



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114131026 B

(45) 授权公告日 2024.05.24

(21) 申请号 202111487319.8

B22F 3/02 (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.08

B22F 3/10 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

B22F 3/15 (2006.01)

申请公布号 CN 114131026 A

B22F 3/24 (2006.01)

(43) 申请公布日 2022.03.04

(56) 对比文件

(73) 专利权人 西安瑞福莱钨钼有限公司

CN 102321871 A, 2012.01.18

地址 710200 陕西省西安市西安经济技术开发区泾渭工业园泾高北路中段16号

CN 105478771 A, 2016.04.13

CN 108213441 A, 2018.06.29

(72) 发明人 金波 武宇 林三元 刘洋

CN 108941584 A, 2018.12.07

CN 110216277 A, 2019.09.10

温亚辉 贾京达

CN 110396667 A, 2019.11.01

US 2006042728 A1, 2006.03.02

(74) 专利代理机构 西安创知专利事务所 61213

专利代理师 马小燕

审查员 宋卫华

(51) Int. Cl.

B22F 5/12 (2006.01)

B22F 1/145 (2022.01)

权利要求书1页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种模压法生产钨管坯的工艺

(57) 摘要

本发明公开了一种模压法生产钨管坯的工艺,该方法包括:一、将钨粉经氢气还原得到还原钨粉;二、将还原钨粉采用模压成型方法制备得到钨环压坯;三、将钨环压坯进行预结得到钨环预结坯;四、将钨环预结坯的两个端面磨削见光;五、将多个经磨削见光的钨环预结坯表面清洁后依次装入钢包套并抽真空封口,再进行热等静压压制,得到钨管坯。本发明采用模压成型法结合预结、热等静压压制,实现了钨管坯的制备,通过对钨环压坯的形状及尺寸的控制以及钨环预结坯连接过程的控制,提高了钨管坯的精度和生产效率,同时提高了钨管坯材料利用率,降低了钨金属损耗量,从而降低了生产成本,且生产的钨管坯组织致密性、均匀性均较好,适合于后续压力加工。



1. 一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,该工艺方法包括以下步骤:

步骤一、将钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;

步骤二、将步骤一中得到的还原钼粉装入钼环压制模具中,采用模压成型方法制备得到钼环压坯;所述钼环压坯的高径比为1:1.53、1:1.49、1:1.45、1:1.53、1:1.48或1:1.44,将钼环压坯的圆度及尺寸偏差控制不超过0.5mm;

步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预烧结,得到钼环预结坯;所述预烧结的温度为1200℃~1400℃,保温时间为60min~90min;

步骤四、将步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;

步骤五、将多个步骤四中经磨削见光的钼环预结坯表面清洁干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入钢包套并抽真空封口,再进行热等静压制,得到钼管坯;所述热等静压制制的压力为100MPa~150MPa,温度为1200℃~1350℃,保温时间为60min~240min;所述钼管坯的密度达理论密度的99%以上,平均晶粒尺寸不超过50 μm 。

2. 根据权利要求1所述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤一中所述钼粉的费氏粒度为6.0 μm ~8.0 μm ,质量纯度为99.95%以上。

3. 根据权利要求1所述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤一中所述氢气还原的温度为800℃~1000℃,保温时间为60min~180min,氢气压力为0.12MPa~0.15MPa。

4. 根据权利要求1所述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤二中所述模压成型方法制备钼环压坯的具体过程为:向还原钼粉中加入甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具内,采用250MPa~350MPa的压力保压15s~45s,得到钼环压坯;所述甘油乙醇溶液由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成,且甘油乙醇溶液的加入质量为还原钼粉质量的0.2%~0.5%。

5. 根据权利要求1所述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤四中所述磨削见光的单面磨削量为0.2mm~0.5mm,磨削行程速度为15m/min~27m/min,采用的砂轮转速为1440转/分,进刀量为0.01mm~0.02mm;经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $R_a \leq 0.8\mu\text{m}$,两个端面的平行度不超过0.1mm,同心度不超过0.4mm。

一种模压法生产钼管坯的工艺

技术领域

[0001] 本发明属于钼管靶材加工技术领域,具体涉及一种模压法生产钼管坯的工艺。

背景技术

[0002] 钼靶材产品具有优异的高温强度,良好的导电导热性,低的比阻抗以及良好的耐腐蚀性能,是目前信息存储、集成电路芯片、特别是平板显示器、薄膜太阳能电池、蓝宝石制造等行业中必不可少的关键材料。

[0003] 钼管靶材由于其利用率高,镀膜均匀性好,适合于大面积连续性磁控溅射生产线,已经成为未来溅射靶材发展的新趋势。管状旋转靶的理论利用率可达70%~80%,大大高于平面靶2%~30%的利用率,降低了镀膜生产成本,因此成为靶材发展的主要方向。

[0004] 而且,近年来随着液晶屏幕尺寸的不断增大,与之对应的溅射板形钼靶也随之增大了其自身的面积,钼平面靶的生产难度随之增加。采用旋转的钼管作靶材,屏幕的宽度由钼管长度决定,屏幕的长度则不受限制。目前钼管靶的外径为120mm~160mm,内径为100mm~140mm,长度为1500mm~4100mm。

[0005] 钼管靶材生产一般以钼管坯为原料,通常通过感应加热后的挤压、锻造、旋压等加工手段,以及后续热处理及机加获得。公开号为CN109746439A的专利中公开了一种钼厚壁管坯等静压精确成型装置与均质烧结方法,采用冷等静压法压坯,然后经烧结制备出烧结态厚壁钼管坯,该烧结管坯的材料利用率为85%左右,相对密度为96%以上;公开号为CN110000391A的专利中公开了一种旋转靶材用钼管的制备方法,采用制作不锈钢包套、装粉和热等静压方法制备钼管坯;公开号为CN104646929A的专利中公开了一种钼管靶材的制备方法,采用装粉、冷等静压和氢气烧结方法制备钼管坯;公开号为CN112376022A的专利中公开了一种旋转钼管靶材的制备方法,采用钼粉装入胶套内经过二次冷等静压压制、高温喷射钼粉浆料和高温烧结制备钼管坯。以上方法中坯料压制成型主要工艺均采用冷等静压或热等静压的工艺生产,这两种方法具有工艺简单、工艺流程短、组织较均匀和质量易于控制的特点。但是采用冷等静压制坯工艺制备的钼管压坯的形状不规则,容易形成两头大中间小的收腰现象,实收率较低;而钼粉装入钢包套内直接进行热等静压工艺生产,制备的钼管坯在生产过程中脱氧效果比较差,容易造成钼管坯氧含量比较高而超标YS/T1063-2015《钼靶材》中要求。

[0006] 如何制备高精度的钼管坯,以及如何实现钼金属损耗量少、生产效率高、成本低的制备工艺,是本行业亟待解决的问题。

发明内容

[0007] 本发明所要解决的技术问题在于针对上述现有技术的不足,提供一种模压法生产钼管坯的工艺。该工艺采用模压成型法结合预结、热等静压压制,实现了钼管坯的制备,通过对钼环压坯的形状及尺寸的控制以及钼环预结坯连接过程的控制,有效提高了钼管坯的精度和生产效率,同时提高了钼管坯材料利用率,降低了钼金属损耗量,从而降低了生产成

本,且生产的钼管坯组织致密性、均匀性均较好。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案为:一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,该方法包括以下步骤:

[0009] 步骤一、将钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;

[0010] 步骤二、将步骤一中得到的还原钼粉装入钼环压制模具中,采用模压成型方法制备得到钼环压坯;

[0011] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;

[0012] 步骤四、将步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;

[0013] 步骤五、将多个步骤四中经磨削见光的钼环预结坯表面清洁干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入钢包套并抽真空封口,再进行热等静压压制,得到钼管坯。

[0014] 本发明先将钼粉进行氢气还原,以有效降低原料钼粉中的有害元素氧含量,通常控制在YS/T1063-2015钼靶材的标准范围内,进而确保了后续加工制得的钼管坯中的氧含量达标,为钼管靶材的制备奠定基础;然后采用模压成型方法制备钼环压坯,经预结后得到钼环预结坯,对钼环预结坯的两个端面磨削见光后,将多个钼环预结坯表面清洁后装入包套中进行热等静压压制,得到钼管坯。传统冷等静压成型将钼粉装填在软质胶套内,不可避免地存在装粉不均匀以及形状不好的现象,进而导致压坯出现收腰、圆度差、大小头以及偏心等偏差问题,造成压坯损耗在15%以上及更大且钼管坯精度受限;而本发明采用模压成型法压制钼环压坯,该钼环压坯的形状及尺寸完全可控,有利于提高钼管坯的精度,压坯损耗不超过2%,结合预结提高了钼环预结坯的致密度并去除钼环压坯中的溶剂如粘结剂,再结合多个钼环预结坯叠放后热等静压压制,由于钼环预结坯的结构并非完全致密,在热等静压压制的高温高压作用下,多个钼环预结坯端面中相邻接触面上钼原子互相扩散实现有效连接,且扩散深度更大,形成了更为可靠的结合层,得到的钼管坯的组织结构更为致密,晶粒尺寸更加细小均匀。本发明提高了钼管坯的压制精度和压制效率,进一步将钼管坯材料的利用率提高至95%以上,降低了原料成本;同时,本发明将多个钼环预结坯的端面相连接排列后烧结制备钼管坯,不仅提高了生产效率,还可通过调节钼环预结坯的数量控制钼管坯的长度,进一步控制了钼管坯的尺寸精度,提高了钼管坯的成品率,其综合成品率可达93%以上。

[0015] 由于本发明生产的钼管坯的组织结构更为致密以及晶粒尺寸更加细小均匀,将钼管坯经后续挤压加工或者锻造制备,同时结合小挤压比和小锻造比进行加工,降低加工难度和风险,即可获得大规格钼管靶材,且钼管靶材的表面质量和内部质量均得到提高;或者将钼管坯经机加车削加工直接获得小规格钼管靶材。

[0016] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤一中所述钼粉的费氏粒度为 $6.0\mu\text{m} \sim 8.0\mu\text{m}$,质量纯度为99.95%以上。该规格的钼粉相比于 $3\mu\text{m} \sim 5\mu\text{m}$ 的常规市售钼粉具有更好的流动性,经还原后得到的还原钼粉在模压成型过程中更容易均匀分布在钼环压制模具中,压制得到的钼环压坯均匀一致性好。

[0017] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤一中所述氢气还原的温度为 $800^{\circ}\text{C} \sim 1000^{\circ}\text{C}$,保温时间为60min~180min,氢气压力为 $0.12\text{MPa} \sim 0.15\text{MPa}$ 。本发明将

钼粉装入若干个钼舟中,放置于氢气还原炉再进行氢气还原,通过控制氢气还原的工艺参数,保证还原的效率,从而降低钼粉中的氧含量,实现通过降低原材料中的氧含量达到控制钼管坯氧含量的目的。

[0018] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤二中所述模压成型方法制备钼环压坯的具体过程为:向还原钼粉中加入甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具内,采用250MPa~350MPa的压力保压15s~45s,得到钼环压坯;所述甘油乙醇溶液由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成,且甘油乙醇溶液的加入质量为还原钼粉质量的0.2%~0.5%,所述钼环压坯的高径比不超过1:2。本发明采用该组成的粘结剂以提高钼粉之间的粘接能力,从而提高钼环压坯的结合性能,提高钼环压坯的相对密度,减少钼环压坯缺陷,并防止压制过程中的喷粉现象;同时结合采用上、下模冲双向压制的钼环压制模具的模压成型方法,使得钼环压坯的质量均匀一致,且结合强度提高,有利于后续工艺的顺利进行。

[0019] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤三中所述预结的温度为1200℃~1400℃,保温时间为60min~120min。本发明通过控制钼环压坯的预结工艺参数,促进其组织的致密化,并控制相对密度可达到70%以上,有利于后续热等静压压制的进行,同时进一步降低钼环预结坯中的氧含量,促进模压成型方法中添加的溶剂如粘结剂在高温下迅速挥发,提高了钼管坯的质量。

[0020] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤四中所述磨削见光的单面磨削量为0.2mm~0.5mm,磨削行程速度为15m/min~27m/min,采用的砂轮转速为1440转/分,进刀量为0.01mm~0.02mm;经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra \leq 0.8\mu\text{m}$,两个端面的平行度不超过0.1mm,同心度不超过0.4mm。本发明通过限定磨削见光的工艺参数以控制钼环预结坯的两个端面的尺寸精度,扩大了相邻端面的接触面积,为后续热等静压压制提供良好的接触面状态。

[0021] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤五中所述热等静压压制的压力为100MPa~150MPa,温度为1200℃~1350℃,保温时间为60min~240min。本发明通过控制热等静压压制的工艺参数,提供高温高压的条件,促进了多个钼环预结坯端面中相邻接触面上钼原子互相扩散实现有效连接,增加了结合层的深度,实现了钼管坯整体的可靠连接。

[0022] 上述的一种模压法生产钼管坯的工艺,其特征在于,步骤五中所述钼管坯的密度达理论密度的99%以上,平均晶粒尺寸不超过50 μm 。本发明制备的钼管坯组织致密性和均匀性均较好,具有广阔的应用前景。

[0023] 本发明与现有技术相比具有以下优点:

[0024] 1、本发明采用模压成型法结合预结、热等静压压制,实现了钼管坯的制备,通过对钼环压坯的形状及尺寸的控制以及钼环预结坯连接过程的控制,有效提高了钼管坯的精度和生产效率,同时提高了钼管坯材料利用率,降低了钼金属损耗量,从而降低了生产成本,且生产的钼管坯组织致密性、均匀性均较好。

[0025] 2、本发明采用模压法制备钼环压坯,可根据目标产品的规格设计模具的尺寸与规格,实现了钼环压坯的形状和规格尺寸的完全可控,将钼环压坯的圆度及尺寸偏差控制不超过0.5mm,减少了后续加工中钼金属的损耗量,提高了钼管坯的产品率,且模压法的工艺

操作简单,生产效率高。

[0026] 3、本发明将钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,设备简单,操作方便,不仅有效提高了钼环预结坯的致密度(可至理论密度的70%),还进一步降低了钼环预结坯中的氧含量,保证了钼管坯中的氧含量在YS/T1063-2015钼靶材的标准范围内。

[0027] 4、本发明对钼环预结坯的两个端面进行磨削见光作为后续热等静压压制中钼原子扩散连接的结合面,为扩散连接提供了更为有利的条件。

[0028] 5、本发明制备的钼管坯中各连接处结合紧密,强度较高,且钼管坯的形状尺寸均匀,钼管的组织细小均匀且致密性好,适合于后续挤压、锻造等压力加工。

[0029] 下面通过附图和实施例对本发明的技术方案作进一步的详细描述。

附图说明

[0030] 图1为本发明模压成型方法采用的钼环压制模具的装配图。

[0031] 图2为本发明模压成型方法采用的钼环压制模具中组合阴模的结构示意图。

[0032] 图3为本发明钼环预结坯装入钢包套中后的结构示意图。

[0033] 图4为本发明实施例1制备的钼管坯的金相组织图。

[0034] 附图标记说明:

[0035] 1—组合阴模; 1-1—环形模块; 1-2—安装标记;

[0036] 2—阴模外圈 3—模架; 4—上模冲;

[0037] 5—下模冲; 6—钼环预结坯; 7—钢包套;

[0038] 8—抽真空管。

具体实施方式

[0039] 如图1和图2所示,本发明模压成型方法采用的钼环压制模具包括组合阴膜1和设置在组合阴模1内的上模冲4,所述组合阴模1的下部设置有与上模冲4配合的下模冲5,所述组合阴模1的外侧包覆有阴模外圈2,且阴模外圈2的外侧设置有模架3,其中,该钼环压制模具中组合阴模由3个120°环形模块1-1拼接组合而成,且每个环形模块1-1的两端均设置有安装标记1-2。

[0040] 如图3所示,本发明钼环预结坯装入后的钢包套中包括钢包套7,以及放置在钢包套7中按照端面相连接的排列方式叠放的多个钼环预结坯6,且钢包套7的端部设置有抽真空管8。

[0041] 实施例1

[0042] 本实施例包括以下步骤:

[0043] 步骤一、将费氏粒度为7.2 μm 、质量纯度为99.95%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为800 $^{\circ}\text{C}$,保温时间为180min,氢气压力为0.12MPa;

[0044] 步骤二、向30kg步骤一中得到的还原钼粉中加入60g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用350MP的压力保压30s,制备得到高径比为1:1.53的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为260mm,内径为165mm;

[0045] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为1200℃,保温时间为120min;所述钼环预结坯的外径为235mm,内径为150mm,高度为155mm;

[0046] 步骤四、采用7130平面磨床分别对10个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为20m/min,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.01mm,单面磨削量分别为0.4mm、0.4mm、0.3mm、0.5mm、0.2mm、0.3mm、0.3mm、0.4mm、0.2mm、0.4mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra=0.65\mu\text{m}$,经磨削见光后的10个钼环预结坯的质量分别为29.6kg、29.6kg、29.7kg、29.5kg、29.8kg、29.7kg、29.7kg、29.6kg、29.8kg、29.6kg,两个端面的平行度均为0.05mm,同心度均为0.2mm;

[0047] 步骤五、将步骤四中10个经磨削见光的钼环预结坯表面清洁干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为150MPa,温度为1300℃,保温时间为120min。

[0048] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为292kg,外径为220mm,内径为140mm,长度为1280mm,密度为 $10.12\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $45\mu\text{m}$,材料综合利用率达97.3%。

[0049] 图4为本实施例制备的钼管坯的金相组织图,根据图4采用GB/T6394-2017《金属平均晶粒度测定方法》中的截点法,测得该钼管坯的平均晶粒尺寸为 $45\mu\text{m}$ 。

[0050] 实施例2

[0051] 本实施例包括以下步骤:

[0052] 步骤一、将费氏粒度为 $7.5\mu\text{m}$ 、质量纯度为99.96%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为1000℃,保温时间为60min,氢气压力为0.15MPa;

[0053] 步骤二、向30kg步骤一中得到的还原钼粉中加入60g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用300MPa的压力保压45s,制备得到高径比为1:1.49的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为260mm,内径为165mm;

[0054] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为1350℃,保温时间为60min;所述钼环预结坯的外径为235mm,内径为148mm,高度为160mm;

[0055] 步骤四、采用7130平面磨床分别对10个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为15m/min,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.02mm,单面磨削量分别为0.5mm、0.4mm、0.4mm、0.3mm、0.5mm、0.3mm、0.5mm、0.2mm、0.3mm、0.3mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra=0.58\mu\text{m}$,经磨削见光后的10个钼环预结坯的质量分别为29.5kg、29.6kg、29.6kg、29.7kg、29.5kg、29.7kg、29.5kg、29.8kg、29.7kg、29.7kg,两个端面的平行度均为0.08mm,同心度均为0.3mm;

[0056] 步骤五、将步骤四中10个经磨削见光的钼环预结坯表面清洁干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为100MPa,温度为1350℃,保温时间为180min。

[0057] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为290kg,外径为218mm,内径为138mm,长度为1300mm,密度为 $10.10\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $47\mu\text{m}$,材料综合利用率达96.7%。

[0058] 实施例3

[0059] 本实施例包括以下步骤:

[0060] 步骤一、将费氏粒度为 $6.5\mu\text{m}$ 、质量纯度为99.96%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为 800°C ,保温时间为120min,氢气压力为0.15MPa;

[0061] 步骤二、向30kg步骤一中得到的还原钼粉中加入90g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用250MPa的压力保压45s,制备得到高径比为1:1.45的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为260mm,内径为165mm;

[0062] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为 1350°C ,保温时间为90min;所述钼环预结坯的外径为235mm,内径为150mm,高度为165mm;

[0063] 步骤四、采用7130平面磨床分别对6个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为 $20\text{m}/\text{min}$,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.01mm,单面磨削量分别为0.5mm、0.4mm、0.5mm、0.3mm、0.5mm、0.3mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $R_a = 0.62\mu\text{m}$,经磨削见光后的6个钼环预结坯的质量分别为29.5kg、29.6kg、29.5kg、29.7kg、29.5kg、29.7kg,两个端面的平行度均为0.05mm,同心度均为0.4mm;

[0064] 步骤五、将步骤四中6个经磨削见光的钼环预结坯表面清洗干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为130MPa,温度为 1350°C ,保温时间为180min。

[0065] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为172kg,外径为220mm,内径为140mm,长度为750mm,密度为 $10.13\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $43\mu\text{m}$,材料综合利用率达95.6%。

[0066] 实施例4

[0067] 本实施例包括以下步骤:

[0068] 步骤一、将费氏粒度为 $6.0\mu\text{m}$ 、质量纯度为99.97%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为 900°C ,保温时间为120min,氢气压力为0.15MPa;

[0069] 步骤二、向25kg步骤一中得到的还原钼粉中加入125g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用350MPa的压力保压30s,制备得到高径比为1:1.53的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为245mm,内径为165mm;

[0070] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为 1400°C ,保温时间为60min;所述钼环预结坯的外径为220mm,内径为148mm,高度为145mm;

[0071] 步骤四、采用7130平面磨床分别对6个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进

行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为27m/min,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.01mm,单面磨削量分别为0.5mm、0.5mm、0.4mm、0.3mm、0.3mm、0.4mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra=0.54\mu\text{m}$,经磨削见光后的6个钼环预结坯的质量分别为24.6kg、24.6kg、24.7kg、24.8kg、24.8kg、24.7kg,两个端面的平行度均为0.1mm,同心度均为0.2mm;

[0072] 步骤五、将步骤四中6个经磨削见光的钼环预结坯表面清洗干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为130MPa,温度为1200℃,保温时间为240min。

[0073] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为143kg,外径为208mm,内径为140mm,长度为755mm,密度为 $10.12\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $40\mu\text{m}$,材料综合利用率达95.3%。

[0074] 实施例5

[0075] 本实施例包括以下步骤:

[0076] 步骤一、将费氏粒度为 $8.0\mu\text{m}$ 、质量纯度为99.95%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为900℃,保温时间为90min,氢气压力为0.14MPa;

[0077] 步骤二、向25kg步骤一中得到的还原钼粉中加入100g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用300MPa的压力保压30s,制备得到高径比为1:1.48的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为245mm,内径为165mm;

[0078] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为1350℃,保温时间为90min;所述钼环预结坯的外径为220mm,内径为150mm,高度为145mm;

[0079] 步骤四、采用7130平面磨床分别对6个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为27m/min,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.01mm,单面磨削量分别为0.4mm、0.3mm、0.5mm、0.4mm、0.4mm、0.4mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra=0.70\mu\text{m}$,经磨削见光后的6个钼环预结坯的质量分别为24.7kg、24.8kg、24.6kg、24.7kg、24.7kg、24.7kg,两个端面的平行度均为0.08mm,同心度均为0.3mm;

[0080] 步骤五、将步骤四中6个经磨削见光的钼环预结坯表面清洗干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为130MPa,温度为1350℃,保温时间为60min。

[0081] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为144kg,外径为210mm,内径为140mm,长度为750mm,密度为 $10.11\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $42\mu\text{m}$,材料综合利用率达96%。

[0082] 实施例6

[0083] 本实施例包括以下步骤:

[0084] 步骤一、将费氏粒度为 $7.2\mu\text{m}$ 、质量纯度为99.955%的钼粉放入氢气还原炉中进行氢气还原,得到还原钼粉;所述氢气还原的温度为1000℃,保温时间为120min,氢气压力为

0.12MPa;

[0085] 步骤二、向25kg步骤一中得到的还原钼粉中加入50g由甘油和乙醇按照1:1的体积比配制而成的甘油乙醇溶液作为粘结剂并混合均匀,然后装入钼环压制模具中,采用250MPa的压力保压15s,制备得到高径比为1:1.44的钼环压坯;所述钼环压制模具中组合阴模的外径为245mm,内径为165mm;

[0086] 步骤三、将步骤二中得到的钼环压坯放置于氢气钼丝推杆炉内进行预结,得到钼环预结坯;所述预结的温度为1350℃,保温时间为120min;所述钼环预结坯的外径为220mm,内径为148mm,高度为155mm;

[0087] 步骤四、采用7130平面磨床分别对12个步骤三中得到的钼环预结坯的两个端面进行磨削见光;所述磨削见光的磨削行程速度均为27m/min,采用的砂轮转速均为1440转/分,进刀量均为0.01mm,单面磨削量分别为0.5mm、0.4mm、0.5mm、0.4mm、0.5mm、0.4mm、0.4mm、0.3mm、0.5mm、0.3mm、0.3mm、0.4mm,经磨削见光后的钼环预结坯的两个端面的粗糙度 $Ra=0.50\mu\text{m}$,经磨削见光后的12个钼环预结坯的质量分别为24.6kg、24.7kg、24.6kg、24.7kg、24.6kg、24.7kg、24.7kg、24.8kg、24.6kg、24.8kg、24.8kg、24.7kg,两个端面的平行度均为0.1mm,同心度均为0.2mm;

[0088] 步骤五、将步骤四中12个经磨削见光的钼环预结坯表面清洁干净至无异物,然后按照端面相连接的排列方式依次装入Q235钢包套中并抽真空封口,然后进行热等静压压制,取下Q235钢包套后经车削加工修整,得到钼管坯;所述热等静压压制的压力为135MPa,温度为1350℃,保温时间为120min。

[0089] 经检测,本实施例得到的钼管坯的质量为290kg,外径为208mm,内径为140mm,长度为1550mm,密度为 $10.13\text{g}/\text{cm}^3$,平均晶粒尺寸为 $47\mu\text{m}$,材料综合利用率达96.7%。

[0090] 以上所述,仅是本发明的较佳实施例,并非对本发明作任何限制。凡是根据发明技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、变更以及等效变化,均仍属于本发明技术方案的保护范围内。

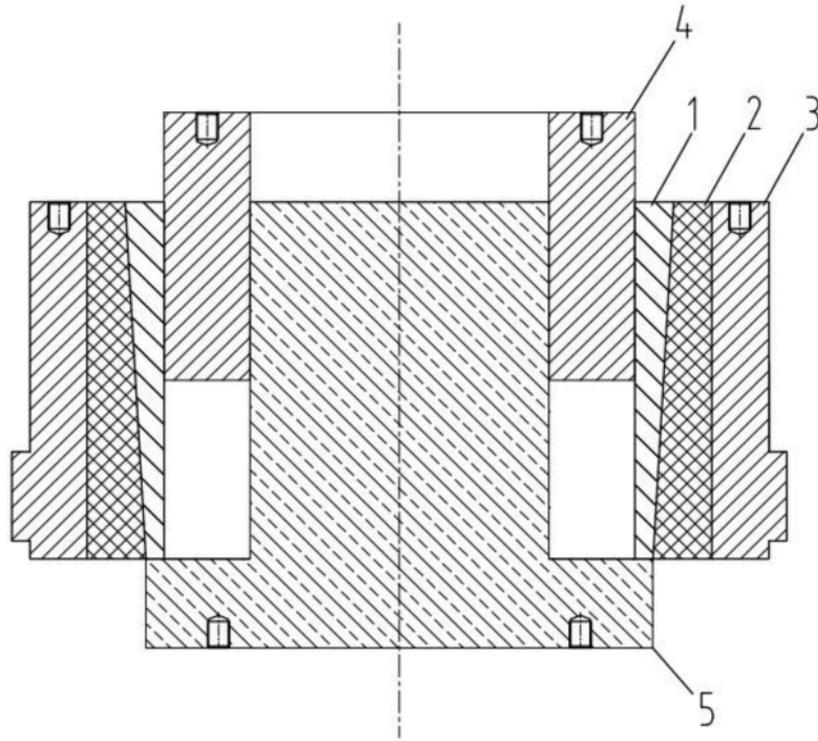


图1

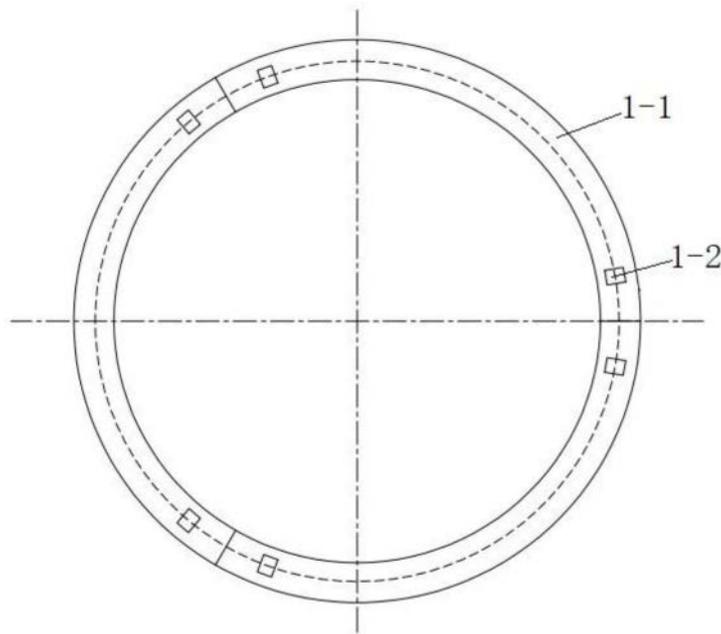


图2

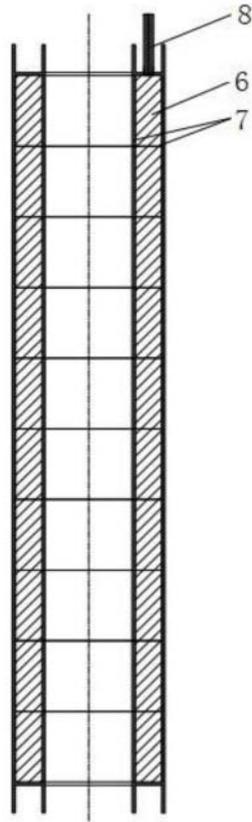


图3

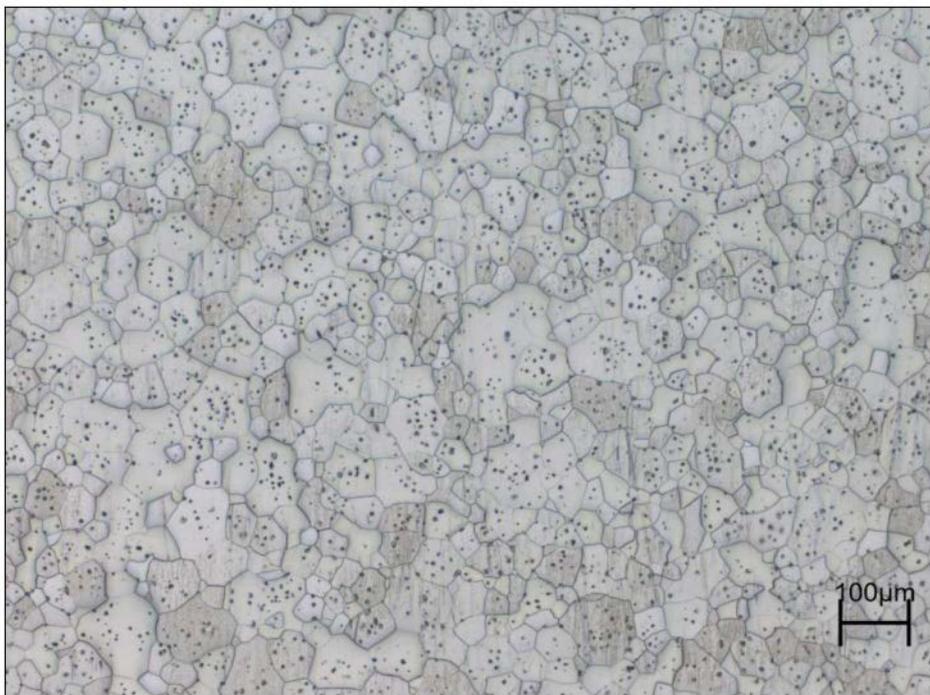


图4