

钼金属板材热态强力旋压工艺研究

冯鹏发^{1,2}, 党晓明^{1,2}, 张常乐¹, 赵虎^{1,2}, 王娜^{1,2}, 李付国³

(1. 金堆城钼业股份有限公司, 陕西 西安 710077)

(2. 陕西省先进钼冶金技术重点实验室, 陕西 西安 710077)

(3. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

摘要: 通过分析蓝宝石单晶生长用旋压钼坩埚的服役过程、钼坩埚的不同部位对蓝宝石生长的作用及影响规律, 给出了旋压钼坩埚的失效形式和质量控制要素。通过试验研究旋压载荷因素(旋轮成形角 α 、旋轮半径 D_p 、旋轮尖角半径 ρ 、旋轮安装角 β 、旋轮布局)、壁厚道次减薄率 ψ_t 、旋轮进给量 f 、芯模-旋轮间隙 δ 、主轴转速 n 、旋压温度、加热方式、退火温度和时间等工艺参数, 分析底部圆弧部分外裂纹、底部圆弧部分内裂纹、侧壁部分外表面过深毛刺、口部开裂、侧壁壁厚不足、周向壁厚不均、底部圆角下塌、口部尺寸误差等钼坩埚缺陷的影响因素、形成原因及其解决方法, 开发出钼金属板材热态旋压工艺。同时, 给出了钼金属旋压过程中显微组织演变规律。

关键词: 剪切-流动复合热态旋压工艺; 旋压钼坩埚; 蓝宝石单晶; 钼

中图分类号: TG146.4⁺12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)08-2585-09

蓝宝石单晶具有高透光率、高硬度(仅次于金刚石)、高强度、高导热率、高抗热冲击、耐雨水/沙尘/盐雾腐蚀等优异的力学、物理和化学性能^[1], 已成为最重要的中红外光学材料之一, 在军民领域都具有广泛的应用前景, 广泛用作窗口材料、激光材料、热释光材料、光纤传感器、衬底材料等^[2]。蓝宝石单晶的主要制备技术有提拉法(Czochralski method)^[3,4]、熔体导膜法(edge-defined film-fed growth, EFG)^[5]、泡生法(Kuropoloulos method)^[6]、热交换法(heat exchanger method, HEM)^[7]以及其它衍生的方法。其中, HEM为工业应用最广泛的工艺之一, 所用结晶坩埚为旋压钼坩埚。

旋压技术是通过旋轮的进给运动, 加压于随芯模沿同一轴线旋转的板坯或管坯上, 使其产生连续局部塑性变形, 成为所需空心回转体的成形方法。它综合了锻造、挤压、拉深、环轧、横轧和辊压等工艺特点。由于旋轮与金属的接触面积小, 单位压力高达 2500~3500 MPa^[8], 因此旋压技术特别适合于镍基高温合金等高强度难变形材料的塑性成形^[9]。旋压芯模的外形多变, 使旋压技术在加工精度高、长径比大、变截面、曲母线形的各种异型回转体加工中, 不但显出独特的成形优越性^[10], 而且具有一定的晶粒细化效果^[11], 逐

渐成为广泛应用于航空、航天、军工等金属精密加工技术领域的一种先进塑性成形工艺, 已成为小批量、多品种回转型薄壁壳体零件的重要加工方法^[12-16]。本研究通过分析钼坩埚的不同部位对蓝宝石生长的作用及影响规律, 进而以旋压钼坩埚为目标产品, 揭示钼金属回转体的热态强力旋压变形规律, 开发出钼金属剪切-流动复合热态旋压工艺。

1 实验

旋压钼坩埚的形状如图 1 所示, 由底部平面、底部斜面、侧壁、底部-侧壁过渡圆弧、凸耳等部分组成, 其最小直径和高度均约为 500 mm, 内腔母线具有一定的锥度, 壁厚按照“上薄下厚”的规律渐变。

以纯度为 99.95%的钼粉为原料, 经过压强为 200 MPa 的等静压制、温度为 1900 °C 的氢气气氛中频感应烧结和总变形量为 80%~85%的热态交叉轧制, 制得厚度为 4.5~6 mm 的钼板。

首先, 分析蓝宝石单晶生长工艺过程中, 钼坩埚的不同部位对蓝宝石生长的作用及影响规律, 给出旋压钼坩埚的失效形式和质量控制要素(形状、尺寸、表面质量、显微组织)。然后, 以再结晶退火热态钼板为坯料, 在 400~600 °C 温度范围内, 对芯模的材

收稿日期: 2018-08-20

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFB0306000); 陕西省科技统筹创新工程计划(2016KTCQ01-96)

作者简介: 冯鹏发, 男, 1971 年生, 博士, 教授级高工, 金堆城钼业股份有限公司技术中心, 陕西 西安 710077, 电话: 029-88411102-5803, E-mail: fengpengfa@tsinghua.org.cn

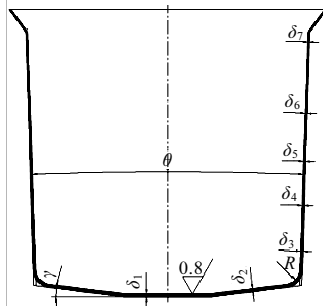


图 1 旋压钼坩埚简图

Fig.1 Sketch of spun molybdenum crucible

料、结构、形状尺寸，旋轮的成形角 α 、尖角半径 ρ 、半径 D_ρ 、安装角 β 、布局结构等成形机构进行优化，进而探索钼金属回转体的热态强力旋压变形规律及旋轮轨迹、壁厚道次减薄率 ψ_1 、旋轮进给量 f 、芯模-旋轮间隙 δ 、主轴转速 n 、旋压温度、加热方式、退火温度和时间等工艺参数，并分析口部开裂、突耳高度不均、底部下凹、底部圆角下塌、侧壁壁厚不足、周向壁厚不均、尺寸误差控制等钼坩埚缺陷的影响因素、形成原因及其解决方法，开发出钼金属剪切-流动复合热态旋压工艺。

由于钼金属的热膨胀系数远小于模具钢，为了避免旋压毛坯在芯模上反复装配造成的尺寸误差，钼坩埚采用一次性旋压成形，中间不进行去应力退火处理。

2 结果与讨论

2.1 旋压钼坩埚的服役过程分析

图 2 为热交换法的装置示意图^[17-19]。在钼坩埚内

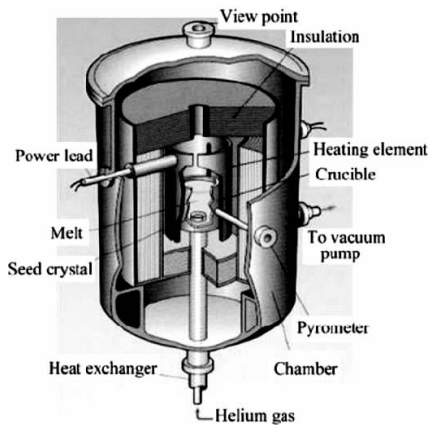


图 2 热交换法长晶炉结构示意图

Fig.2 Schematic diagram of HEM growth equipment

装入超纯 Al_2O_3 颗粒，并在钼坩埚底部中心处放置 Al_2O_3 籽晶，经过加热元件 24 h 连续加热，在 2100~2150 $^\circ C$ 下获得 Al_2O_3 熔体并保温 40~50 h，然后利用坩埚下方的中心管内的氦气或氩气带走晶体生长区内的热量，形成下冷上热的纵向温度梯度，依靠控制温度梯度使坩埚内熔体逐渐自下而上在籽晶上凝固成蓝宝石单晶。整个工艺过程需要 19~21 天。

2.1.1 钼坩埚主要部位对蓝宝石单晶结晶过程的影响

(1) 底部平面

底部平面的内表面用于放置 Al_2O_3 籽晶（图 1），蓝宝石单晶结晶所需原子或分子只允许从籽晶的上方或侧上方依次扩散到籽晶表面，底部平面内表面的平面度和表面粗糙度较差将导致产生蓝宝石异质晶核，破坏单晶体结晶条件。底部平面的外表面与钨导热平台和氦（氩）气管相贴，用于蓝宝石结晶过程的定向冷却，为了保证整个平台的温度均匀性，钼坩埚底部平面的外表面必须具有较高的平面度和表面粗糙度，以保证与钨导热平台和氦（氩）气管“无间隙”贴合。

(2) 底部斜面

斜面内表面的锥度用于保证蓝宝石单晶结晶过程中，晶体长大尚未到达侧壁时的结晶方向。该锥度值 γ 是蓝宝石单晶结晶的实验结果（ $7^\circ 18' \sim 8^\circ 10'$ ）。如果斜面内表面的锥度出现差异，或者斜面的各个部位的锥度不一致，在蓝宝石初始结晶阶段，向籽晶表面扩散的熔体会出现紊流，不但单晶结构难以保证，而且蓝宝石晶体内部将出现孔洞、位错等缺陷。

(3) 侧壁及其锥度

这是整个钼坩埚最重要的部位之一。侧壁部分用于存留尚未结晶的 Al_2O_3 熔体，在晶体生长过程中应保证足够的强度和刚度，避免因高温变形而造成 Al_2O_3 熔体紊流、溢出或渗漏。侧壁内表面应光滑无凹坑或旋压纹痕，否则将成为 Al_2O_3 晶体结晶的异质形核核心，破坏单晶结晶条件。锥度 θ ($\approx 4^\circ \sim 4^\circ 8'$) 是为了保证熔体层流方向和成型后取件。

(4) 底部与侧壁交界处的圆弧 R

该圆弧用于保证钼坩埚内上部的 Al_2O_3 熔体扩散到籽晶表面时的液流平滑流动。该圆弧只要保证液流不出现紊流，对其半径并无严格限制。

2.1.2 钼坩埚的失效形式分析

通过分析 Al_2O_3 颗粒熔化和蓝宝石单晶结晶的整个工艺过程，不难看出旋压钼坩埚的失效形式。

(1) 变形

旋压钼坩埚的变形主要出现在底部平面凸起和底部斜面下塌（图 3）。如果钼坩埚底部平面受热后产生凸起，籽晶的侧后方将富集大量的待结晶原子或分

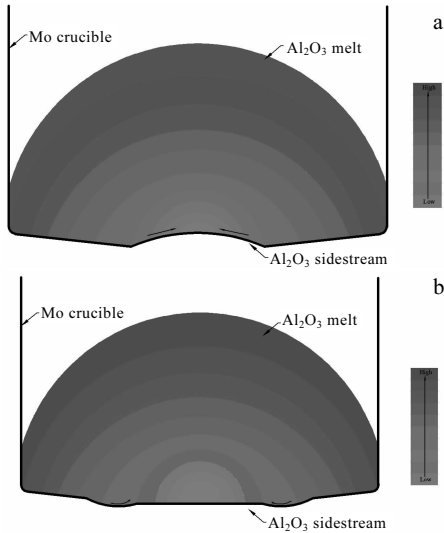


图 3 蓝宝石单晶结晶过程中旋压钼坩埚的变形失效形式
 Fig.3 Deformation failures of spun molybdenum crucibles during the preparation of sapphire single crystal: (a) convex bottom plate and (b) concave bottom taper

子，而该部位的温度并未形成过冷，这些待结晶原子或分子将随机地生长在籽晶表面，难以保证其单晶结构（图 3a）。如果钼坩埚底部斜面因受到热量和熔体重力作用而下塌，这部分温度尚处于过热状态，将在下塌部位滞留尚未结晶的熔体，从而影响蓝宝石单晶结晶顺序（图 3b）。

(2) 开裂

钼坩埚底部与侧壁交界的圆弧部位的旋压变形量不足，呈再结晶组织，与其它部位的旋压组织不同，一旦熔体尚未结晶时在该部位开裂，将引起熔体泄流，造成整个单晶炉热区破坏和长晶炉报废。

(3) 粘料

由于旋压钼坩埚内表面难以机械加工，其表面质量完全依靠旋压过程的芯模贴合程度和后续表面处理，因此内表面或多或少会出现粘料现象。钼坩埚底部与侧壁交界的圆弧处粘料现象多是熔体流动方向变化所致。钼坩埚侧壁部分的粘料现象多是旋压过程的旋轮进给量过大，钼坩埚内表面出现波动皱褶所致。因此，旋压钼坩埚必须具有严格的形状和尺寸（包括各个部位的直线尺寸、壁厚、角度、圆弧半径、平面度、形状公差等）、较高的刚度（保证在蓝宝石单晶的整个制备过程中，旋压钼坩埚不出现过大的变形）、优异的表面质量、较为均匀的变形显微组织（热疲劳易在显微组织突变处产生微裂纹）。

2.2 钼板前置热处理工艺及其显微组织

双向轧制钼板的各向异性依然很明显。一般地，作为零件使用时，轧制后钼板只进行去应力退火，以消除轧制过程中钼板内的残余应力。当作为塑性成形的原料时，钼板必须进行再结晶退火，使其内部组织呈各向同性的等轴晶。在不同退火温度（900、950、1000、1050、1100 °C）和退火时间（30、45、60、75、90 min）下，对纯度 99.96%、厚度为 4.5 mm 的钼板进行退火，并按照图 4 所示观察其显微组织，从而确定最佳的退火工艺。

图 5 给出了轧制态和不同温度退火 1 h 钼板的金相照片，从中可以看出，双向轧制态钼板的轧制面呈近似等轴晶，但晶粒粗大，尺寸不均，且晶粒形状极不规整，轧制方向的纵截面晶粒完全呈流线形；900 °C 退火对钼板显微组织影响甚微，只在轧制面出现了初步回复而晶粒细化的趋势；1000 °C 退火后，钼板的局部区域开始出现部分再结晶，尤其在轧制面的纵截面更为明显，但再结晶部分与未结晶部分混杂；1050 °C 退火钼板均发生完全再结晶，呈均匀的细小等轴晶；1100 °C 退火与 1050 °C 退火的组织接近，但有部分长大的趋势。由此确定钼板的退火温度为 1050~1100 °C。退火时间对钼板显微组织的影响类似可得。

2.3 旋压成形机构对钼坩埚的影响分析

图 6 给出了 $\Phi 431.8$ mm 钼坩埚旋压过程示意图。其中，芯模是旋压承力元件和钼坩埚的定形元件，旋轮是旋压过程的主要施力元件，旋轮的因素主要有旋轮成形角 α 、旋轮尖角半径 ρ 、旋轮半径 D_p 、旋轮安装角 β 、旋轮布局结构等。

(1) 芯模制备

芯模必须具有较低的热膨胀系数和表面粗糙度、较高的硬度和尺寸精度。在本实验条件下，钼坩埚热态旋压芯模宜选用热膨胀系数较低的 5CrNiMo 等优质热作模具钢，避免旋压过程中过大的热膨胀导致钼坩埚直径和高度超差；芯模表面粗糙度决定钼坩埚的内表面质量，必须经过磨削，达到 $R_a=0.8 \mu\text{m}$ ；芯模进行适当的锻造、调质处理和表面淬火处理，使其具有

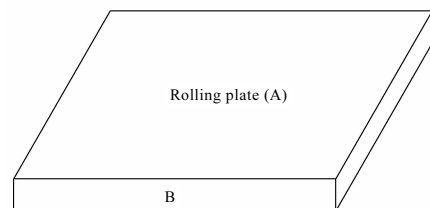


图 4 钼板金相取样位置

Fig.4 Sampling locations of Mo plate

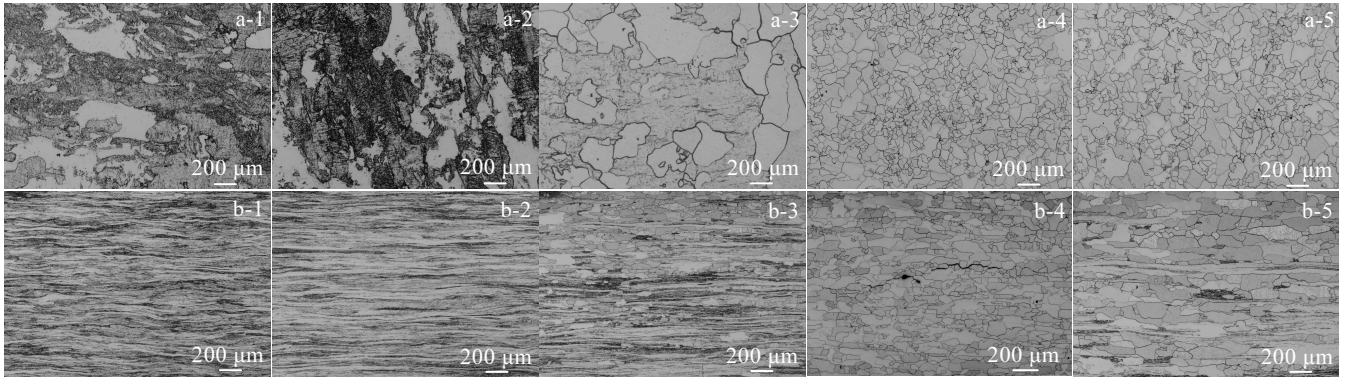


图 5 不同退火温度下钼板的金相组织

Fig.5 Metallographic microstructures of molybdenum plates of as-worked, annealed at 900 °C (a-1, b-1), 950 °C (a-2, b-2), 1000 °C (a-3, b-3), 1050 °C (a-4, b-4) and 1100 °C (a-5, b-5) in rolled surfaces (a) and longitudinal rolled sections (b)

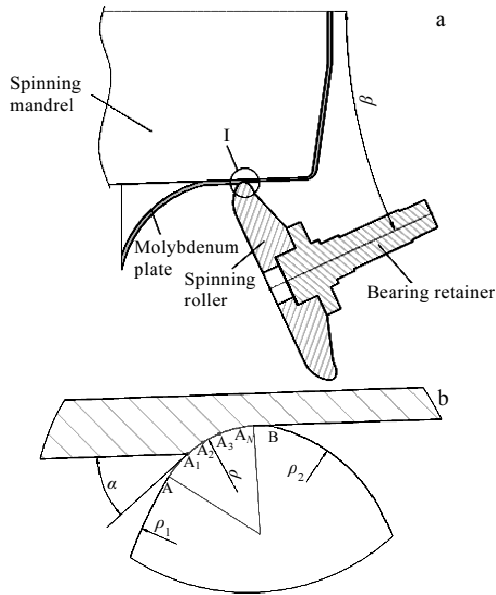


图 6 钼坩埚旋压芯模-旋轮机构及 I 区放大图

Fig.6 Spinning mandrel-wheel assemble sketch of spinning machine of molybdenum crucible (a) and enlarged detail of zone I (b)

足够的高温综合力学性能和表面硬度 ($\geq \text{HRC}55$) ; 芯模空载轴向跳动不宜超过 0.15 mm, 空载径向跳动不宜超过 0.1 mm, 芯模-旋压机主轴安装间隙为 $-0.068 \sim 0$ mm, 否则芯模或因加工安装精度过低而在旋压过程中产生径向摆动, 导致钼坩埚内尺寸精度较差, 或因加工安装精度过高而加工和装配困难。

(2) 旋轮成形角 α

如图 6b 所示, 在旋轮工作部分形状和尺寸不变的情况下, 成形角 α 越大, 旋轮与钼板的接触弧 $\widehat{A_1A_N}$ 越

小, 钼坩埚的贴模性好, 内表面光滑度高, 但在旋轮前端未变形的钼金属容易产生失稳堆积; α 越小, 待变形金属不易失稳隆起, 但钼坩埚贴模性较差, 内表面易于出现局部未贴合芯模的粗糙表层。在本实验条件下, 采用厚度 4.5 mm 钼板进行 $\Phi 431.8$ mm 钼坩埚的首道次旋轮成形角 α 为 40° , 在第 2、3 道次的旋压过程中, 旋轮与钼板的接触弧依次变为 $\widehat{A_2A_N}$ 、 $\widehat{A_3A_N}$, α 相应减小为 30° 、 22° , 在第 4 道次的旋压过程中, 旋轮接触钼板在 A_N 点处以近似“点接触”的方式碾压钼金属, α 约为 5° 。这一结果与高强度材料成形角选择 $25^\circ \sim 30^\circ$ 的传统结论^[8,15,20]不同。

(3) 旋轮尖角半径 ρ

钼坩埚热态旋压旋轮与传统的 α 型旋轮不同, 由 3 个不同曲率半径的圆弧 (ρ_1 、 ρ 、 ρ_2) 组成 (图 6b), 分为趋进角 (ρ_1 和 $\widehat{AA_1}$)、工作角 ($\widehat{A_1A_N}$)、修光角 ($\widehat{A_NB}$) 和退出角 (ρ_2) 等 4 个部分, 其中, 工作角和修光角是钼坩埚精确成形作用部位, 其曲率半径 ρ 对钼板成形性和成形质量影响较大。 ρ 越大, 旋轮与工件的接触面越大, 旋轮运动轨迹的重叠部分增加, 钼坩埚外表面的表面粗糙度较低, 但旋压载荷 (径向力和轴向力) 增大, 易造成待变形部分毛坯失稳; ρ 越小, 旋压载荷越小, 钼坩埚的贴模性越好, 但易于造成类似车刀的“切削”现象, 使钼板内部的微裂纹迅速扩展为钼坩埚的穿透性裂纹 (图 7)。本实验确定钼坩埚的热态旋压旋轮尖角半径 ρ 为 8~12 mm。

(4) 旋轮半径 D_ρ

旋轮半径 D_ρ 对金属的切向流动、钼坩埚的外表面粗糙度、旋轮载荷均有影响。 D_ρ 过小将使金属的切向流动增加, 钼坩埚外表面周向不圆整, 甚至导致钼坩埚在芯模上旋转; D_ρ 过大使旋轮轴的力臂增大, 旋压

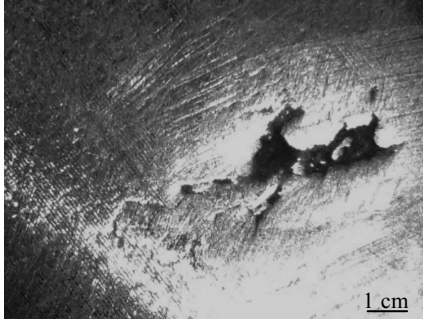


图 7 钼坩埚侧壁穿透性裂纹

Fig.7 Penetrated crack in the wall of molybdenum crucible

力相应增大。在本实验条件下，当旋轮最大旋压力为 150 kN 时，钼坩埚的热态旋压旋轮半径 D_p 为 240~280 mm。

(5) 旋轮安装角 β

旋轮安装角 β (图 6a) 是决定整个旋压机受力状况的至关重要的设备参数。 β 过大将使旋轮尖角部分过深地压入钼坩埚已变形区与待变形区的过渡区，使金属流向旋轮前面，壁厚偏离正弦律，从而造成极粗糙的锯齿形外表面。 β 过小将使旋轮尖角部分与芯模同步转动，无法形成旋压力。但 β 多为设备厂家的固定设计，无法作为工艺参数进行实验优化。

(6) 旋轮布局

由于钼金属的塑性较差，采用单个旋轮成形效率较低，同时容易造成坩埚整体受力不对称，对芯模和主轴的挠度和振动较大，因此采用双旋轮，以主轴为中心线对称布置，2 个旋轮的轴向位置相差 0.2~0.5 mm，形成错距旋压，前旋轮的尖角半径 ρ 较大 (10~12 mm)，用于钼坩埚的初步成形，后旋轮的尖角半径 ρ 较小 (8~10 mm)，用于钼坩埚的壁厚控制和内表面精整。

2.4 钼坩埚旋压工艺分析

(1) 旋轮轨迹

钼坩埚的旋轮轨迹如图 8 所示，每条旋轮轨迹线都是沿着 A→B→C→D→E→F→G→H→I→J→K 的顺序，由正刀曲线、反刀曲线、进刀曲线、贴模曲线、退出曲线等 5 段曲线组成，其中， \widehat{AB} 段为正刀曲线，用于钼板的形状变化，属于典型的普通旋压； \widehat{BC} 、 \widehat{CD} 、 \widehat{DE} 段为退出曲线，用于调整后续反刀曲线的旋轮起始位置； \widehat{EF} 段为反刀曲线，用于钼板的形状变化，属于典型的普通旋压； $\widehat{FG'}$ 、 $\widehat{G'G}$ 段为进刀曲线，用于坩埚“锥形”贴近芯模而准确成形，既有剪切变形又有流动变形，属于典型的剪切-流变复合旋压； \widehat{GH} 、

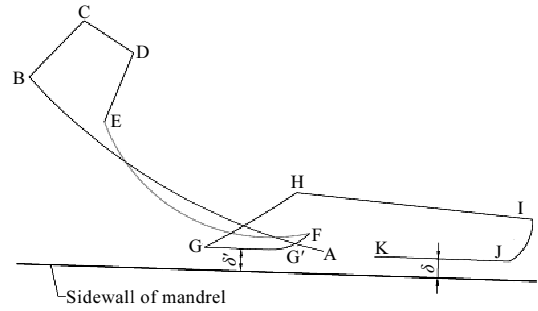


图 8 钼坩埚旋轮轨迹示意图

Fig.8 Schematic diagram of roller trace during the spinning processing of molybdenum crucible

\widehat{HI} 、 \widehat{IJ} 段为退出曲线，用于调整后续贴模曲线的旋轮起始位置； \widehat{JK} 段为贴模曲线，用于坩埚的壁厚控制和内表面质量精整，属于典型的流动旋压。因此，每个旋轮轨迹循环对钼金属进行 4 段旋压曲线的连续变形。

由于钼坩埚是钼板一次性旋压成形，没有区别很分明的旋压道次，道次减薄率、旋轮道次进给量都是在旋轮轨迹的不同曲线段通过调整旋轮轴向进给速度和主轴转速来实现。

(2) 芯模-旋轮间隙 δ

芯模-旋轮间隙 δ 包括进刀曲线直线段 $\overline{G'G}$ 与芯模母线之间的间隙 δ' 和贴模曲线 \widehat{JK} 与芯模母线之间的间隙 δ 。这 2 个间隙值都决定着钼坩埚的壁厚和内表面粗糙度，可根据旋压机的弹性变形、液压系统的退让、钼金属的弹性回弹量来经验调整。由于钼属于脆性金属，在保证钼坩埚最小壁厚的前提下，芯模-旋轮间隙 δ 应尽可能取较小值。在本实验条件下， δ' 、 δ 分别优化为坩埚壁厚的 0.9~0.95 倍和 0.8~0.85 倍。

(3) 道次减薄率 ψ_r

在每个旋轮曲线中，正刀和反刀曲线的道次变形量可忽略不计，进刀曲线的道次减薄率 $\psi_r^{(1)}$ 取决于进刀曲线-芯模间隙 δ' 、钼金属的反向塑性变形量、正刀和反刀曲线压下量等 3 个因素。进刀曲线-芯模间隙 δ' 可预先设定。当旋轮按照图 6 所示向左运动时，每次旋轮进刀与钼金属的接触局部位置类似于平面轧制 (图 6b)，在旋轮的碾压作用下，钼金属在主要产生向左塑性流动的同时，必然产生向右的塑性流动，进而将导致钼坩埚厚度增加。如果正刀曲线压下量过大，致使相邻道次压下的钼板互相“支撑”成拱桥状，反刀曲线难以将拱起的多余金属压贴到芯模表面，进刀曲线根本就没有发挥作用；通过将图 8 中正刀曲线的 B 点端向后调整 (使其倾斜程度和道次压下量减小)，增加正刀曲线数量 (以减小其道次变形量)，将反刀

曲线的起始点 E 抬高（使其压下作用变大），可获得形状尺寸完好的钼坩埚侧壁部分。贴模曲线的道次减薄率 $\psi_t^{(2)}$ 取决于贴模曲线 \overline{JK} 与芯模母线之间的间隙 δ 和钼金属的反向塑性变形量。在本实验条件下，分别设定 δ' 、 δ 为坩埚壁厚的 0.9~0.95 倍和 0.8~0.85 倍，采用合适的旋轮轨迹曲线，可将壁厚 4.5 mm 的钼板旋压成厚度 2.8 mm 的钼坩埚侧壁（即图 1 中 δ_4 ），即获得 37% 的道次减薄率。这个道次减薄率是由 1 道进刀曲线和 2 道贴模曲线形成，正好符合钼金属 400~600 °C 延伸率 10%~15%^[21] 的塑性范围。

（4）旋轮进给量 f 和主轴转速 n

旋轮进给量 f 和主轴转速 n 密切相关，决定着零件尺寸精度、旋压力和道次减薄率。旋轮进给量 f 过大易引起坯料失稳堆积起皮，过小易旋压出椭圆形。钼坩埚的周向壁厚不均、内表面圈状波纹较多等问题均是由于进刀和贴模曲线的主轴转速 n 过快，致使进刀和贴模曲线的旋轮进给量 f 过大，类似于“螺纹的螺距增大”，坩埚周向各部分受到的减薄率不均所致。一般地，体心立方金属的旋轮进给量取 0.1~1.5 mm/r^[8]，流动旋压的旋轮进给量取 0.5~1.5 mm/r^[20]。由于钼金属的脆性较大，旋轮进给量过大造成的失效几率较大，故在本实验条件下，正刀和反刀曲线的旋轮进给量为 0.175 mm/r，主轴转速为 360~400 r/min；进刀和贴模曲线的旋轮进给量为 0.1 mm/r，主轴转速为 400 r/min。

（5）旋压温度和加热方式

钼坩埚旋压过程中各个部位的加热温度不同。在本实验条件下，旋压前坩埚底部范围内的钼板加热到 550~600 °C，然后尾顶板与推料板、芯模尾部对压，产生浅拉深变形，形成底部平面和底部锥面。如果钼板心部加热温度不够，则底部平面的平面度难以保证；如果钼板心部加热温度过高，底部锥面容易下塌。坩埚底部圆弧旋压成形时，加热温度约为 500 °C。如果温度过高，这部分金属容易向坩埚底部回流，不但减小圆弧部分的壁厚，而且影响底部锥面的形状；如果温度稍低，圆弧部分折弯和减薄的复合作用极易造成该部位残余内裂纹甚至开裂。坩埚侧壁旋压时，加热温度约为 500~550 °C。

越接近钼坩埚口部，道次减薄率越大，变形抗力越大，变形不均匀性增大，因此加热温度需增高 50~100 °C。整个旋压过程中，钼板或坩埚边缘的加热温度约为 400~500 °C，否则容易引起坩埚口部开裂。为了保证钼板或钼坩埚在不同旋压阶段、不同旋压部位的加热温度需求，本研究设计出无极调节气体加热系统（图 9），通过调整氧气比例、加热炬位置和角度，不但可实现加热温度和位置连续可调，而且可实

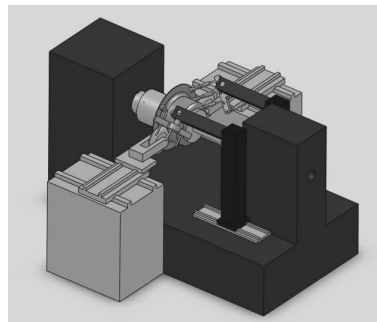


图 9 钼坩埚旋压加热系统示意图

Fig.9 Schematic diagram of gas heating system during spinning of molybdenum crucible

现同一时刻不同部位的温度不同。

2.5 钼坩埚旋压异常现象及其原因分析

（1）裂纹

钼坩埚旋压过程中可能出现底部圆弧部分外裂纹、底部圆弧部分内裂纹、侧壁部分外表面过深毛刺、口部开裂等 4 种形式的裂纹。无论哪种裂纹形式，都是影响钼坩埚质量和寿命的重要因素。侧壁部分外表面毛刺如果深度不大，可采用机械方式去除，如果深度过大，将造成钼坩埚报废。其余 3 种裂纹都将造成钼坩埚报废。

侧壁部分外表面毛刺是反刀曲线压下量过大，将前一道次正刀曲线推到前面的金属向后碾压时，造成金属折皱所致，通过修改旋压曲线的反刀起点位置，可消除该缺陷。底部圆弧部分外裂纹、底部圆弧部分内裂纹、口部开裂等 3 种裂纹均是温度较低或钼板内部缺陷所致，通过控制旋压过程各个阶段的加热温度，并严格控制钼板内部缺陷，可杜绝这 3 种裂纹缺陷。

（2）侧壁壁厚

钼坩埚侧壁壁厚存在壁厚不足、周向壁厚不均等 2 个问题。钼坩埚壁厚不足是影响钼坩埚质量和寿命的重要因素，一直是整个旋压实验的难题之一。一味地增加芯模-旋轮间隙，虽然可以解决钼坩埚的壁厚较薄问题（实验表明，间隙增大 0.1 mm，钼坩埚壁厚可增加 0.07~1.5 mm），但容易造成内表面贴模效果不佳，出现圈状波纹。因此需要修改整个旋压曲线，一是增大芯模-旋轮间隙；二是将进刀曲线和贴模曲线加长，并将相邻进刀曲线、相邻贴模曲线相互重叠，使这部分金属反复向芯模表面碾压；三是将旋轮曲线的起始位置向坩埚底部后退 0.1~0.3 mm；四是较小壁厚段旋压时，将主轴转速调高 20~50 r/min，在保证贴模效果的前提下增加壁厚。钼坩埚周向壁厚不均大多是

钼板的同板差较大引起，应通过控制钼板轧制质量来解决。

(3) 圆角部位下凸

圆角部位下凸（图 10）影响钼坩埚外观和蓝宝石单晶结晶效果，是侧壁部分金属回流所致。一是侧壁部分开始旋压时温度过高；二是侧壁部分的反刀曲线起点太接近坩埚底部。因此，必须防止过高的侧壁起始旋压温度，并将反刀曲线的起点向坩埚口部适当移动。

(4) 口部尺寸误差较大

钼坩埚的口部直径看似只是一个尺寸参数，实际上是整个旋压过程中所有几何因素和温度因素的集中体现，仅仅依靠修改芯模的口部直径，解决不了问题。钼金属的热膨胀系数为 $5.8 \times 10^{-6} \sim 6.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ，仅相当于模具钢的 1/3，因此旋压钼坩埚的口部直径往往小于图纸尺寸。由于芯模的热膨胀是复杂的体膨胀，且旋压过程各部位温度处于变化中，无法根据模具材料的热膨胀系数计算出其膨胀参数，本研究采用芯模轴向膨胀量实测值，通过先修订芯模长度、后修订芯模口部直径

的方法，可获得所有尺寸符合图纸要求的钼坩埚。

2.6 钼坩埚热处理工艺分析

表 1 和图 11 分别给出了 1050 °C/1 h 惰性气氛退火后，旋压钼坩埚自下而上各个部位的室温力学性能和金相组织。从坩埚轴向室温力学性能来看，旋压过程产生了一定的加工硬化，抗拉强度和屈服强度稍高于同等规格钼板的垂直轧制方向的强度，但由于整体变形量并不大（板厚 4.5 mm 变为坩埚厚度 2~3.5 mm，变形量仅 22.2%~55.6%），延伸率降低并不明显。对比图 5 和图 11 可看出，旋压过程使钼金属的晶粒二维

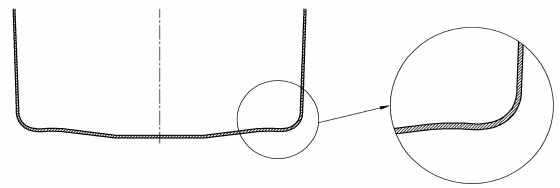


图 10 钼坩埚圆角部位下凸示意图

Fig.10 Sketch of collapsed corner of molybdenum crucible

表 1 退火态旋压钼坩埚轴向室温力学性能

Table 1 Longitudinal room-temperature mechanical properties of as-annealed molybdenum crucible

Sample	Yield strength, $R_{p0.2}$ /MPa	Tensile strength, R_m /MPa	Specific elongation, A /%	Young's modulus, G /MPa
Fig.11a	481.784	582.152	3.1	271.4
Fig.11e	459.683	575.457	3	306.1

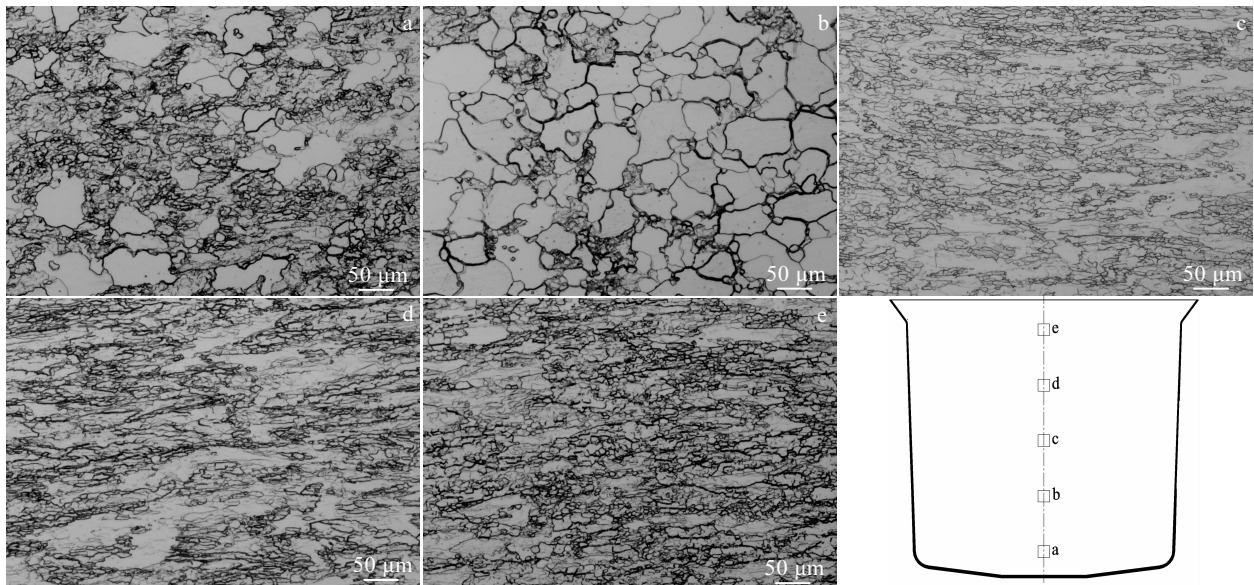


图 11 1050 °C 退火态旋压钼坩埚金相组织

Fig.11 Metallographic microstructures of molybdenum crucible after annealing at 1050 °C at different sites

尺寸数倍变大,但这不是晶粒长大的结果,而是原来板材的三维等轴晶逐渐压扁为扁平状所致,因此强度有所增强,而塑性变化不大。且越接近口部,钼金属变形量越大,强化效果越明显。

旋压过程中,钼坩埚各部位的变形差异较大,图 11 所示 5 个部位的减薄率分别为 22.3%、33.4%、38.7%、44.5%、57.4%,因此,即使在完全再结晶温度下进行退火,也很难获得较为一致的再结晶显微组织,旋压后退火的目的仅在于消除旋压过程的残余内应力,使后续线切割和使用过程中不出现异常破坏。

3 结 论

1) 开发出钼金属剪切-流动复合热态旋压工艺如下:采用经过 1050 °C/1 h 的再结晶退火处理的钼板,以 5CrNiMo 为芯模,选择首道次旋轮成形角 α 、旋轮尖角半径 ρ 、旋轮半径 D_ρ 、旋轮安装角 β 分别为 40°、8~12 mm、240~280 mm、25° 的双旋轮错距旋压,按照适当的旋轮轨迹,设定进刀和贴模曲线与芯模的间隙 δ' 、 δ 分别为坩埚壁厚的 0.9~0.95 倍和 0.8~0.85 倍,正刀和反刀曲线的旋轮进给量 0.1 mm/r,主轴转速为 400 r/min,进刀和贴模曲线的旋轮进给量均为 0.175 mm/r,主轴转速为 360~400 r/min,借助无极调节气体加热系统,在 400~600 °C 温度范围内,可实现 21.2%~58.8% 的一次性减薄率。

2) 在热交换法蓝宝石单晶结晶过程中,旋压钼坩埚的失效形式主要有变形、开裂、粘料等。旋压钼坩埚的主要质量控制要素有:严格的形状和尺寸、较高的刚度、优异的表面质量、较为均匀的变形显微组织等。

3) 钼坩埚旋压异常现象主要有底部圆弧部分外裂纹、底部圆弧部分内裂纹、侧壁部分外表面过深毛刺、口部开裂、侧壁壁厚存在壁厚不足、周向壁厚不均、圆角部位下凸、口部尺寸误差较大等。

参考文献 References

[1] Hosseini S M, Aliabad H A R, Kompany A. *The European Physical Journal B-Condensed Matter and Complex Systems* [J], 2005, 43(4): 439

[2] Akselrod M S, Bruni F J. *Journal of Crystal Growth*[J], 2012, 360: 134

[3] Dobrovinskaya E R, Lytvynov L A, Pishchik V. *Sapphire: Material, Manufacturing, Applications*(蓝宝石材料:制造、应用)[M]. Beijing: Science Press, 2013: 198

[4] Chen Songsong(陈松松). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2016

[5] Borodin A V. *Journal of Crystal Growth*[J], 2008, 310: 2141

[6] Harris D C. *Proceedings of SPIE*[C]. Washington: Society of Photo-optical Instrumentation Engineers, 2009: 1

[7] Fan Zhigang(范志刚), Liu Jianjun(刘建军), Xiao Haosu(肖昊苏) et al. *Journal of the Chinese Ceramic Society*(硅酸盐学报)[J], 2011, 39(5): 880

[8] Zhao Tao(张涛). *Spinning Forming Process*(旋压成形工艺)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009: 44

[9] Xiao Gangfeng, Zhu Ningyuan, Long Jinchuan et al. *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2018, 34: 140

[10] Huang Liang, Zeng Rong, Zhang Xiaoting et al. *Materials and Design*[J], 2014, 58: 465

[11] Zhan Mei, Wang Xianxian, Long Hui. *Materials and Design* [J], 2016, 108: 207

[12] Quigley E, Monaghan J. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2000, 103: 114

[13] Prakash R, Singhal R P. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 1995, 54: 186

[14] Zhan Mei(詹梅), Li Hu(李虎), Yang He(杨合) et al. *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2008, 15(2): 115

[15] Xu Yinli(徐银丽). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2006

[16] Li Xinbiao(李新标), Han Zhiren(韩志仁), Gao Tiejun(高铁军) et al. *Journal of Shenyang Aerospace University*(沈阳航空航天大学学报)[J], 2016, 33(1): 32

[17] Chen Songsong(陈松松), Zuo Ran(左然), Di Chenying(狄晨莹) et al. *Journal of Synthetic Crystals*(人工晶体学报)[J], 2016, 45(3): 590

[18] Khattak C P, Guggenheim P J, Schmid F. *Proceedings of SPIE*[C]. Washington: Society of Photo-optical Instrumentation Engineers, 2003: 47

[19] Xu Chenghai(许承海). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2007

[20] Zhao Yunhao(赵云豪), Li Yanli(李彦利). *The Technology and Application of Spinning*(旋压技术与应用)[M]. Beijing: China Machine Press, 2007: 71

[21] Wang S J, Wang H, Du K et al. *Nature Communications*[J], 2014, 5(5): 3433

Hot Power Spinning Processing of Molybdenum Plates

Feng Pengfa^{1,2}, Dang Xiaoming^{1,2}, Zhang Changle¹, Zhao Hu^{1,2}, Wang Na^{1,2}, Li Fuguo³

(1. Jinduicheng Molybdenum Co. Ltd, Xi'an 710077, China)

(2. Shaanxi Provincial Key Laboratory for Advanced Molybdenum Metallurgy Technology, Xi'an 710077, China)

(3. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The service process of a spun molybdenum crucible used for sapphire crystal growth and effects of different parts of the crucible on the growth of sapphire crystal were analyzed; based on the analyses, the failure mode and elements of quality control of spun molybdenum crucible were proposed. The hot spinning processing of molybdenum plate was developed, and its processing parameters, including spinning wheel load factors (roller forming angle α , roller radius D_ρ , roller radius ρ , adjusting angle β and wheel layout), wall thinning rate ψ_t , roller feed f , core mould-roller clearance δ , spindle speed n , spinning temperature, heating method, annealing temperature and annealing time, were experimentally studied. The affecting factors, causes and solutions of molybdenum crucible defects, including outer and inner cracks in bottom corners, deep burrs in outside surface of side walls, cracks in open ends, collapsed bottom corner, insufficient wall thickness, circumferential uneven thickness and size errors in open ends, were comprehensively discussed. Meanwhile the evolution law of microstructure during the spinning process of molybdenum metal was presented.

Key words: hot multi-spinning processing; spun molybdenum crucible; sapphire single crystal; molybdenum

Corresponding author: Feng Pengfa, Ph. D., Professor, Jinduicheng Molybdenum Co. Ltd, Xi'an 710077, P. R. China, Tel: 0086-29-88411102-5803, E-mail: fengpengfa@tsinghua.org.cn