{1}{2} \times \frac{1}{2}$ 吋的小锭。这个炉子的特点是, 初次使用原来用于电弧炉的水冷铜坩埚, 防止了熔融金属与容器的反应。炉子的真空度

保持在 10^{-4} 毫米汞柱以上并能稳定地进行熔炼。抽气系统用一只 9 吋的油扩散泵, 炉体直接置于泵口之上方。阴极的灯丝是用直径为 0.022 吋、长 6 吋的鎢丝绕成盘香形状。试料放在水冷船形

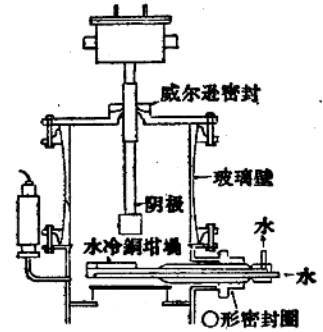


图 15 英国国营原子能公司制造电子束熔炼炉

铜坩埚里, 坩埚与鎢丝之间加 0~9.5 千伏的高压直流电压。试料与阴极之间流过的电子束电流最大值为 750 毫安。

这台炉子有三个根本上的缺点: (1) 由于被熔材料本身作为阳极, 所以对导电率差的材料不易进行熔炼, 且熔炼室处于电场之中, 易发生放电招致电子枪损坏; (2) 电子枪装在炉体内, 从金属熔液析出的蒸气和气体很容易沾污电子枪; (3) 采用试样预先装入水冷铸模, 然后进行熔炼的操作方法, 故经过一次熔炼的鎢锭, 必须翻过来再熔炼一次。

由于上述这些缺点存在, 这种炉子不适用于工业生产, 因此研究出了如下所述多种解决方法。电子束熔炼炉首先试用于工业生产上的是美国加州太门斯卡尔 (Temescal) 公司, 在 1958 年发表了具有独特型式的电子束熔炉^[13]。这台炉子在原理方面与图 15 的炉子没有什么差别, 因此也具有相同的缺点, (1) 被熔材料本身作为阳极, 熔炼室处于电场之中; (2) 电子枪与棒料距离非常接近; (3) 因而在熔炼过程中一放出气体, 就要起弧放电, 熔炼不能稳定。为克服这些问题作了二方面的考虑。 (1) 选用适宜的真空泵其容量应为: 当进行快速熔化时, 真空度能保持在 1×10^{-4} 毫米汞柱以上; (2) 如果真空度下降发生放电, 则由电流限制装置限制电子束电流的增大。虽然如此, 熔炼时气体并不均匀地析出, 由于在某一瞬间放出大量气体而配备过大容量的真空泵是不经济的。太门斯卡尔的炉子象图 16 所示, 加装了限流装置限制高压直流输入电流和阴极发射。

另一问题是金属蒸气的凝聚。这个问题是所有电子枪与被熔金属接近的炉子所共有的问题。如果金属蒸气吸附于电子枪的屏蔽罩上面, 电子枪的特性就要改变, 如吸附在灯丝上, 阴极发射特性也有改变的危險。因此这种炉子要求能在不破坏真空度的

条件下更换电子枪。太門斯卡尔的炉子設置的电子枪交换口如图 16, 能在 15 分钟內把电子枪换好 (电子枪的寿命据说可达到几个小时)。

上述太門斯卡尔炉子, 在原理方面并没有新异之点, 但从冶炼角度来看由于它具有便于脱气提純的结构所以有它一定的长处。

其构造示于图 16(a) 中, 料是从真空室上面的插入口送进去的, 借装在上部的电子枪熔化而滴入水冷铜坩埚內。紧靠坩埚的上方还另外装一支电子枪, 用来轰击坩埚內的熔融金属以延长其处于熔融状态的时间。鑄模的浅底是活絡的, 凝固了的鑄錠由拉出装置从它的下面拉出来。

这个炉子与前面讲过的实验炉子不同, 被熔金属在熔融状态下于真空中下滴, 与真空接触的机会多, 因此具有良好的脱气的效果。此外, 这种炉子用經一次熔炼过的鑄錠很容易再熔炼 (但是如果一定要将被熔炼材料压塑成型的话, 則增加一次工艺因而增添了麻煩)。太門斯卡尔电子枪的电压和电流能在 4000~12000 伏和 0~15 安的范围內調整。現在把具有代表性的这类炉子的技术数据列于表 4。

表 4 太門斯卡尔公司电子轰击炉的技术数据

电 源	30 瓩×2	225 瓩
熔炼能力	能鑄造 3 吋直徑的鑄錠	能鑄造 3~6 吋直徑的鈮、鉍和鉍錠
扩散泵	20 吋, 6500 升/秒	32 吋×2, 84000 升/秒
增压泵	180 升/秒	
旋轉泵	105 立方呎/分, 5 馬力	

如用这种炉子提純金属, 其耗电量: 鈮为 6~8 度/磅, 鉍为 3~4 度/磅, 如将燒結提純鈮的单耗 500 度/磅来比, 則用电子束熔炼所化电费是极少的。

太門斯卡尔炉的缺点, 前面已經讲过: 电子枪装在熔炼室中而熔炼在电场中进行。为解决这个问题,

N. R. C. 的 Candidus 等試行設計不用被熔金属做阳极, 而把阴极和阳极所組成的电子枪装在别的室里与熔炼室分隔开来。图 17 就是这个炉子的构造, 部件装置得象电子显微镜一样。这个炉子的电子枪室和熔炼室用一通过电子束的膜孔分隔开来, 这样, 熔炼时即使金属析出气体使熔炼室里的压强上升而电子枪室里的真空度不致过分下降, 就能防止放电现象。如图所示电子束用线圈聚焦, 所以这个孔可以做得很小, 因而电子枪室只要另外用一套小型真空泵把真空度抽到 10^{-5} 毫米汞柱就十分足够了。

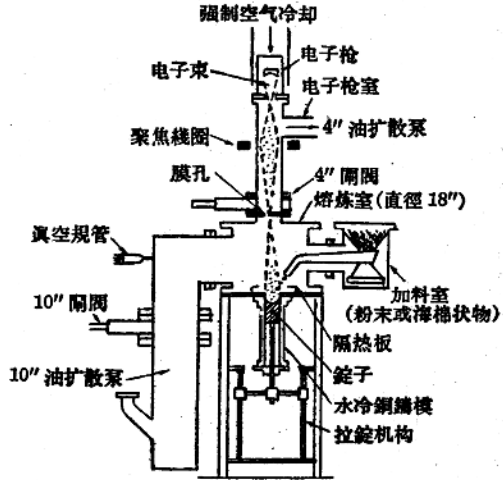


图 17 N. R. C. 的电子束熔炼炉

采用了这种方式, 就能减少放电现象和防止熔化金属蒸气使阴极沾污。这样, 不但真空泵可以选得小些而且限流装置回路也可以节省掉。此外, 由于熔炼金属本身不再是阳极, 故象氧化物之类的不导电的材料也可以用它来熔炼了。

图 17 的炉子的主要规格: 电子枪是 Peirce 型, 阴极用鈮制成, 加速电压为 20 千伏, 电子束电流 3 安, 能熔鑄鉍錠的直徑为 71 毫米, 长为 400 毫米。熔炼室的抽气系统, 用 10 吋扩散泵和 100 呎³/分的旋轉机械泵; 电子枪室用 4 吋扩散泵和 6 呎³/分的旋轉机械泵。

这个炉子就原理而論, 是相当新穎的, 設想今后一定有发展前途, 但站在使用者的立場上来看, 还存在下列几点疑問: (1) 这种炉子的最大熔炼能力能达到多少; (2) 象太門斯卡尔炉一样炉料不需要压成棒料, 可直接用粉末状或顆粒状料, 固甚方便, 但与太門斯卡尔型式的炉子相比, 提純效果有何不同; (3) 經過一次熔炼了的金属錠, 不能重行熔炼似乎不太方便。

图 18 是作者們設計并由日本真空技术有限公司試制成功的日本第一台电子束熔炼炉的外形^[15]。这台炉子除下面几方面外,其余基本上是与 N.R.C. 的炉子相同的。(1)坩埚是船形水冷坩埚,在做少量試样实验熔炼时不必拉錠,而用电子束进行水平区域熔炼。(2)主真空泵用钛吸收泵试图提高其真空度。主要特性和规格为:加速电压 10 千伏,电子束电流 0.75 安。船形水冷铜坩埚的尺寸为 15

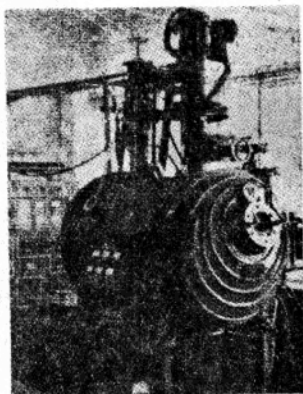


图 18 日本金属材料技术研究所的电子束熔炼炉的外形图

×15×200毫米,坩埚移动速度 0~100 毫米/分。主抽气系統包括钛泵,10 吋扩散泵,4 吋增压泵,700 升肯尼 (Kinney) 旋轉泵。电子枪室抽气系統用 4 吋扩散泵,60 升肯尼旋轉泵。

折衷了太門斯卡尔型和 N. R. C. 型的炉子,另一种型的电子束熔炼炉被海拉斯 (Heraeus) 公司制成了。图 19 就是它的示意图。被熔金属制成消耗电极型式装入炉体内,电子枪则装在另外室里与炉体分开。电子束同时具有使自耗电电极熔融下滴和保持金属熔池温度双重作用。因此,这种炉子有与太門斯卡尔炉相同的提純效果,电子枪也不会遭到沾污,也沒有放电的危險(海拉斯炉子的电子枪的寿命据說在 50 小时以上)。而且它的构造与真空电弧炉一样,所以如果通以直流电源則又能进行自耗电弧炉的熔炼工作。这个特征也可能是电子束熔炼炉普

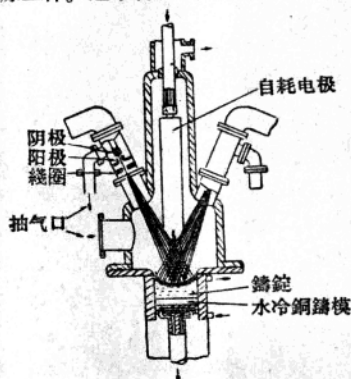


图 19 海拉斯公司的电子束熔炼炉示意图

遍用于生产设备的一个作用因素。

图 20 是英国 A. E. I. 公司所制成的 100 瓩的炉子^[8],它有 3~4 支电子枪。其特点:(1)有偏轉綫圈,电子束位置易于調整;(2)阳极的孔做得細而长用水冷却,借助于这个管状部分,防止了多量气体和金属蒸汽侵入于电子枪室里;(3)炉内还装有几块冷凝板,以捕集金属蒸汽并将它回收。此外这台炉子的三支电子枪用的是三相交流高压,借炉子自身整流作用,以試驗省却整流设备的可能性。

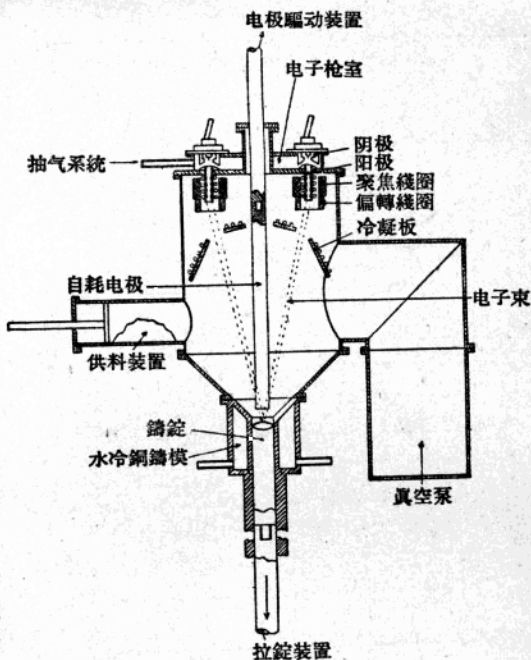


图 20 英国 A. E. I. 公司的 100 瓩的电子束熔炼炉

如上所述电子束熔炼炉虽然已經有了多种多样的型式,但今后进一步发展用作工业生产設備,其結構想必还有进一步的改变。

2. 电子束熔炼技术

有关电子束熔炼的技术报告还不很多,作者結合自己的主見简单地綜述如下:

首先,关于用这种方法能熔炼和提純那些金属已有太門斯卡尔公司的 Smith 等作了报导^[13]。总結起来是:凡自己不易蒸发而其氧化物很容易蒸发的金属材料,最适宜用这个方法熔炼。因此如表 5 所示,取金属氧化物与金属蒸汽压的比,认为比值小于 1 的則不可能脫氧,大于 1 的則可能脫氧。而表中的数据,据报导与实验的結果极为一致。

表 5 各种金属及其氧化物蒸汽压之比

设想有可能脱氧的材料	设想不可能脱氧的材料
MoO/Mo = $10^{1/2}$	TiO/Ti = 1
CbO/Cb = 10	VO/V = 10^{-2}
BO/B = 10^2	BeO/Be = 10^{-3}
WO/W = 10^2	CrO/Cr = 10^{-4}
ZrO/Zr = 10^2	MnO/Mn = 10^{-5}
ThO/Th = 10^3	FeO/Fe = 10^{-6}
HfO/Hf = 10^4	NiO/Ni = 10^{-7}
TaO/Ta = 10^4	
YO/Y = 10^3	

其次对熔炼某种金属需要多大功率的炉子可按图 21 推算。从图中可以看出，如功率不变，则能熔铸的直径将随该金属熔点的增高而减小。

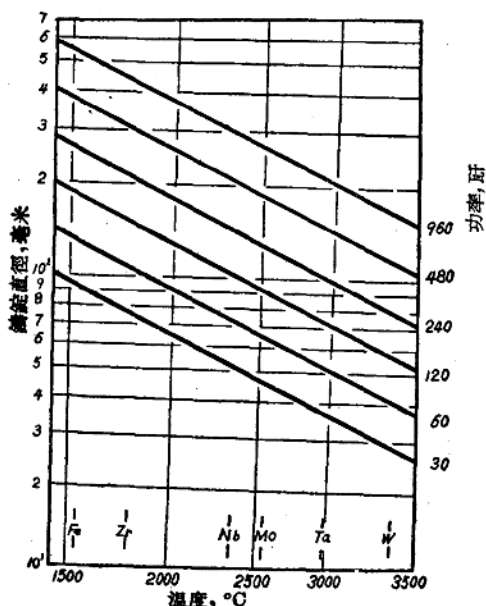


图 21 电子束熔炼电功率与铸锭直径之关系

下面是我们在 7.5 瓩的小炉子上进行熔炼试验时所观察到的一些事实^[15]（由于我们采用了图 17 中的炉子做试验，所以也是这个炉子的特殊情况）。（1）电子枪发射的电子束电流其中 80~90% 进入试料，效率很高；（2）简直没有发生过由于放电造成的事故；（3）熔炼时真空度能确保在 10^{-6} 毫米汞柱左右；（4）熔炼时电子束电流随电子枪室里的真空度的变化而相应变化，真空度下降电流就减小；（5）电子枪使用了 6 个月之久也没有因故障更换下来；（6）熔炼的难熔被熔金属的形状而异，海绵状粉末和经过预烧结的粉末极易熔化，由于微小粉状物遇到电

子束要飞溅开来，故熔炼不能进行；（7）象钼等在熔点温度时蒸汽压极高的金属，熔炼时蒸发得非常厉害，严重的情况下可能有 50% 的试料被蒸发掉；（8）与电弧炉相比，观测孔玻璃非常容易模糊，用光学高温计测温有困难。

3. 电子束熔炼的效果

对电子束熔炼的效果，我们对铌进行了极仔细的研究。表 6 示出用电子束熔炼的铌的硬度及其含杂量的变化。用这种直径为 3 吋的铌锭，不经中间退火，可以轧成 0.0005 吋的箔。熔化铌以去除杂质时，熔融状态所保持的时间一定要相当长。

表 6 电子束熔炼的铌的硬度和杂质含量的变化

	熔 炼 前	熔 炼 后
硬 度	120 V.H.N.	40~45 V.H.N.
$\begin{cases} O_2 \\ N_2 \end{cases}$	0.047%	0.001%
$\begin{cases} O_2 \\ N_2 \end{cases}$	0.001%	0.004%
$\begin{cases} O_2 \\ N_2 \end{cases}$	0.96%	0.009%
$\begin{cases} O_2 \\ N_2 \end{cases}$	1.28%	0.43%

图 22 是铌的硬度与每 1 磅材料所需输入电能（度数）的关系^[16]，从图上来看两者之间还看不出有很明显的关系。但是可以看到熔融状态所保持的时间的长短显然具有显著的影响，经多次熔炼的硬度是相当低的。

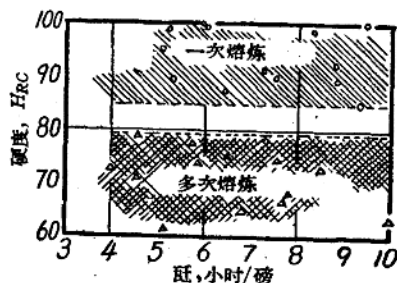


图 22 铌的硬度与熔炼次数的关系

其次，由于钽具有与铌非常相似的性质，电子束熔炼对它也有同样显著的效果。表 7 是用电子束熔炼的钽的杂质含量的变化^[14]，可以看出铁、铝、镍等金属和氢、氧等气体杂质含量都相当减少。

图 23 所示，是根据我们对用电子束熔炼的钽的加工硬化曲线与文献所载的烧结钽材的比较，从而可知电子束熔炼钽的加工硬化程度小。

对钼用电子束熔炼的试验，我们得到了下面一些情况，其含氧量的减少将如表 8 中所示^[17]。（这个分析是由金属材料技术研究所做的。）

表 7 电子束熔炼的钼含量变化

杂质	Al	C	Cu	Fe	H	Mo
熔炼前	<250	30	<50	<100	<100	<100
熔炼后	<25	20	<50	<10	<1	<25

杂质	N	Nb	Ni	O	Si	Ti
熔炼前	30	<100	<100	82	<250	50
熔炼后	10	<25	<10	<6	28	<10

表 8 各种钼的含氧量比较

烧结钼(日本)	62ppm
电弧熔炼钼(美国)	44ppm
电子束熔炼钼(金属材料技术研究所)	29ppm

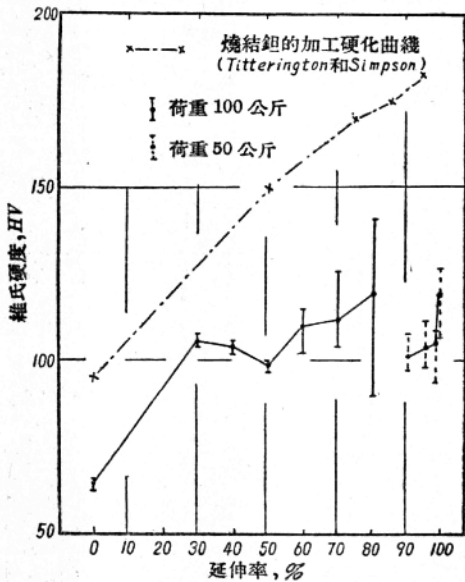


图 23 电子束熔炼钼的加工硬化曲线

电子束熔炼的钼尽管已经把相当多的杂质去除掉,但晶界的脆性依然存在,如用碳脱氧能获得相当高的延伸性能。图 24 是用碳脱氧后的钼切片弯

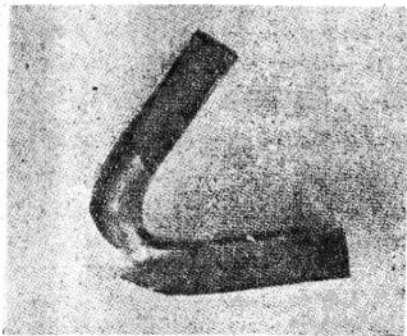


图 24 电子束熔炼的钼的弯曲试验

曲试验的结果^[17],可以看到弯曲性能相当良好。

上面所述全都是些稀有金属用电子束熔炼的结果,对于用电子束熔炼钢铁材料获得效果的报告也已经有人提出来了^[16]。象 SAE-4340 钢用此法熔炼结果,其抗拉强度虽无甚大变化但延伸率则增加了 5%~16%,又对 17-7pH 的不锈钢而言,其延伸率提高了 4%~15%。

七、结 论

以上主要论述目前尚未用于工业生产上的一些新熔炼方法,但其成品与其他方法所得成品,究竟有何差别还没有很好的研究过。譬如可以预料电子束熔炼今后一定会以相当的规模用于工业生产,但用此法所得到的锭和加工材料与用真空电弧炉所得的材料相比,本质上到底有多大差异,迄今尚无明确的答案。并且,用电子束作为热源来讲价格非常高,因此也必须从经济的角度来考虑。为了将上述一些新熔炼方法应用于工业生产,首先要提高这种方法对某些有特殊成效的特殊材料的熔炼效果,然后再逐渐推广用之于一般性材料的熔炼。因此目前对日本的情况来讲,获得这些新方法对那些金属材料有那些效果的资料乃是当务之急。

参 考 文 献

- [1] D. R. Carnahan, J. H. Kelley, L. M. Bianchi: Trans. Vacuum Metallurgy Conference (1959) 49.
- [2] D. H. Lane, J. W. Cunningham, W. A. Tiller: Metal Progr. 76 No 3 (1959) 108.
- [3] J. L. Ham: Vacuum Metallurgy (1958) 172.
- [4] D. R. Carnahan, L. M. Bianchi: Trans. Vacuum Metallurgy Conference (1959) 58.
- [5] G. Comenz, J. W. Salatzka: J. Electron-Chem. Soc. 105 (1958) 673.
- [6] Symposium on Electron Bombardment Floating zone Melting and Allied Electron Bombardment Techniques, March 10 (1959), Services Electronics Research Laboratory, Baldock, Herts, England.
- [7] W. R. Witzke: Trans. Vacuum Metallurgy Conference (1959). 140.
- [8] N. F. Eaton: J. Less Common Metals, 2 (1960) 104.
- [9] H. W. Schadler: Proceedings of First Symposium on Electron Beam Meltings (1959) 51.
- [10] J. W. Pugh: Proceedings of First Symposium on Electron Beam Meltings (1959) 89.
- [11] B. Bas, G. Cremosnik: Vacuum Technik, 8, (1959) 181.
- [12] P. G. England, H. N. Jones: J. Sci. Inst. 35 (1958) 66.
- [13] H. B. Smith, CD'A Hunt, C. W. Hanks: J. Metals 11 (1959) 112.
- [14] E. S. Candidus, J. C. Simon: Vacuum Symposium Trans. (1958) 86.
- [15] 津谷,有富:日本金属学会志, 25 (1961) 124.
- [16] H. R. Smith, C. D'A Hunt, C. W. Hanks: Vacuum Symposium Trans. (1959).
- [17] 津谷,有富:1961年4月日本金属学会东京大会发表。曹剑南 译自《铁与钢》47, 4: 634~646 (1961) 蒋新元, 诸祥康校

二、真空冶金設備的設計問題

Design Considerations for Vacuum Metallurgical Equipment

M. E. Harper, W. J. Smith

一、引言

本文希望对某些真空冶金的应用加以評述, 因此指出对某一特別設計所必須考慮的問題, 并說明为达到某一特定結論所必須考慮的可变因素。

从事生产的冶金学家們在选择适宜的设备来实现真空冶金过程时所面临的问题, 自然是由該过程本身的性质、设备的投資和運轉資金、所需操作人員的类型等因素所决定的。其次在許多过程中, 該设备所运用的加热方法可以有所选择。譬如, 运用感应加热或电阻加热方法进行銅焊和燒結效果同样良好, 这时在很大程度上可以依照投資的重要性对长期维护的簡易性来进行选择。虽然真空冶金是一个比較新的領域, 在过去十年里高真空工程和設備方面的发展已取得重大的成就, 不久以前还限于研究工作, 現在已进入大規模生产了。

真空技术上的最新发展已导向建立一种小型设备的可能性, 这种设备能在大規模生产中极难实现和成本极高的真空度內操作。这个事实強調了有必要在大規模生产的工厂能忠实地模仿的原則上, 設計實驗性设备; 从而保证了在进入生产性应用时与实验的結果不致有差錯。

在真空度低于 10^{-4} 毫米汞柱的实验中得到的結果, 很容易用到工业規模生产上去; 并且能生产出可供应市場的高級产品。在許多真空过程的实例中, 可用减少碎屑廢料和使用按正常标准认为是劣等的料, 以减少生产成本。

特別應該牢記的是: 在装备某种真空装置中并不一定要完全換去現有設備, 在許多实例中, 如能在綜合設計中充分利用現有設備, 就能大为經濟。

二、真空抽气設備

决定工艺过程类型后, 影响投資和運轉費用的主要因素之一是与所要求的真空度有关的所需真空設備的选择。最重要的是認識到: 所要求維持的气

压愈低, 該设备的投資和維護費用就愈高。这不仅反映在真空抽气設備上, 还反映在真空室的制造成本, 必須保持的清洁标准, 以及与所需真空度必須相适应的內壁結構材料的选择上。

以图象表示真空泵特性时, 通常是以抽气速度对压力作图。图1說明了对于三个二級泵, 一个完整抽气裝置的单位抽速的費用单位。由此可看到: 对于一定的操作压力, 可以据此作一适当的选择。但是, 这些曲线也可能被誤解。考虑有大量气体的过

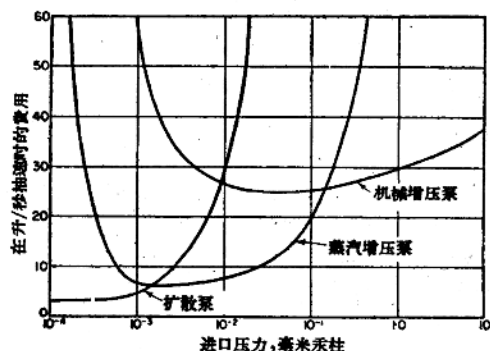


图1 整个系統压力对单位抽速的費用单位

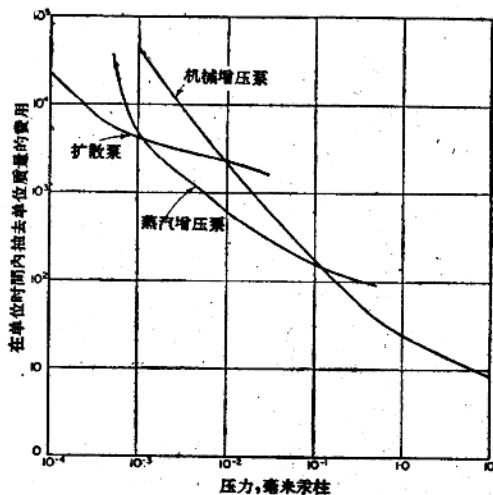


图2 設備費用/单位质量/单位時間, 对整个系統压力对单位時間內抽去单位质量的費用

程时,如果粗略地研究一下这些曲线,会产生这样一个印象:在高真空中操作费用是较少的。所以,在这种情况下,利用以抽气能力来表达特性就适宜得多了。图2是根据图1重绘的,它指出了单位抽气能力(即压力 $\times$ 抽速)的成本对压力的关系。从这里就能清楚地看到:当压力降低时,处理大量气体的成本就大大地增加。应当记牢,在大量气体发生以前,低压是很容易达到的。并且过程中的真空度必然被所要求的平衡状态所决定。如果有一过程要在抽去大部分气体后保持高的真空度,那末,从费用和时间来考虑,设计这样的真空系统时经常希望它在较高于基点压强下能处理大量气体。最后达到所需的最终真空度。

如果操作的压力范围被限制得足够小,只用一

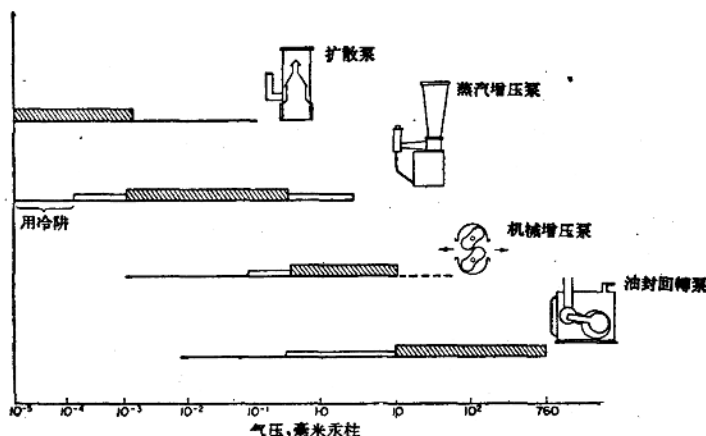


图3 油封迴轉泵、机械增压泵、蒸汽增压泵和扩散泵的操作范围;有阴影綫的地方表示着有气体放出时的最良工作区域

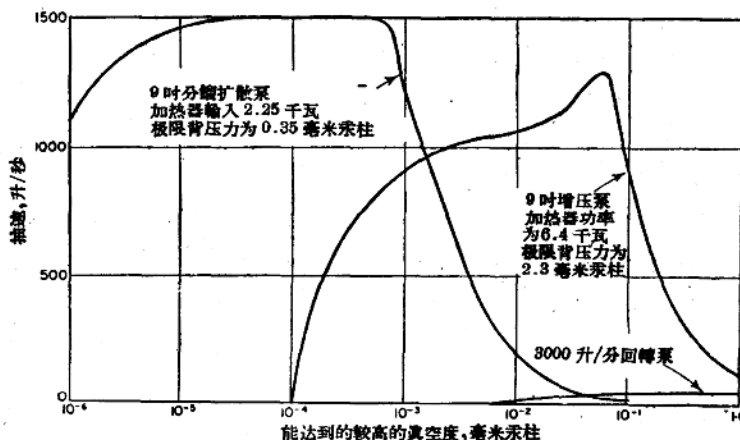


图4 有同样进口直径的蒸汽扩散泵和增压泵的速度曲线比较

个初级泵或一个极限真空较高的泵就能达到要求了(经常需要用一个初级泵把炉内压力从大气压降低到次级泵的操作压力)。假如需要一个更宽的工作压力范围,用并联或串联方法来组合各种泵将会提供所需要的抽气特性。

大多数真空冶金过程中,单个或组合地采用着四种主要类型的真空泵:旋轉式机械泵、机械增压泵、蒸汽增压泵和蒸汽扩散泵。此外还在大型的鋼的脱气装置中采用經改进设计的常用的蒸汽喷射泵(现在主要用在美国)。这些泵的操作原理是大家都能明白的;虽有某些重叠范围,但这四种主要泵的作用基本上是相互补充的,在图3中表示出它們不同的应用范围。

除蒸汽喷射系统外,油封式旋轉机械泵通常是一切抽气系统的基础,是把气体直接排入大气的主要泵,虽然有时它被与机械增压泵(即通常大家熟悉的罗茨泵)同时工作的水环式泵所代替。后者主要用在有大量灰尘的过程中,但对间断性质的工作过程要加以小心维护,因为沉积的灰尘在有水蒸汽的情况下有腐蚀作用,而水蒸汽则来自机械增压泵的捕获物。

机械增压泵是一个乾式泵,它的极限压力和它的排气口的一般压强直接以給定的比率联系起来。与初级泵相连接,通常在10毫米汞柱的压强时借压力开关的动作投入运行。这种型式的泵使用较大馬力的电动机,特别适宜于连接在与大气直接接通的抽气管道迴路中。在现代型式的泵中使用有限轉矩液压傳动,实现了上述作用。油封式迴轉机械泵和机械增压泵同时开动,迴轉泵通过旋轉速度限于驱动电动机功率的增压泵抽气。这样,真空系统的控制就大大地简化了,而且总抽气时间也减少