

ЗМІСТ

РЕДАКЦІЙНА КОЛЕГІЯ

Вчені ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАНУ, м. Київ:

С.В. Ахонін (головний редактор),

**В.О. Березос, В.А. Костін, І.В. Кривцун,
Л.Б. Медовар, Г.П. Стопченко, А.І. Устїнов,
В.О. Шаповалов;**
М.І. Гречанюк, Інститут проблем
матеріалознавства НАНУ, м. Київ,

М. Зініград, Аріельський університет,
Центр матеріалознавства, Ізраїль,

О.М. Івасішин, Інститут металофізики
ім. Г.В. Курдюмова НАНУ, м. Київ,

П.І. Лобода, НТУУ

«КПІ ім. Ігоря Сікорського», м. Київ,

Г. Младенов, Інститут електроніки,
м. Софія, Болгарія,

О.В. Овчинников, ЗНТУ, м. Запоріжжя,

С.Я. Шипицин, ФТМС НАНУ, м. Київ

Засновники

Національна академія наук України,

Інститут електрозварювання

ім. Є.О. Патона НАНУ,

Міжнародна Асоціація «Зварювання» (видавець)

Редакція

Д.М. Дяченко (відповід. секретар),

Л.М. Герасименко, Т.Ю. Снегірьова

Адреса

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАНУ,

03150, Україна, Київ,

вул. Казимира Малевича, 11

Тел./факс: (38044) 200 82 77, 205 22 07

E-mail: journal@paton.kiev.ua

www.patonpublishinghouse.com

 Журнал входить до переліку затверджених
Міністерством освіти і науки України видань
для публікації праць здобувачів наукових ступенів
за спеціальностями 132, 133

Наказ МОН України № 409 від 17.03.2020

 Рекомендовано до друку
редакційною колегією журналу

Свідоцтво про державну реєстрацію

КВ № 24212-14052 ПР від 03.12.2019

ISSN 2415-8445

 DOI: <https://doi.org/10.15407/sem>

Передплата 2021

Передплатний індекс 70693

4 випуски на рік (видається щоквартально)

Друкована версія: 960 грн. за річний комплект

з урахуванням доставки

рекомендованою бандероллю.

Електронна версія: 960 грн. за річний комплект

НОВИНИ 3

ЕЛЕКТРОШЛАКОВА ТЕХНОЛОГІЯ

Протоковілов І.В., Порохонько В.Б., Петров Д.А. Вплив зовнішнього
поздовжнього магнітного поля на електричні режими ЕШП 5

Кусков Ю.М., Шевченко В.Ю., Коржик В.М. Модернізація печей
ЕШП в установках для ЕШН прокатних валків у струмопідвідному
кристалізаторі 9

ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВІ ПРОЦЕСИ

Ахонін С.В., Пікулін О.М., Березос В.О., Северин А.Ю., Єрохін О.Г.
Виробництво зливків титану з регламентованим вмістом кисню
способом електронно-променевої плавки 13

*Курапов Ю.А., Осокін В.О., Дідікін Г.Г., Крушинська Л.А., Литвин С.С.,
Борецький В.В.* Отримання наночастинок на основі Fe в матриці NaCl
способом EB-PVD на обертовій підкладці 19

ВАКУУМНО-ДУГОВИЙ ПЕРЕПЛАВ

Капустян О.С., Овчинникова І.А. Отримання деформованих
напівфабрикатів цирконієвого сплаву із зливків, виплавлених способом
дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі 28

МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

*Берднікова О.М., Позняков В.Д., Костін В.А., Алексєєнко Т.О.,
Жданов С.Л., Половецький Є.В.* Структура та характер руйнування
металу ЗТВ корозійностійкої сталі 06Г2БДП 35

*Григоренко С.Г., Таранова Т.Г., Костін В.А., Соломійчук Т.Г.,
Білоус В.Ю., Вржижевський Е.Л.* Вплив термічної обробки на структуру
та характер руйнування зварних з'єднань економного легированого
титанового сплаву 42

Піскуп Н.В. Процеси структуроутворення при спрямованій кристалізації
жароміцного інтерметалідного сплаву системи TiAl та їх вплив на
підвищення пластичності матеріалу 49

ІНФОРМАЦІЯ

3D-друк космічних ракет 58

 Міжнародна конференція «Наноматеріали: застосування
та властивості» 59

Дисертація на здобуття наукового ступеня 12

EDITORIAL BOARD

Scientists of E.O. Paton Electric Welding Institute
of NASU, Kyiv:

S.V. Akhonin (Editor in Chief),

V.O. Berezos, V.A. Kostin, I.V. Krivtsun,

L.B. Medovar, G.P. Stovpchenko, A.I. Ustinov,
V.O. Shapovalov;

M.I. Grechanyuk, Institut for Problems of Material
Science of NASU, Kyiv,

M. Zinigrad, Ariel University,

Materials Science Centre, Israel,

O.M. Ivasishyn, G.V. Kurdyumov Institute

for Metal Physics of NASU, Kyiv,

P.I. Loboda, NTUU «Igor Sykorsky

Kyiv Polytechnic Institute», Kyiv,

G. Mladenov, Institute of Electronics

Bulgarian Academy of Sciences, Sofia, Bulgaria,

O.V. Ovchynnikov, Zaporozhye National Technical
University, Ukraine,

S.Ya. Shpytsyn, Physico-Technological
Institute of Metals and Alloys, Kyiv

Founders

National Academy of Sciences of Ukraine,
E.O. Paton Electric Welding Institute of NASU,
International Association «Welding» (Publisher)

Editors

D.M. Diachenko (execut. secretary),

L.M. Gerasymenko, T.Yu. Snegiryeva

Address

E.O. Paton Electric Welding Institute of NASU,
03150, Ukraine, Kyiv,

11 Kasymyr Malevych Str.

Tel./Fax: (38044) 200 82 77, 205 22 07

E-mail: journal@paton.kiev.ua

www.patonpublishinghouse.com

The Journal is included in the list of publications
approved by the Ministry of Education and Science
of Ukraine for the publication of works of applicants
for academic degrees in specialties 132, 133
Order of the MES of Ukraine № 409 of 17.03.2020

Recommended for printing editorial board
of the Journal

Certificate of state registration
of KV № 24212-14052PR dated 03.12.2019

ISSN 2415-8445

DOI: <https://doi.org/10.15407/sem>

Subscription 2021

Subscription index 70693

4 issues per year (issued monthly),
back issues available.

\$72, subscriptions for the printed (hard copy) version,
air postage and packaging included.

\$60, subscriptions for the electronic version
(sending issues of Journal in pdf format
or providing access to IP addresses).

CONTENTS

NEWS 3

ELECTROSLAG TECHNOLOGY

Protokovilov I.V., Porokhonko V.B., Petrov D.A. Influence of external
longitudinal magnetic field on ESR electric modes 5

Kuskov Yu.M., Shevchenko V.Yu., Korzhik V.M. Modernization of ESR
furnaces into installations for ESS of mill rolls in a current-carrying
mould 9

ELECTRON BEAM PROCESSES

Akhonin S.V., Pikulin O.M., Berezos V.O., Severin A.Yu., Erokhin O.G.
Production of titanium ingots with regulated oxygen content by electron
beam melting 13

*Kurapov Yu.A., Osokin V.O., Didikin G.G., Krushynska L.A., Lytvyn S.Ye.,
Boretskyi V.V.* Receive Fe-based nanoparticles in a NaCl matrix by
EB-PVD on a rotating substrate 19

VACUUM-ARC REMELTING

Kapustian O.Ye., Ovchynnykova I.A. Manufacturing deformed semi-
finished zirconium alloy products from ingots, melted by the method of
nonconsumable-electrode arc remelting in a skull furnace 28

MATERIALS SCIENCE

*Berdnikova O.M., Poznyakov V.D., Kostin V.A., Alekseenko T.O.,
Zhdanov S.L., Polovetskyi E.V.* Structure and fracture mode of HAZ
metal of corrosion-resistant 06G2BDP steel 35

*Grigorenko S.G., Taranova T.G., Kostin V.A., Solomijchuk T.G., Bilous V.Yu.,
Vrzhizhevskyi E.L.* Influence of heat treatment on the structure and fracture
mode of welded joints of sparsely-alloyed titanium alloy 42

Piskun N.V. The processes of structure formation during directional
crystallization of heat-resistant intermetallic alloy of TiAl system and
their influence on increase of material plasticity 49

INFORMATION

3D Printing of Space Rockets 58

International Conference «Nanomaterials: Applications & Properties» 59

Dissertation for a scientific degree 12

ЗАПРОВАДЖЕННЯ НАЦІОНАЛЬНОЇ ПРЕМІЇ ІМЕНІ БОРИСА ПАТОНА

15 квітня 2021 р. Верховна Рада України ухвалила закон 5327 «Про внесення змін до статті 11 Закону України «Про державні нагороди», яким запроваджується Національна премія імені Бориса Патона.

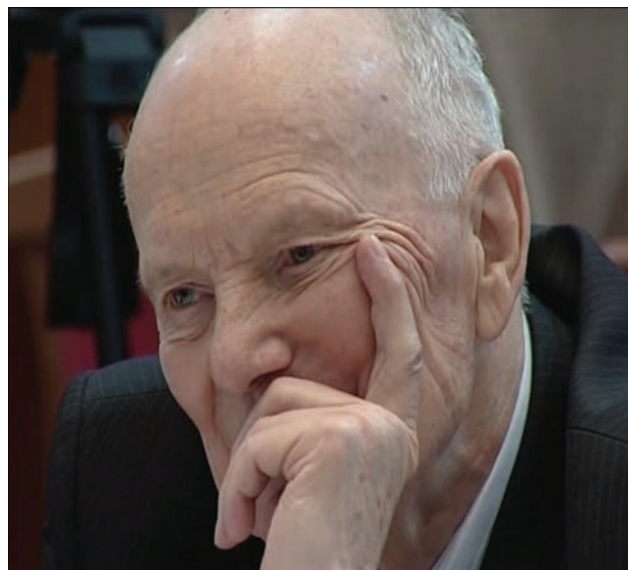
Реалізація акта матиме позитивний вплив на сферу наукової і науково-технічної діяльності в цілому, оскільки він спрямований на увічнення пам'яті видатного українського вченого, організатора науки академіка Бориса Патона, якому були притаманні відданість своєму покликанню та невтомний творчий пошук, що надихатиме на наукові звершення наступні покоління вчених.

Борис Патон — державний та громадський діяч, Президент Національної академії наук України з 1962-го до 2020-го року, директор Інституту електрозварювання імені Є.О. Патона Національної академії наук України, Герой України, академік. Помер 19 серпня 2020 р. у віці 101 рік.

Розмір премії визначається кожного року Указом Президента України в установленому порядку.

Закон розроблено Міністерством освіти і науки за ініціативи Президента України щодо увічнення пам'яті

Героя України, видатного українського вченого та організатора науки Бориса Патона.



В УЗБЕКИСТАНІ ЗАПУЩЕНО НОВИЙ ЕЛЕКТРОДНИЙ ЗАВОД — «МОНОЛІТ АЗІЯ»



В липні 2020 р. компанія «ПлазмаТек» в рамках проекту по розширенню присутності в країнах Середньої Азії ввела в експлуатацію завод «Моноліт Азія» з виробництва електродів в Узбекистані в м. Ташкент.

Виробничі потужності заводу розраховані на 1,5 тис. т електродів з рутіловим та основним покриттям. Після виходу обладнання на проектні показники загальна потужність Групи компаній з заводами в Україні, Білорусі та Узбекистані збільшиться до 7 тис. т електродів на місяць.

ПАТОН ІНТЕРНЕШНЛ — ОДИН З НАЙБІЛЬШИХ ВИРОБНИКІВ ЗВАРЮВАЛЬНИХ ЕЛЕКТРОДІВ В УКРАЇНІ

Компанія «ПАТОН ІНТЕРНЕШНЛ» — провідний виробник зварювального обладнання та матеріалів на території України і країн СНД, які успішно застосовуються практично у всіх галузях економіки: від житлово-комунального сектора до важкого машино- і суднобудування. В асортименті продукції ПАТОН™ більше 35 позицій зварювального обладнання, а також більше 10 марок електродів для ручного дугового зварювання, які Компанія почала виробляти в 2016 р.

Продукція Компанії поставляється в більш ніж 50 країн по всьому світу і зварювальні електроди займають в структурі таких поставок одну з ключових позицій. Загальний обсяг експортних поставок електродів тільки в 2020-му році склав понад 4000 т.

У найближчих планах ПАТОН ІНТЕРНЕШНЛ — розширення номенклатури електродів і нарощування обсягів випуску за рахунок виходу на нові ринки збу-

ту. Це дозволить Компанії в недалекому майбутньому вийти на лідируючі позиції даного сегмента ринку і закріпити свій статус провідного українського виробника як зварювального обладнання, так і зварювальних матеріалів.



НАБІР СТУДЕНТІВ 2021

Приймальна комісія Інституту матеріалознавства та зварювання ім. Є.О. Патона при НТУУ «КПІ ім. Ігоря Сікорського» об'являє набір студентів за спеціальностями:

132 МАТЕРІАЛОЗНАВСТВО

Освітні програми:

- нанотехнології та комп'ютерний дизайн матеріалів;
- металознавство та комп'ютерне моделювання процесів термічної обробки;
- металофізичні процеси та їх комп'ютерне моделювання.

136 МЕТАЛУРГІЯ

Освітні програми:

- комп'ютеризовані процеси лиття;
- спеціальна металургія.

131 ПРИКЛАДНА МЕХАНІКА

Освітні програми:

- лазерна техніка та комп'ютеризовані процеси фізико-технічної обробки матеріалів;
- технології та інжиніринг у зварюванні;
- технологічні системи інженерії з'єднань і поверхонь.



Інститут матеріалознавства та зварювання ім. Є.О. Патона розпочав роботу з 1 липня 2020 р.

ПЛАНИ РЕКОНСТРУКЦІЇ МОСТУ ІМ. Є.О. ПАТОНА

В 2020-му році фахівці ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України виконали технічне обстеження несучих зварних металоконструкцій мосту ім. Є.О. Патона.



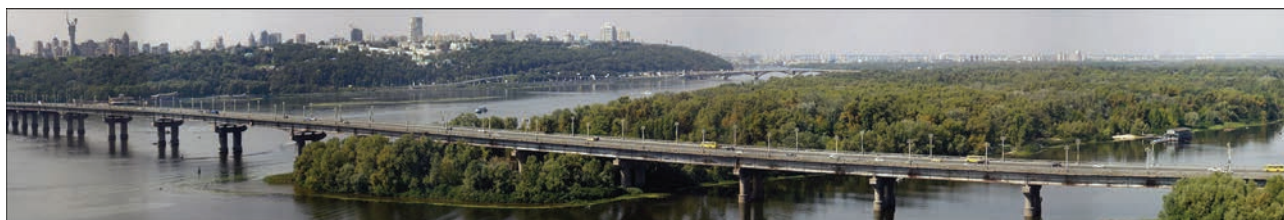
Під час відкриття мосту

Перший у світі суцільнозварний автомобільний міст довжиною 1543 м і шириною 27 м введено в експлуатацію 1 листопада 1953 р. Міст балочної конструкції

з суцільними головними балками двотаврового перерізу довжиною 58 і 57 м, висотою 3,6 м, 26-пролітний, з опорами на кесонній основі. Пролітні споруди складаються з 264-х однотипних блоків довжиною 29 м, під час монтажу яких було зварено 10668 м швів.

Про необхідність реконструкції мосту заговорили у 1990-ті роки. Але на той час на це не було коштів. У 2008 р. про реконструкцію заговорили знову у зв'язку з підготовкою до Чемпіонату Європи з футболу у 2012 р. Був навіть розроблений проект, за яким планувалося зняти залізобетонне покриття і замінити більш легким металевим. За рахунок зменшення навантаження несучі балки змогли б витримати 8 смуг руху замість 6-ти. Загальну ширину мосту збільшили б до 38 м. Втім через фінансові проблеми реконструкцію відклали на невизначений термін. У 2020 р. міст визнано аварійним, проте на підготування всіх документів потрібно ще 2 роки. На мосту вже закрили 2 крайні смуги через небезпеку.

Результати технічного обстеження передані інституту Укрпроектстальконструкція, який є головним в розробці проекту ремонту мосту.



ВПЛИВ ЗОВНІШНЬОГО ПОЗДОВЖНЬОГО МАГНІТНОГО ПОЛЯ НА ЕЛЕКТРИЧНІ РЕЖИМИ ЕШП

І.В. Протоковілов, В.Б. Порохонько, Д.А. Петров

ІЕЗ ім. Є. О. Патона НАН України.

03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Досліджено вплив зовнішнього поздовжнього постійного і імпульсного магнітних полів на електричні режими ЕШП. Експерименти проводили при переплаві витратних електродів з технічного титану ВТ1-0 діаметром 70 мм в мідному водоохолоджуваному кристалізаторі діаметром 105 мм. Зовнішнє поздовжнє магнітне поле індукцією 0,1...0,28 Тл створювали соленоїдом, розташованим ззовні кристалізатора. Встановлено, що застосування постійного поздовжнього магнітного поля призводить до зменшення на 12...20 % струму плавки і збільшення амплітуди його коливань до 15...18 %. При застосування імпульсного поздовжнього магнітного поля зменшення струму плавки має циклічний характер, а величина його падіння може сягати 70...80 %. Запропоновано механізми впливу поздовжнього магнітного поля на струм ЕШП, які полягають в зміні площі контакту витратного електрода з рідким шлаком внаслідок вібрацій і прогину вільної поверхні шлакової ванни. Біблогр. 6, рис. 4.

Ключові слова: електрошлаковий переплав; поздовжнє магнітне поле; імпульсне поле; шлакова ванна; струм плавки; електричні режими

У роботах [1, 2] показано позитивний вплив зовнішніх електромагнітних полів на структуру і властивості електрошлакового металу. Відзначається, що механізм дії магнітних полів на процес ЕШП полягає у взаємодії зовнішнього магнітного поля з робочим струмом, що протікає в розплавах шлаку і металу, в результаті чого в згаданих розплавах утворюються об'ємні електромагнітні сили, які впливають на їх гідродинаміку. Завдяки цьому досягаються необхідні металургійні ефекти, метою яких є гомогенізація і подрібнення структури литого металу.

Слід підкреслити, що електрошлаковий процес є сприятливим з точки зору електромагнітного керування. Це пов'язано з тим фактом, що при ЕШП через розплави шлаку і металу протікають потужні електричні струми. Через це при ЕШП нема необхідності застосовувати складні і енерговитратні електромагнітні пристрої індукційного типу задля створення в розплавах шлаку і металу електричного струму індукційним способом [3–5]. Крім того ЕШП характеризується широким інтервалом стабільних режимів його протікання, що розширює границі можливого використання електромагнітних впливів при даній технології.

Електричні параметри є одними із основних характеристик процесу ЕШП. Від них залежать теплова потужність переплаву, характер плавлення електрода і умови кристалізації зливка. Експерименти із застосування магнітних полів при ЕШП показали помітний їх вплив на електричні параметри процесу, перш за все на струм переплаву. Проте чітких уявлень про особливості і механізми дії магнітних полів

на струм переплаву досі не було. Це зумовило актуальність проведення експериментальних досліджень щодо впливу зовнішнього поздовжнього магнітного поля на електричні режими ЕШП.

Методика проведення експериментів. Схема експериментальної установки наведена на рис. 1. Експерименти проводили в електрошлаковій печі камерного типу при переплаві витратних електродів з технічного титану ВТ1-0 діаметром 70 мм в мідному водоохолоджуваному кристалізаторі діаметром 105 мм. Використовували фторидно-хлоридний флюс АН-Т4 та «твердий» старт електрошлаково-

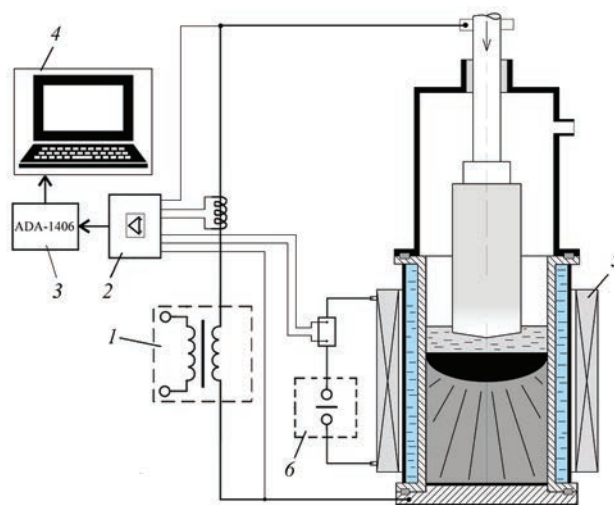


Рис. 1. Схема установки для проведення експериментів: 1 — трансформатор ТШП-10000-1; 2 — перетворювач сигналів з гальванічною ізоляцією; 3 — аналого-цифровий перетворювач; 4 — комп'ютер; 5 — електромагнітна система; 6 — джерело живлення електромагнітної системи

І.В. Протоковілов — <https://orcid.org/0000-0002-5926-4049>, В.Б. Порохонько — <https://orcid.org/0000-0002-6490-7221>; Д.А. Петров — <https://orcid.org/0000-0003-2937-9299>

го процесу. Живлення здійснювали пічним трансформатором ТШП-10000-1 з жорсткою вольт-амперною характеристикою. Поздовжнє магнітне поле створювали соленоїдом, розташованим ззовні кристалізатора. Експерименти проводили без та із застосуванням постійного та імпульсного магнітних полів індукцією 0,1...0,28 Тл при інших рівних умовах. Реєстрацію параметрів процесу здійснювали з використанням комп'ютерної техніки і програмного продукту LabVIEW.

Результати експериментів та їх обговорення.

Реєстрограми режимів дослідних плавки наведені на рис. 2. Аналіз отриманих даних свідчить, що в усіх експериментах електрична напруга на шлаковій ванні у період стаціонарного плавлення електрода була стабільною і змінювалася незначно. Це пов'язано із жорсткою вольт-амперною характеристикою джерела живлення електрошлакового процесу — трансформатора ТШП-10000-1.

В експериментах без використання магнітного поля струм плавки був достатньо стабільним (рис. 2, а). Його коливання в процесі ЕШП були

незначними, їх величина в середньому не перевищувала 5 %. На реєстрограмах струму іноді спостерігались «прогини» з плавним характером падіння та зростання струму, що пов'язано із характером роботи механізму подавання електрода. Загалом, це типова діаграма струму, яка дає підстави стверджувати, що процес ЕШП був стабільним.

Використання постійного зовнішнього магнітного поля індукцією 0,2 Тл викликало деяку дестабілізацію струму плавки (рис. 2, б). Застосування магнітного поля призвело, по перше, до зменшення на 12...20 % струму плавки, по друге, до збільшення амплітуди його коливань до 15...18 %. Очевидно це пов'язане, в першу чергу, з вібраціями, які виникають в шлаковій ванні внаслідок взаємодії змінного струму плавки з постійним магнітним полем. Згадані вібрації призводять до коливань поверхонь шлакової та металевої ванн, внаслідок чого постійно змінюються площа і щільність контакту витратного електрода з рідким шлаком і відстань між торцем електрода та дзеркалом металевої ванни. Через це струм плавки є нестабільним. Такий вплив по-

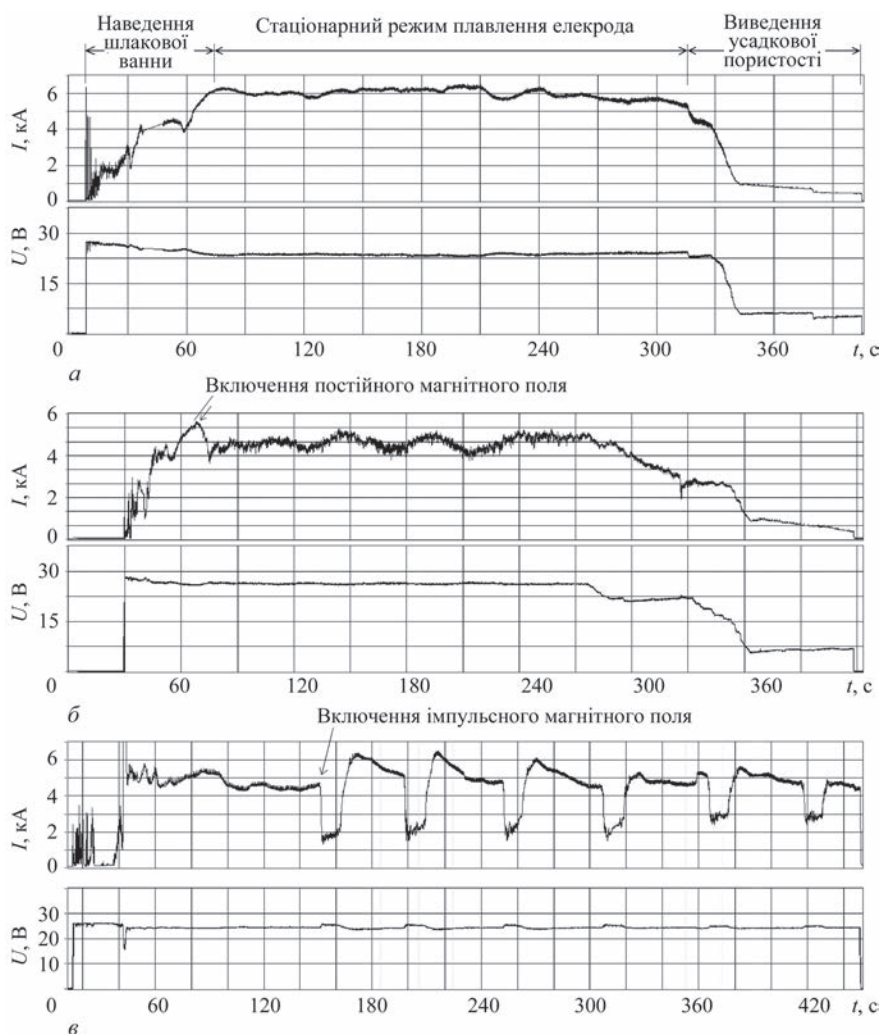


Рис. 2. Реєстрограми електричного струму і напруги при ЕШП: а — без використання магнітного поля; б — із використанням постійного магнітного поля індукцією 0,2 Тл; в — із використанням імпульсного магнітного поля індукцією 0,28 Тл, $t_{\text{им}} = 10$ с, $t_{\text{н}} = 40$ с

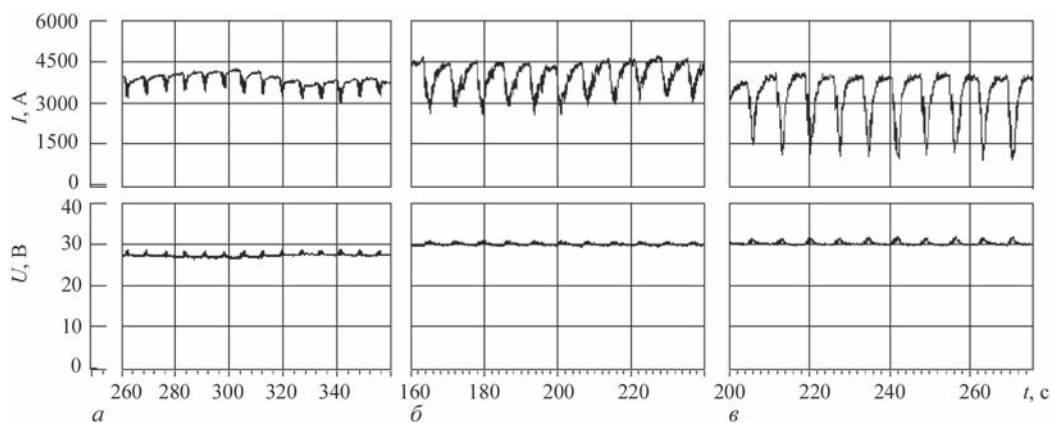


Рис. 3. Фрагменти реєстрограм ЕШП із використанням імпульсних магнітних полів: a — $B = 0,1$ Тл, $t_{\text{имп}} = 0,8$ с; b — $B = 0,22$ Тл, $t_{\text{имп}} = 0,8$ с; $в$ — $B = 0,22$ Тл, $t_{\text{имп}} = 1,8$ с

стійного магнітного поля на струм плавки спостерігається протягом всього періоду його дії.

На рис. 2, $в$ представлені реєстрограми електричного струму і напруги при використанні імпульсного магнітного поля індукцією $0,28$ Тл з тривалістю імпульсів його дії ($t_{\text{имп}}$) 10 с та пауз ($t_{\text{п}}$) 40 с. Як видно, реєстрограма струму плавки кардинально відрізняється від попередніх випадків. На ній чітко помітно дію імпульсів магнітного поля. Вона проявляється в різкому падінні струму плавки в момент включення магнітного поля на $70...80\%$. В межах тривалості дії імпульсу магнітного поля струм плавки плавно зростає. Відключення магнітного поля призводить до різкого зростання струму і в подальші $5...6$ с він сягає максимальних значень, після чого стабілізується на початковому рівні. Таке коливання струму відбувається без цілеспрямованої зміни напруги та інших параметрів процесу.

Слід підкреслити, що, незважаючи на суттєві коливання струму плавки, дія імпульсного магнітного поля не призводила до викидів шлаку, утворення дугових розрядів та інших порушень стабільності електрошлакового процесу. Він проходив достатньо стабільно, в квазістаціонарному режимі, із циклічною зміною струму плавки і формуванням зливків з прийнятною поверхнею.

Було встановлено, що величина падіння струму при використанні імпульсного магнітного поля залежить як від величини індукції, так і від тривалості імпульсів його дії. На рис. 3 наведені фрагменти реєстрограм процесу ЕШП із використанням магнітних полів різної індукції і тривалості імпульсів. Тривалість пауз та інші параметри процесу ЕШП були однаковими. Видно, що при застосуванні магнітного поля індукцією $0,1$ Тл із короткотривалими імпульсами ($t_{\text{имп}} = 0,8$ с) падіння струму є мінімальним (рис. 3, a). Збільшення індукції до $0,22$ Тл, при незмінній тривалості імпульсів $0,8$ с, призвело до збільшення величини падіння струму плавки, яка становила до 30% (рис. 3, b). Подальше збільшення тривалості імпульсів магнітного поля до $1,8$ с, при тій самій індукції ($B = 0,22$ Тл)

також призвело до збільшення величини падіння струму плавки, яка в цьому випадку становила $50...60\%$ (рис. 3, $в$). Тобто струм плавки зменшується тим більше, чим більше індукція магнітного поля і тривалість його імпульсів.

Механізм дії імпульсного магнітного поля на електричний струм при ЕШП наступний. Як було показано в роботі [6], застосування поздовжнього магнітного поля призводить до формування в шлаковій ванні горизонтальних обертових течій навколо вісі симетрії. Такі течії, за рахунок дії відцентрових сил, призводять до прогину вільної поверхні шлакової ванни по її вісі (рис. 4, b). Внаслідок цього зменшується глибина занурення електрода у шлакову ванну і площа його контакту з рідким шлаком. Відповідно зменшується і струм плавки. Імпульсний характер дії магнітного поля зумовлює періодичність процесів зменшення і збільшення струму плавки.

Той факт, що величина падіння струму залежить не лише від індукції магнітного поля, але і від тривалості його імпульсів, підтверджує описаний вище механізм. Це пов'язане з тим, що для формування стійких обертових течій в шлаковій ванні потрібен деякий час. Так, в роботі [6] показано, що протягом перших $0...2,5$ с дії магнітного поля швидкість обертання шлаку лінійно збільшується, а потім стабілізується на певному рівні. Це говорить про те, що швидкість обертання, глибина прогину поверхні шлакової ванни та величина падіння струму залежатимуть від тривалості імпульсів магнітного поля.

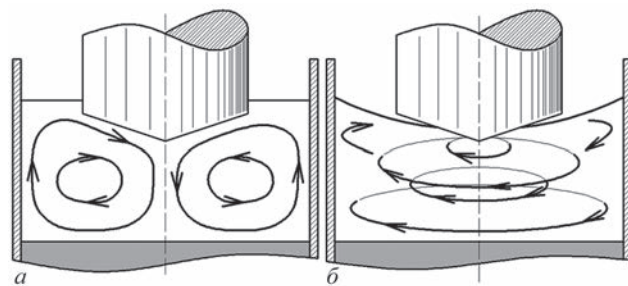


Рис. 4. Траєкторії течій шлаку і розташування електрода в шлаковій ванні при відсутності зовнішнього магнітного поля (a) та під впливом поздовжнього магнітного поля (b)

Таким чином, при імпульсному електромагнітному впливі на процес ЕШП важливим фактором є не лише величина індукції магнітного поля, але й тривалість імпульсів його дії.

Як відомо, тепловиділення в процесі ЕШП визначається електричною напругою і струмом плавки. Тому періодичні коливання струму плавки під дією імпульсного магнітного поля призводять до періодичної зміни теплової потужності процесу ЕШП. Тобто імпульсне магнітне поле викликає дискретно-порційне тепловиділення, створюючи додаткові можливості керування процесом кристалізації зливка і властивостями його металу. Крім того, імпульсне магнітне поле сприяє постійній перебудові структури гідродинамічних течій в металургійній ванні та, відповідно, забезпечує інтенсивне перемішування рідкого металу. Це перешкоджає утворенню стійких вихрових течій рідкого металу в однаковому напрямку, що може призводити до формування різного роду хімічних неоднорідностей в зливку.

Висновки

1. Встановлено, що застосування при ЕШП постійного поздовжнього магнітного поля призводить до зменшення струму плавки і збільшення амплітуди його коливань без цілеспрямованої зміни інших параметрів процесу.

2. Показано, що у випадку застосування імпульсного поздовжнього магнітного поля зменшення струму плавки має циклічний характер. Зокрема, в момент дії імпульсу магнітного поля відбувається різке падіння електричного струму плавки, величина якого залежить від індукції і тривалості імпульсів магнітного поля, а протягом паузи магнітного поля струм плавки відновлюється до початкового рівня.

3. Запропоновано механізми дії поздовжнього магнітного поля на струм ЕШП. Вони полягають в утворенні вібрацій в шлаковій ванні внаслідок взаємодії змінного струму плавки з постійним магнітним полем, а також в циклічній зміні глибини занурення електрода і площі його контакту з

рідким шлаком внаслідок прогину вільної поверхні шлакової ванни. Згадані чинники призводять до зміни електроопору міжелектродного проміжку і коливань струму плавки.

Список літератури

1. Kompan Ya.Yu., Nazarchuk A.T., Protokovilov I.V. (2006) Burn-resistant titanium of MEM technology for aeroengines. *Materials Technology. Advanced Performance Materials*, 21(2), 80–84.
2. Protokovilov I., Porokhonko V., Nazarchuk, A. (2016) ESR of titanium with electromagnetic effect on metal solidification. *Proc. of the Medovar Memorial Symposium, June 7–10, 2016*. Kyiv, Ukraine, 110–115.
3. Протоковилів І.В. (2011) МГД-технології в металургії. *Современная электрометаллургия*, 4, 32–41.
4. Тир Л.Л., Столов М.Я. (1975) *Электромагнитные устройства для управления циркуляцией расплава в электропечах*. Москва, Металлургия.
5. Верте Л.А. (1975) *Магнитная гидродинамика в металлургии*. Москва, Металлургия.
6. Протоковилів І.В., Порохонько В.Б. (2017) Физическое моделирование капельного переноса электродного металла при ЕШП с наложением импульсных магнитных полей. *Современная электрометаллургия*, 3, 9–13.

References

1. Kompan, Ya.Yu., Nazarchuk, A.T., Protokovilov, I.V. (2006) Burn-resistant titanium of MEM technology for aeroengines. *Materials Technology. Advanced Performance Materials*, 21(2), 80–84.
2. Protokovilov, I., Porokhonko, V., Nazarchuk, A. (2016) ESR of titanium with electromagnetic effect on metal solidification. In: *Proc. of the Medovar Memorial Symposium (June 7–10, 2016, Kyiv, Ukraine)*, 110–115.
3. Protokovilov, I.V. (2011) MHD-technologies in metallurgy (Review). *Sovrem. Elektrometal.*, 4, 32–41 [in Russian].
4. Tir, L.L., Stolov, M.Ya. (1975) *Electromagnetic device for control of melt circulation in electric furnaces*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
5. Verte, L.A. (1975) *Magnetic hydrodynamics in metallurgy*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
6. Protokovilov, I.V., Porokhonko, V.B. (2017) Physical modeling of electrode metal drop transfer in ESM with superposition of pulsed magnetic fields. *Suchasna Elektrometal.*, 3, 9–13 [in Ukrainian].

INFLUENCE OF EXTERNAL LONGITUDINAL MAGNETIC FIELD ON ESR ELECTRIC MODES

I.V. Protokovilov, V.B. Porokhonko, D.A. Petrov

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

The impact of external longitudinal constant and pulsed magnetic fields on ESR electric modes was studied. Experiments were conducted at remelting of consumable electrodes of 70 mm dia. from commercial purity titanium VT1-0 in a copper water-cooled mould of 105 mm dia. External longitudinal magnetic field with 0.1...0.28 T induction was created by a solenoid located outside the mould. It was found that application of a constant longitudinal magnetic field leads to 12...20 % reduction of the melting current and increase of its oscillation amplitude to 15...18 %. At application of a pulsed longitudinal magnetic field reduction of melting current is of a cyclic nature, and the magnitude of its drop can reach 70...80 %. The mechanisms of the influence of a longitudinal magnetic field on ESR current are suggested, which consist in the change of the area of contact of consumable electrode with liquid slag, as a result of vibrations and sagging of the slag pool free surface. Ref. 6, Fig. 4.

Key words: electroslag remelting; longitudinal magnetic field; pulsed field; slag pool; melting current; electric modes

Надійшла до редакції 11.05.2021

МОДЕРНІЗАЦІЯ ПЕЧЕЙ ЕШП В УСТАНОВКИ ДЛЯ ЕШН ПРОКАТНИХ ВАЛКІВ У СТРУМОПІДВІДНОМУ КРИСТАЛІЗАТОРІ

Ю.М. Кусков, В.Ю. Шевченко, В.М. Коржик

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Показана можливість модернізації печей для електрошлакового переплаву в установках для електрошлакового наплавлення прокатних валків в струмопідвідному кристалізаторі. На підставі наявного досвіду запропоновані технічні рішення, що дозволяють забезпечити стабільність процесу наплавлення і якість наплавлених валків при використанні присадних дискретних або рідких матеріалів. Бібліогр. 9, рис. 1.

Ключові слова: електрошлакове наплавлення; печі електрошлакового переплаву; установки для електрошлакового наплавлення; струмопідвідний кристалізатор; дискретні і рідкі присадні матеріали; наплавлення прокатних валків

Прокатні валки з високолегованого чавуну, які мають високі експлуатаційні властивості, знайшли широке застосування в металургії. Однак їх відновлення з використанням способів дугового наплавлення, на відміну від сталевих валків, не отримало практичного застосування із-за значних технологічних труднощів. Нові можливості нанесення на чавунну або сталеву основу шарів чавуну різного хімічного складу відкрили способи електрошлакового наплавлення (ЕШН), що забезпечують порівняно з дуговим більш сприятливий термічний цикл. Були розроблені способи електрошлакового наплавлення прокатних валків електродними дротами та електродом-трубою. Однак вони не набули великого поширення внаслідок великих технологічних і організаційних проблем.

Розробка секційного струмопідвідного кристалізатора (СПК) в ІЕЗ ім.Є.О. Патона дозволила вирішити ці проблеми [1–3]. Конструктивна відмінність СПК від звичайних кристалізаторів, що застосовуються при ЕШП і ЕШН, полягає в тому, що він є струмопідвідним секційним пристроєм, всі секції якого розташовані один над одним і роз'єднані між собою електроізоляційними прокладками. Зазвичай таких секцій три: струмопідвідна, проміжна та формуюча. Саме завдяки підводу напруги від джерела живлення до верхньої струмопідвідної секції, такий кристалізатор дозволяє використовувати при наплавленні різних деталей, в тому числі і прокатних валків, дискретні і навіть рідкі присадні матеріали різного хімічного складу. На відміну від звичайного кристалізатора ЕШП, в якому на стінку кристалізатора може протікати тільки частина струму, що складає від 10 до 90 %

загального струму [4, 5], через струмопідвідну секцію СПК протікає весь робочий струм.

При цьому, з огляду на той факт, що довжина бочки прокатного валка, що наплавляється, може досягати великої величини, необхідно тим чи іншим способом забезпечити переміщення СПК відносно наплавлюваної бочки валка або навпаки — бочки валка щодо СПК. Валок, що наплавляється, в цьому випадку повинен розташовуватися вертикально в спеціальному пристрої. Таким чином, для промислового електрошлакового наплавлення чавунних прокатних валків в СПК необхідно створити установку, яка могла б забезпечувати якісне відновлення і зміцнення таких валків.

Аналіз показує, що найбільш близьким до ЕШН прокатних валків в СПК є процес ЕШП з використанням короткого кристалізатора і дорна, які формують, відповідно, зовнішню і внутрішню поверхні великої довжини.

Метою даної роботи є оцінка можливості модернізації серійної електрошлакової печі в установку для ЕШН прокатних валків з урахуванням технологічних особливостей процесу наплавлення в СПК.

Відносно переміщення кристалізатора і валка можна здійснювати за двома технологічними схемами: валок нерухомий, а СПК переміщується вгору уздовж наплавлюваної поверхні; СПК нерухомий, а валок, що наплавляється, переміщується щодо кристалізатора.

Перша схема була випробувана при ЕШН валків дискретним присадним матеріалом (чавунним дробом) в лабораторних та промислових умовах (рисунк, а) [6–8].

До переваги першої схеми наплавлення слід віднести відносно невелику висоту установки, яка практично відповідає довжині прокатного валка (бочка + дві шийки). Однак підвищена ймовірність заклинювання і перекосу кристалізатора, особли-



Установки на базі електрошлакових печей ЕШП 10ВГ НЛМК (а) та ЕШП 20 ЗАТ «НКМЗ» (б) для наплавлення прокатних валків стану 2000

во в момент початку наплавлення, вимагає ретельного дотримання всіх вимог технології ЕШН.

Друга схема ЕШН прокатних валків застосовувалася в промислових масштабах в ЗАТ «НКМЗ» з використанням модернізованих електрошлакових печей ЕШП 20 (рисунк, б) і ЕШП 150. В якості присадного матеріалу використовувалися рідка швидкорізальна сталь і чавун, що були розплавлені в дуговій печі і дозовано подавали в робочу зону СПК за допомогою міксера-дозатора [9].

До числа переваг цієї технологічної схеми ЕШН слід віднести низьку ймовірність заклинювання валка в СПК. Для наплавлення за цією схемою повинні вибиратися і модернізуватися печі, що мають колону, висота якої повинна визначатися з урахуванням висоти розташування робочої площадки і можливістю розміщення валка в СПК при підготовці його до наплавлення і витягання валка зі СПК після наплавлення.

Відповідно до класифікації електрошлакових печей вони можуть бути одноколонними або порталними з однією або двома рухомими візками, що мають приводи переміщення різного типу. Колони можуть бути різного перерізу: круглого, квадратного, прямокутного. Більш простими у виконанні слід визнати колони прямокутного перерізу, особливо якщо їх використовувати в установках для наплавлення валків великого діаметра.

Для ЕШН прокатних валків найбільшою мірою підходять печі в порталному виконанні з двома і навіть чотирма опорними колонами, по яких переміщується горизонтальна площадка. Така конструкція печі виключає будь-які зміщення під час наплавлення кристалізатора або валка в горизонтальній площині і, відповідно, заклинювання кристалізатора або різну товщину наплавленого шару.

Слід зазначити, що при створенні установки для наплавлення на базі електрошлакової печі треба також брати до уваги відмінність обох техноло-

гічних процесів. Стабільний процес наплавлення йде при більш жорстких вимогах до співвісності колон і візків, що рухаються по ним. Це пов'язано з тим, що в порівнянні з ЕШП при наплавленні в центрі кристалізатора розташовано жорстко закріплений виріб (валок), а ширина шлакового шару і металевої ванни найчастіше становить 30...50 мм та лише іноді досягає 100 мм. У цих умовах будь-які навіть незначні коливання візків при їх переміщенні по колоні можуть порушувати плавний рух кристалізатора або валка і, відповідно, стабільність процесу наплавлення. Поліпшити показники співвісності можна за рахунок зниження люфтів у всіх рухомих парах.

При першій схемі наплавлення робоча площадка має бути жорсткою конструкцією, пов'язаною з нижнім візком колони печі. У другій схемі наплавлення робоча площадка формально не входить до складу печі, але вимоги до її жорсткості зберігаються в тій же мірі, що і в першій схемі. Слід також зазначити, що площадка є не тільки жорсткою технологічною конструкцією, на якій розташовані кристалізатор та інші пристрої, що забезпечують контроль і виконання всіх необхідних наплавлювальних операцій. В її конструкції повинна бути передбачена можливість вилучення наплавленого прокатного валка або без будь-яких змін його робочого положення за рахунок виведення кристалізатора із зони наплавлення за допомогою пневматичних, гідравлічних пристроїв або рухомого візка, або за участю візка з піддоном, що входить до складу печі, як це відбувається при ЕШП.

Кріплення та центрування валка. Незважаючи на те, що валки в більшості випадків являють собою вироби великої маси ($>> 1$ т), їх попередній і супутній підігрів можуть призводити до зміщення осей шийок по відношенню до осі бочки валка. При виготовлювальному наплавленні такі зміщення можуть бути враховані за рахунок вве-

дення певних припусків при розробці технічної документації на заготовку валка, що наплавляється. При відновному наплавленні валків ніякі зсуви осей не допускаються.

Тому в конструкції створюваної установки для наплавлення обов'язково повинно бути передбачено жорстке кріплення шийок валка. Причому фіксування положення шийки тільки шляхом введення центрувального конуса в конусний отвір торця шийки недостатньо, необхідно забезпечити фіксацію центрувального пристрою не в одній, а як мінімум в трьох точках поверхні шийки.

Торець нижньої шийки може бути обмежений в переміщеннях за рахунок посадки його на центрувальну голку або за рахунок спеціальної конструкції струмопідвода до шийки валка. При використанні плаваючої голки, що має можливість руху по вертикальній осі, слід враховувати ймовірність її заїдання під час переміщення внаслідок нагрівання шийки.

Оптимальним рішенням кріплення і центрування всіх частин валка слід вважати застосування такої схеми, коли обидві шийки об'єднані в єдине ціле, що виключає будь-яке їх відносне зміщення. Причому такий пристрій повинен дозволяти виконувати всі необхідні операції по введенню валка в СПК до наплавлення та його вилучення після.

Коротка мережа та струмопідведення. Коротка мережа установки для наплавлення повинна складатися з шинопровіда (мідні плоскі пластини) і водоохолоджуваних кабелів з струмопідвідними башмаками, що підводяться до струмоведучої секції СПК та піддону або безпосередньо до нижньої шийки валка. Слід враховувати, що в разі попереднього нагріву валка перед наплавленням без його захисту від окисної атмосфери на поверхні нижньої шийки може утворитися шар окалини, що підвищує опір в зоні електричного контакту башмака кабелю і шийки. Негативний вплив на забезпечення щільного контакту надає й охолодження нижньої шийки при тривалому виконанні наплавлення в разі, якщо цей контакт досягається нерегульованим підтисканням шпильок кріплення.

З метою зниження електричних втрат кабелі повинні бути якомога меншої довжини і добре сбіфіліровані. Крім того, вони повинні бути прокладені так, щоб усунути наведення струмів в металі робочої площадки і, відповідно, зменшити її нагрівання.

Можна вважати, що всі елементи короткої мережі електрошлакової печі можуть бути використані для створення на її базі устаткування для наплавлення.

У зв'язку з тим, що при наплавленні використовується СПК, через який проходить весь струм наплавлення, кристалізатор повинен бути електрично ізолюваним від усіх металевих частин. Причому ізоляція кристалізатора від візків повинна забезпечуватися поставленням твердих ізоляторів, тому що застосування гумових може знижувати жорсткість їх з'єднання і підвищувати ймовірність зсуву осі кристалізатора (або валка) під час їх руху.

Висновки

1. Оптимальним варіантом установок для ЕШН прокатних валків в СПК слід вважати спеціально сконструйовані апарати, що враховують всі особливості наплавлення таких виробів.

2. Використання для ЕШН прокатних валків печей ЕШП дозволяє скоротити терміни виготовлення установки для наплавлення (при наявності відповідних печей), але потребує вирішення низки завдань по досягненню стабільності процесу наплавлення і високої якості наплавлених валків.

Список літератури

1. Kuskov Yu.M. (2003) A new approach to electrosleg welding. *Welding J.*, **4**, 42–45.
2. Томиленко С.В., Кусков Ю.М. (2000) Особенности проплавления основного металла при электрошлаковой наплавке в токоподводящем кристаллизаторе. *Сварочное производство*, **6**, 7–10.
3. Кусков Ю.М. (2001) Электрошлаковые технологии изготовления и восстановления прокатных валков. *Сталь*, **8**, 70–75.
4. (1976) *Электрошлаковые печи*. Патон Б.Е., Медовар Б.И. (ред.). Киев, Наукова думка.
5. Миронов Ю.М. (2018) *Установки электрошлаковой металлургической технологии*. Москва, ИНФА-М.
6. Кусков Ю.М., Скороходов В.Н., Рябцев И.А., Сарычев И.С. (2001) *Электрошлаковая наплавка*. Москва, ООО «Наука и технологии».
7. Ксендзык Г.В., Кусков Ю.М., Комар В.И. и др. (1988) Электрошлаковая наплавка чугуновых прокатных валков штрипсового стана комбината «Криворожсталь». *Теоретические и технологические основы наплавки. Наплавка в металлургической и горнорудной промышленности*. Киев, ИЭС им. Е.О. Патона, сс. 9–11.
8. Кусков Ю.М., Куприн И.Н., Сарычев И.С. (2006) Тепловые процессы при электрошлаковой наплавке в токоподводящем кристаллизаторе прокатных валков. *Сварочное производство*, **10**, 29–32.
9. Шабанов В.Б., Свиридов О.В., Белобров Ю.Н. и др. (1999) Создание комплекса ЭШН жидким присадочным металлом рабочих валков горячей прокатки для непрерывных широкополосных станов. *Автоматическая сварка*, **9**, 51–54.

References

1. Kuskov, Yu.M. (2003) A new approach to electrosleg welding. *Welding J.*, **4**, 42–45.

2. Tomilenko, S.V., Kuskov, Yu.M. (2000) Specifics of penetration of base metal during electroslag surfacing in current-carrying mold. *Svaroch. Proizvodstvo*, **6**, 7–10 [in Russian].
3. Kuskov, Yu.M. (2001) Electroslag technologies for fabrication and repair of forming rolls. *Stal*, **8**, 70–75 [in Russian].
4. (1976) *Electroslag furnaces*. Ed. by B.E. Paton, B.I. Medovar. Kiev, Naukova Dumka [in Russian].
5. Mironov, Yu.M. (2018) *Installations for electroslag metallurgical technology*. Moscow, INFA-M [in Russian].
6. Kuskov, Yu.M., Skorokhodov, V.N., Ryabtsev, I.A., Sarychev, I.S. (2001) *Electroslag surfacing*. Moscow, LLC Nauka i Tekhnologii [in Russian].
7. Ksyondzyk, G.V., Kuskov, Yu.M., Komar, V.I. et al. (1988) Electroslag surfacing of cast iron forming rolls of skelp mill in Krivorozhstal Plant. In: *Theoretical and technological fundamentals of surfacing. Surfacing in metallurgical and mining industry*. Kiev, PWI, 9–11 [in Russian].
8. Kuskov, Yu.M., Kuprin, I.N., Sarychev, I.S. (2006) Thermal processes during electroslag surfacing in current-carrying mold of forming rolls. *Svaroch. Proizvodstvo*, **10**, 29–32 [in Russian].
9. Shabanov, V.B., Sviridov, O.V., Belobrov, Yu.N. et al. (1999) Development of installation for electroslag surfacing with liquid filler metal of hot rolls for continuous broad-strip mills. *Avtomatich. Svarka*, **9**, 51–54 [in Russian].

MODERNIZATION OF ESR FURNACES INTO INSTALLATIONS FOR ESS OF MILL ROLLS IN A CURRENT-CARRYING MOULD

Yu.M. Kuskov, V.Yu. Shevchenko, V.M. Korzhik

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevykh Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

The possibility of modernization of electroslag remelting furnaces into installations for electroslag surfacing of mill rolls in a current-carrying mould is shown. Available experience was used to suggest engineering solutions which allow ensuring the stability of the surfacing process and the quality of the surfaced rolls at application of discrete or liquid filler materials. Ref. 9, Fig. 1.

Key words: electroslag surfacing; electroslag remelting furnaces; electroslag surfacing installations; current-carrying mould; discrete and liquid filler materials; mill roll surfacing

Надійшла до редакції 06.05.2021

ДИСЕРТАЦІЯ НА ЗДОБУТТЯ НАУКОВОГО СТУПЕНЯ



В.А. Зайцев (Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України) захистив 13 травня 2021 р. кандидатську дисертацію на тему: «Електрошлакова технологія отримання біметалевих сталемідних зливків для подових електродів дугових сталеплавильних печей».

Дисертація присвячена дослідженню можливостей електрошлакового переплаву за двоконтурною схемою (ЕШП ДС) для отримання з'єднання різнорідних металів з метою виготовлення сталемідних зливків для виробництва подових електродів — анодів дугових печей постійного струму (ДППС). Містить детальний аналіз проблеми виготовлення сталемідних подових електродів стержньового типу й можливості електрошлакових технологій в забезпеченні якісного біметалевого з'єднання. Запропоновано пілотне обладнання на основі печі ЕШП зі зміною електродів й двома ланцюгами незалежного електричного

живлення витратного та невитратного електродів — струмopідвідного кристалізатора. Побудовано математичну модель ЕШП ДС сталевих і мідних електродів й розраховано цільові технологічні параметри: електричну потужність, швидкість переплаву та часові межі стадій отримання біметалевого зливку сталь–мідь. Проведено експериментальні плавки й отримано сталемідні зливки діаметром 350 мм з контрольованою перехідною зоною від сталі до міді. Досліджено структуру і службові характеристики перехідної зони сталь–мідь включно з питомим електричним опором в діапазоні температур до робочої температури подового електрода 500 °С.

В результаті визначення особливостей процесу формування сталемідних зливків при електрошлаковому переплаві по двоконтурній схемі з заміною електродів в процесі переплаву розроблено технологічні рекомендації до реалізації процесу.

Виготовлено партію подових електродів із сталемідних зливків ЕШП ДС для ДППС ємністю до 12 т, які з успіхом випробувані в промислових умовах.

ВИРОБНИЦТВО ЗЛИВКІВ ТИТАНУ З РЕГЛАМЕНТОВАНИМ ВМІСТОМ КИСНЮ СПОСОБОМ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ПЛАВКИ

С.В. Ахонін¹, О.М. Пікулін¹, В.О. Березос¹, А.Ю. Северин¹, О.Г. Єрохін²

¹ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

²ДП «НПЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України».

03028, м. Київ, вул. Ракетна, 26. E-mail: titan.paton@gmail.com

Проведено комплексні дослідницькі роботи по отриманню зливків титанового сплаву Grade 2 з регламентованим вмістом кисню 0,12...0,16 % діаметром 600 мм та зливка титанового сплаву Grade 3 діаметром 1100 мм та довжиною до 3 м способом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю на виробничих потужностях ДП «НВЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України» в багатофункціональній електронно-променевої установці УЕ5810. Запропоновано спосіб формування шихтової заготовки та формулу для розрахунку кількості порошку TiO_2 для легування. Отримано бездефектні зливки титанових сплавів Grade 2 та Grade 3 з регламентованим вмістом кисню та забезпечено при цьому діапазон відхилення його розподілу в металі зливків $\pm 0,02$ %. Показано, що запропоновані режими електронно-променевого нагріву витратної заготовки, розплаву металу в проміжній ємності та кристалізаторі, а також швидкість плавки забезпечують повне розчинення часточок діоксиду титану в проміжній ємності та відсутність у виплавлених зливках збагачених киснем дефектів. Бібліогр. 14, табл. 1, рис. 5.

Ключові слова: електронно-променева плавка з проміжною ємністю; електронно-променева установка; зливок титану; кисень; регламентований вміст кисню; діоксид титану; швидкість плавки; макроструктура

Титан, як один з найважливіших сучасних конструкційних матеріалів, все частіше почав використовуватися в медицині, будівельній промисловості та виробництві товарів широкого вжитку. Але лише близько 5 % титанової сировини, яка сьогодні видобувається в світі, переробляється в металевий титан та його сплави, що мають найважливіше значення для багатьох галузей промисловості. При цьому слід зазначити, що сплави на основі титану, міцність яких в 4...5 разів перевершує міцність чистого титану, на теперішній час знаходять все ширше застосування [1, 2].

В даний час у світі поряд зі стабільною тенденцією збільшення застосування сплавів титану в різних галузях промисловості залишається невирішеним питання високої вартості титану та його сплавів [3]. Вартість титанових сплавів нерозривно пов'язана з технологією їх отримання і забезпечення необхідних механічних властивостей. Для підвищення рівня механічних властивостей сплави титану в своїй основі мають дорогі легуючі елементи (алюміній, ванадій, цирконій, кремній, молібден) [3]. Але слід зазначити, що в останні роки все більшого поширення набувають економнолеговані титанові сплави, в яких дорогі легуючі елементи замінені недорогими та доступними елементами, а саме: залізом, вугле-

цем, киснем і азотом [4, 5]. При легуванні такими елементами враховують, що α -стабілізатори — це азот, кисень і вуглець, які забезпечують найбільший приріст міцності в титанових сплавах, і β -стабілізатор — залізо.

В області малих концентрацій (до 0,02 мас. %) кожна сота частка відсотка кисню підвищує межу міцності і текучості титану приблизно на 1,0...1,25 кгс/мм². Найбільш помітний вплив на механічні властивості титану кисень здійснює при його концентрації в металі до 0,6 мас. % [6]. В даному випадку спостерігається значне підвищення міцності при відносно невеликому падінні пластичних властивостей. Разом з тим при концентрації кисню більше 0,7 мас. % титан повністю втрачає здатність до пластичної деформації. Отже, керуючи вмістом кисню в металі певною мірою можна досягти оптимального співвідношення пластичних і міцностних характеристик титанового сплаву. Тому кисень можна розглядати як перспективний легуючий елемент для отримання нових титанових сплавів. Особливо це важливо для медичних виробів, для яких поряд з механічними властивостями на перший план виходять корозійна стійкість і біосумісність. На відміну від інших легуючих компонентів (наприклад, ванадію) кисень є більш безпечним [6–8].

С.В. Ахонін — <https://orcid.org/0000-0002-7746-2946>, О.М. Пікулін — <https://orcid.org/0000-0001-6327-3448>,
В.О. Березос — <https://orcid.org/0000-0002-5026-7366>, А.Ю. Северин — <https://orcid.org/0000-0003-4768-2363>,
О.Г. Єрохін — <https://orcid.org/0000-0003-2105-5783>

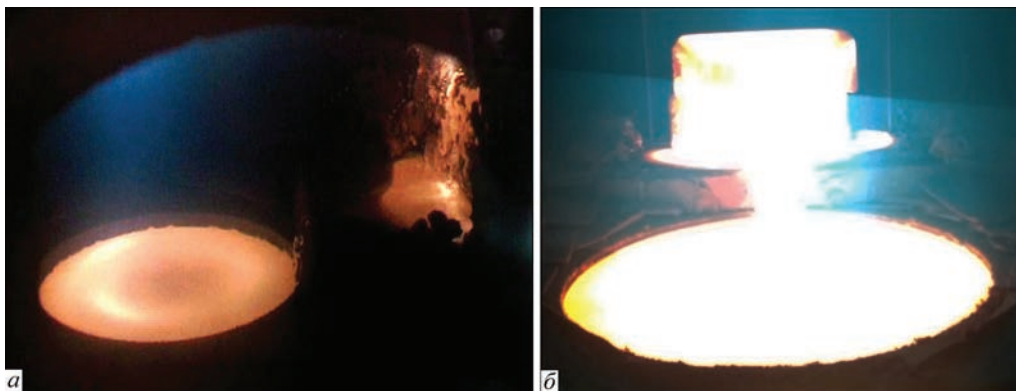


Рис. 1. Процес плавки зливків титанових сплавів Grade 2 (а) і Grade 3 (б)

За останні десятиріччя вітчизняними та зарубіжними металургіями виконано ряд робіт по отриманню титану, легованого киснем [6, 7, 9], як з газової фази в процесі камерного електрошлакового переплаву [7, 9], так і з застосуванням у якості легуючого елемента при додаванні в шихтову заготовку порошку діоксиду титану [10, 11].

Необхідно зазначити, що на сьогодні титан та його сплави виробляються способами спеціальної електрометалургії: вакуумно-дуговим та плазмово-дуговим переплавами; вакуумно-індукційною, електрошлаковою та електронно-променевою плавками титану [12, 13]. При цьому найбільшого поширення набула технологія вакуумно-дугового переплаву витратного електрода. Проте з точки зору рафінування металу, видалення неметалевих включень високої і низької щільності найбільш перспективною є електронно-променева плавка (ЕПП) з проміжною ємністю.

При легуванні титану порошком діоксиду титану слід враховувати, що його температура плавлення становить 1870 °С, що вище, ніж температура плавлення титану (1670 °С), отже діоксид титану буде не плавитися, а розчинятися в розплаві. В свою чергу ЕПП є технологією, яка завдяки незалежному джерелу нагріву має можливість в широких межах регулювати швидкість плавлення шихтової заготовки, що дозволяє регулювати тривалість перебування металу в рідкому перегрітому стані. Отже технологію ЕПП можна вважати най-

більш ефективною для отримання зливків титану, легованих киснем.

Так, в ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України, враховуючи досвід досліджень, проведених авторами в роботі [11], було запропоновано провести дослідження по виплавці зливків сплавів титану, легованих киснем. В ході дослідницьких робіт проводили виплавку партії зливків титанового сплаву Grade 2 діаметром 600 мм з регламентованим вмістом кисню в межах 0,12...0,16 % та зливка титанового сплаву Grade 3 діаметром 1100 мм з регламентованим вмістом кисню в межах 0,28...0,32 % на виробничих потужностях ДП «НВЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України» в багатофункціональній електронно-променевій установці УЕ5810 (рис. 1).

Матеріали та методи досліджень. З метою отримання рівномірного регламентованого вмісту кисню в зливках титанових сплавів Grade 2 та Grade 3 було запропоновано спосіб формування шихтової заготовки, який базується на тому, що рівномірно по її довжині у якості легуючого елемента наноситься вододисперсійна емульсія порошку TiO_2 (рис. 2) з подальшою сушкою шихтової заготовки.

Необхідна кількість порошку TiO_2 для отримання заданого значення кисню в металі розраховується за формулою:

$$M[\text{TiO}_2] = K(M_{\text{зл}}[\text{O}]_{\text{зад}} \% - M_{\text{зл}}[\text{O}]_{\text{заг}} \%),$$

де $M[\text{TiO}_2]$ — маса порошку TiO_2 для приготування його вододисперсійної емульсії; $K = 0,025$ — коефіцієнт пропорційності, який враховує відсоток кисню в порошку TiO_2 ; $M_{\text{зл}}$ — маса зливка; $[\text{O}]_{\text{зад}} \%$ — заданий відсоток кисню в зливку; $M_{\text{зл}}$ — маса шихтової заготовки; $[\text{O}]_{\text{заг}} \%$ — відсоток кисню в шихтовій заготовці.

Враховуючи те, що температура плавлення порошку TiO_2 вище за температуру плавлення чистого титану майже на 200 °С, при його розчиненні в розплаві з'являються збагачені киснем зони. В свою чергу, згідно діаграми стану титан-кисень, титан з підвищеним вмістом кисню має більш ви-

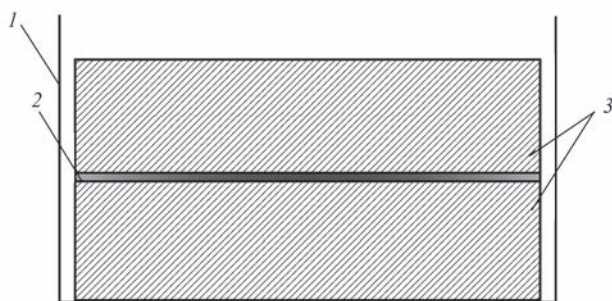


Рис. 2. Схема поперечного перерізу шихтової заготовки: 1 — невитратний короб; 2 — шар порошку TiO_2 ; 3 — шихтова заготовка

соку температуру плавлення, ніж чистий титан. Авторами роботи [14] було встановлено, що при перегріванні розплаву вище температури плавлення титану понад $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ збільшення або зменшення діаметра включення в два рази відповідно збільшує або зменшує час розчинення в два рази, а при перегріванні розплаву менше $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ збільшення або зменшення діаметра включення в два рази відповідно збільшує або зменшує час розчинення в три рази. Якщо розплав не встигне гомогенізуватися перед зливом в кристалізатор, то збагачений киснем метал може затвердіти перед фронтом кристалізації, оскільки температура його твердіння вища, і сформувати зону підвищеної твердості в зливку [14]. При цьому можуть утворюватися мікропори. Отже необхідно досягати підвищеної температури розплаву перегріваючи метал та витримувати його в такому стані час тим більший, чим товщий шар TiO_2 в шихтовій заготовці.

Таким чином, в кристалізатор повинен зливатися тільки гомогенізований розплав, витриманий необхідний час в проміжній ємності. Тому необхідно враховувати геометрію проміжної ємності та швидкість плавки [14]. Взявши за основу дослідження, проведені авторами в роботі [14], враховуючи геометрію проміжної ємності електронно-променевої установки УЕ5810 було запропоновано режими електронно-променевого нагріву витратної заготовки, розплаву металу в проміжній ємності та кристалізаторі, а також швидкості плавки для зливків діаметром 600 та 1100 мм. Так, сумарна питома потужність нагріву складала для зливків діаметром 600 мм до $0,14\text{ кВт/см}^2$ та до $0,11\text{ кВт/см}^2$ для зливка діаметром 1100 мм. При цьому швидкість плавки становила 270 кг/год для зливка діаметром 600 мм та 275 кг/год — для 1100 мм.

Процес одержання зливків сплавів титану, легованих киснем, проводили наступним чином. Виконували підготовку вихідної шихтової заготовки, рівномірно по довжині якої у якості легиуючого елементу наносили вододисперсійну емульсію порошку TiO_2 з подальшою сушкою шихтової заготовки. Далі виконували електронно-променевий переплав з проміжною ємністю цієї вихідної шихтової заготовки. Зливки виплавляли шляхом періодичного зливу порцій розплаву з проміжної ємності в кристалізатор, де виконували його обігрів і періодичне витягування. Процес продовжували до наплавлення зливка необхідної довжини. Після цього готовий зливок охолоджували в камері до необхідної температури в умовах вакууму.

В результаті проведених плавок були отримані зливки титанового сплаву Grade 2 діаметром 600 мм (рис. 3) та Grade 3 діаметром 1100 мм довжиною до 3 м.



Рис. 3. Зливки титанового сплаву Grade 2 діаметром 600 мм після ЕПП

Дослідження якості отриманих зливків показали, що їх поверхня після охолодження в вакуумі чиста, відсутні окислений або альфований шар. Глибина поверхневих дефектів у вигляді гофр, що характерні для електронно-променевої плавки, становить не більше $1\ldots 3\text{ мм}$. Дефекти у вигляді розривів, тріщин або несплавлення відсутні.

З отриманих зливків титанового сплаву Grade 2 діаметром 600 мм вирізали поперечні темплети на відстані 150 мм з головної та донної частин та з середини зливка для дослідження розподілу кисню по його довжині та перетину. Із зливка титанового сплаву Grade 3 діаметром 1100 мм поперечні темплети вирізали з головної та донної частин.

Результати досліджень та їх обговорення. Дослідження хімічного складу отриманих запропонованим способом зливків показало (таблиця), що вміст домішкових елементів відповідає вимогам стандартів для титанових сплавів Grade 2 та Grade 3. Аналіз результатів досліджень хімічного складу зливків з регламентованим вмістом кисню (таблиця) показав, що запропонований спосіб легування порошком діоксиду титану та метод розрахунку необхідної його кількості дозволяє чітко забезпечувати необхідний рівень кисню в металі зливків при умові точного дотримання режимів плавки.

Концентрація водню в металі досліджуваних зливків не перевищувала $0,002\text{ \%}$. Підвищеного вмісту азоту як в донній, так і в головній частинах зливків не виявлено, його максимальна концентрація складала $0,02\text{ \%}$. Концентрація заліза в металі досліджуваних зливків знаходилася в межах від $0,08$ до $0,13\text{ \%}$.

Якість металу титанових зливків обумовлюється відсутністю в металі неметалевих включень, особливо у вигляді азотовмісних альфованих частинок або нітридів титану, які призводять до утворення дефектів, що негативно впливають на механічні властивості титанових сплавів.

Хімічний склад металу зливків титанових сплавів Grade 3 діаметром 1100 мм та Grade 2 діаметром 600 мм, отриманих способом ЕПП, мас. %

Сплав	Частина зливка	Місце відбору проби	C	Fe	O	N	H	Інші елементи (max), всього
Grade 3	Верх	Поверхня	0,01	0,08	0,29	0,01	0,002	0,13
		1/2 радіусу	—»—	—»—	0,27	—»—	—»—	0,11
		Центр	—»—	0,09	—»—	—»—	—»—	—»—
	Середина	Поверхня	—»—	0,10	0,29	—»—	—»—	0,12
		Поверхня	0,02	—»—	0,30	0,02	—»—	—»—
		1/2 радіусу	0,01	0,11	—»—	0,01	—»—	0,10
	Низ	Центр	—»—	—»—	—»—	—»—	—»—	—»—
		ASTM B977-13	≤0,08	≤0,30	≤0,35	≤0,05	≤0,003	≤0,40
Grade 2	Верх	Поверхня	0,02	0,11	0,13	0,01	0,002	0,13
		1/2 радіусу	0,01	0,10	—»—	—»—	—»—	0,11
		Центр	—»—	—»—	0,12	—»—	—»—	0,14
	Середина	Поверхня	—»—	—»—	0,15	0,02	—»—	0,11
		1/2 радіусу	0,02	0,09	0,14	—»—	—»—	0,13
		Центр	0,01	0,10	—»—	0,01	—»—	0,14
	Низ	Поверхня	0,02	0,13	0,16	—»—	—»—	0,16
		1/2 радіусу	0,01	0,11	—»—	—»—	—»—	0,14
		Центр	—»—	—»—	0,15	—»—	—»—	—»—
		ASTM B977-13	≤0,08	≤0,30	≤0,25	≤0,03	≤0,003	≤0,40

Тому після механічної обробки поверхнево-го шару отриманих зливків (рис. 4) методом ультразвукової дефектоскопії проводився пошук внутрішніх дефектів у вигляді неметалевих включень, пор і нещільностей. Дослідження металу зливка проводили шляхом послідовного ручного сканування бічної поверхні по радіусу уздовж поздовжньої осі зливка. Для забезпечення охоплення всього обсягу зливка скануванню піддавали всю його бічну поверхню. Для проведення ультразвукового дослідження металу зливків використовували перетворювач ультразвуковий П121-1.25-40-М-003 частотою 1,25 МГц, який забезпечує менший коефіцієнт загасання і краще співвідношення сигнал/шум. Під час дослідження зливка спостерігалися типові для литого металу множинні відлуння малої амплітуди, що є результатом відображення сигналу від границь зерен. В результаті проведеного дослідження не були виявлені імпульси, які можна інтерпретувати як неметалеві включення, пори та усадкові раковини.



Рис. 4. Зовнішній вигляд зливка титанового сплаву Grade 3 діаметром 1100 мм після механічної обробки

Дослідження макроструктури отриманих зливків проводили на поперечних темплетях, які вирізали для проведення дослідження рівномірності розподілу кисню по перетину зливка. Виявлення структури проводили травленням темплетів у 15%-ному розчині фтористої кислоти з додаванням 3%-ої азотної кислоти при кімнатній температурі. В результаті було встановлено, що метал зливків щільний, однорідний, з відсутністю зон по перетину зливка, що по-різному травляться. Досліджуваний метал характеризується кристалами близькими до рівновісних розміром від 25 до 50 мм для зливка діаметром 1100 мм та 10...30 мм для зливка діаметром 600 мм. Різниці в структурі

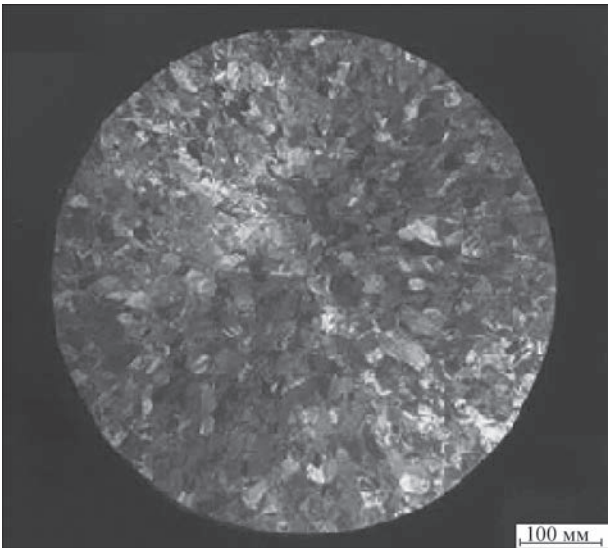


Рис. 5. Макроструктура зливка діаметром 600 мм сплаву Grade 2

центральної та периферійної зон зливка не спостерігається (рис. 5).

Мікроструктура зерна, отриманого в результаті плавки литого металу, характеризується пачками пластин α -фази, що зорієнтовані в одному напрямку до границі зерна.

Таким чином, технологія ЕПП дозволяє отримувати бездефектні зливки титану з регламентованим вмістом кисню, що відповідають вимогам стандарту, а запропонована формула для розрахунку кількості порошку TiO_2 для легування дозволяє забезпечувати діапазон відхилення розподілу кисню в металі зливок не більше ніж $\pm 0,02\%$.

Висновки

1. По результатам дослідницької роботи запропоновано спосіб формування шихтової заготовки та формулу для розрахунку кількості порошку TiO_2 для легування, що дозволило отримати бездефектні зливки титану з регламентованим вмістом кисню та забезпечити при цьому діапазон відхилення його розподілу в металі зливок не більше ніж $\pm 0,02\%$.

2. Показано, що запропоновані режими електронно-променевого нагріву витратної заготовки, розплаву металу в проміжній ємності та кристалізаторі, а також швидкість плавки забезпечують повне розчинення часточок діоксиду титану в проміжній ємності та відсутність у виплавленому зливку збагачених киснем дефектів.

Список літератури

- Олейник Т.А., Гурьянова Т.П., Колобов Г.А. и др. (2010) Развитие технологий добычи, обогащения и переработки титанового сырья в мире и Украине. *Металургия: Зб. наук. праць ЗДІА*, **22**, 44–59.
- Червоний И.Ф., Тэлин В.В., Пожуев В.И. и др. (2007) Титан и области его применения. *Сб. тр. междунар. научно-техн. конф. «Ti-2007 в СНГ»*, 15–18 апр. 2007, Ялта. Киев, 2007, сс. 314–325.
- (2013) *Titanium Metal: Market Outlook to 2018*. Sixth Edition. Roskill Information Services Ltd, USA.
- Осипенко А.В. (2015) Разработка технологии получения сырья для сплавов титана из некондиционного титана губчатого. *Восточно-Европейский журнал передовых технологий*, **4(5)**, 28–32. http://nbuv.gov.ua/UJRN/Vejpte_2015_4%285%29_7
- Cheng-Lin Li, Yang Yu, Wen-Jun Ye et al. (2015) Effect of boron addition on microstructure and property of low cost beta titanium alloy. *TMS 2015, 144th Annual Meeting & Exhibition*, pp. 1167–1172. https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-319-48127-2_141
- Давыдов С.И., Шварцман Л.Я., Овчинников А.В., Теслевич С.М. (2006) Некоторые особенности легирования титана кислородом. *Сб. тр. междунар. научно-техн. конф. «Ti-2006 в СНГ»*, 21–24 мая 2006 г., г. Суздаль, Россия. Киев, Наукова думка, сс. 253–257.
- Рябцев А.Д., Троянский А.А. (2011) Рафинирование и легирование титана в процессе камерного электрошлакового переплава. *Современная электрометаллургия*, **1**, 52–53.
- Коллеров М.Ю., Спектор В.С., Скворцова С.В. (2015) Проблемы и перспективы применения титановых сплавов в медицине. *Титан*, **48(2)**, 42–53.
- Ратиев С.Н., Рябцева О.А., Троянский А.А. и др. (2010) Легирование титана кислородом из газовой фазы при камерном электрошлаковом переплаве титановой губки. *Современная электрометаллургия*, **2**, 8–12.
- Егорова Ю.Б., Давыденко Л.В., Мамонов И.М. (2015) Влияние легирования кислородом на механические свойства прутков из титана и сплава Ti–6Al–4V. *Международный научно-исследовательский журнал*, **41(10)**, Ч. 2, 49–51. DOI: <https://doi.org/10.18454/IRJ.2015.41.154>
- Костенко В.И., Кругленко М.П., Калинин А.Н., Пап П.А. (2012) Производство способом электронно-лучевого переплава бездефектных слитков титана с регламентированным содержанием кислорода. *Современная электрометаллургия*, **1**, 26–29.
- Каблов Е.Н. (2012) Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г. *Авиационные материалы и технологии*, **5**, 7–17.
- Ильин А.А., Колачев Б.А., Полькин И.С. (2009) *Титановые сплавы. Состав, структура, свойства*. Москва, ВИЛС-МАТИ.
- Ахонин С.В., Кругленко М.П., Костенко В.И. (2011) Математическое моделирование процесса растворения кислородсодержащих тугоплавких включений в расплаве титана. *Современная электрометаллургия*, **1**, 17–21.

References

- Olejnik, T.A., Guryanova, T.P., Kolobov, G.A. et al. (2010) Development of technologies for the extraction, enrichment and processing of titanium raw materials in the world and in Ukraine. *Metalurgiya: Zb. Nauk. Prats of ZGIA*, **22**, 44–59 [in Russian].
- Chervony, I.F., Telin, V.V., Pozhuev, V.I. et al. (2007) Titanium and fields of its application. In: *Proc. of Int. Sci.-Tech. Conf. on Ti-2007 in CIS (15–18 Apr. 2007, Yalta)*. Kiev, 2007, 314–325 [in Russian].
- (2013) *Titanium Metal: Market Outlook to 2018*. Sixth Ed. Roskill Information Services Ltd, USA.
- Osipenko, A.V. (2015) Development of technology of producing raw materials for titanium alloys from substandard titanium sponge. *Eastern-European J. of Enterprise Technologies*, **4(5)**, 28–32 [in Russian]. http://nbuv.gov.ua/UJRN/Vejpte_2015_4%285%29_7
- Cheng-Lin, Li, Yang, Yu, Wen-Jun, Ye et al. (2015) Effect of boron addition on microstructure and property of low cost beta titanium alloy. In: *TMS 2015, 144th Annual Meeting & Exhibition*, 1167–1172. https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-319-48127-2_141
- Davydov, S.I., Shvartsman, L.Ya., Ovchinnikov, A.V., Teslevich, S.M. (2006) Some peculiarities of titanium alloying with oxygen. In: *Proc. of Int. Sci.-Tech. Conf. on Ti-2006 in CIS (21–24 May, 2006, Suzdal, Russia)*. Kiev, Naukova Dumka, 253–257 [in Russian].
- Ryabtsev, A.D., Troyansky, A.A. (2011) Refining and alloying of titanium in the process of electroslag remelting in a chamber furnace. *Advances in Electrometallurgy*, **9(1)**, 56–57.
- Kollerov, M.Yu., Spektor, V.S., Skvortsova, S.V. (2015) Problems and perspectives of application of titanium alloys in medicine. *Titan*, **48(2)**, 42–53 [in Russian].
- Ratiev, S.N., Ryabtseva, O.A., Troyansky, A.A. et al. (2010) Alloying titanium with oxygen from the gas phase in chamber electroslag remelting of titanium sponge. *Advances in Electrometallurgy*, **8(2)**, 87–92.

10. Egorova, Yu.B., Davydenko, L.V., Mamonov, I.M. (2015) Influence of oxygen alloying on mechanical properties of rods from titanium and Ti-6Al-4V alloy. *Int. Research J.*, 41(10), Pt 2, 49–51 [in Russian]. DOI: <https://doi.org/10.18454/IRJ.2015.41.154>
11. Kostenko, V.I., Kruglenko, M.P., Kalinyuk, A.N., Pap, P.A. (2012) Production by of defect-free titanium ingots with controlled oxygen content by electron beam remelting. *Advances in Electrometallurgy*, 10(1), 29–32.
12. Kablov, E.N. (2012) Strategic trends of development of materials and technologies of their processing for the period up to 2030. *Aviats. Materialy i Tekhnologii*, S, 7–17 [in Russian].
13. Iliin, A.A., Kolachev, B.A., Polkin, I.S. (2009) *Titanium alloys. Composition, structure, properties*. Moscow, VILS-MATI [in Russian].
14. Akhonin, S.V., Kruglenko, M.P., Kostenko, V.I. (2011) Mathematical modeling of the process of dissolution of oxygen-containing refractory inclusions in a titanium melt. *Advances in Electrometallurgy*, 9(1), 13–18.

PRODUCTION OF TITANIUM INGOTS WITH REGULATED OXYGEN CONTENT BY ELECTRON BEAM MELTING

S.V. Akhonin¹, O.M. Pikulin¹, V.O. Berezos¹, A.Yu. Severin¹, O.G. Erokhin²

¹E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevykh Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

²SC «SPC «Titan» of the E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine».

26 Raketna Str., 03028, Kyiv, Ukraine. E-mail: titan.paton@gmail.com

Comprehensive research work was performed to produce ingots of Grade 2 titanium alloy of 600 mm diameter and ingots of Grade 3 titanium alloy of 1100 mm diameter and up to 3 m length with regulated oxygen content of 0.12...0.16 % by the method of cold-hearth electron beam melting in the production facilities of SC «SPC «Titan» of the E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine» in multifunctional electron beam unit UE5810. A method of forming the charge billet and a formula for calculation of the amount of TiO₂ powder for alloying are proposed. Defectfree ingots of titanium alloys of Grade 2 and Grade 3 with a regulated oxygen content were produced and the range of deviation of its distribution in the ingot metal of ± 0.02 % was ensured. It is shown that the proposed modes of electron beam heating of the consumable billet, metal melting in the cold-hearth and in the mould, as well as the melting rate ensure complete dissolution of titanium dioxide particles in the cold hearth, and absence of defects in the produced ingots, enriched in oxygen. Ref. 14, Tabl. 1, Fig. 5.

Key words: cold-hearth electron beam melting; electron beam unit; titanium ingot; oxygen; regulated oxygen content; titanium dioxide; melting rate; macrostructure

Надійшла до редакції 22.06.2021

XX МІЖНАРОДНИЙ ПРОМИСЛОВИЙ ФОРУМ – 2021

МІЖНАРОДНІ СПЕЦІАЛІЗОВАНІ ВИСТАВКИ

16 - 19

листопада

ОРГАНІЗАТОР:

Міжнародний виставковий центр

Генеральний інформаційний партнер:

ОБОРУДОВАНИЕ

Технічний партнер:

RentMedia

Ексклюзивний медіа партнер:

ЖУРНАЛ ГОЛОВНОГО ІНЖЕНЕРА

Міжнародний виставковий центр

Україна, 02002, Київ

Броварський пр-т, 15

М "Лівобережна"

☎ (044) 201-11-65, 201-11-56, 201-11-58

e-mail: alexk@iec-expo.com.ua

www.iec-expo.com.ua, www.мвц.укр

www.tech-expo.com.ua

ОТРИМАННЯ НАНОЧАСТИНОК НА ОСНОВІ Fe В МАТРИЦІ NaCl СПОСОБОМ EB-PVD НА ОБЕРТОВІЙ ПІДКЛАДЦІ

Ю.А. Курапов, В.О. Осокін, Г.Г. Дідікін, Л.А. Крушинська, С.Є. Литвин, В.В. Борецький

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Наведено результати особливостей формування мікр шарової структури композиту NaCl–Fe і можливість отримання наночастинок заліза різного розміру на обертовій підкладці способом EB-PVD з периферичним відносно осі обертання підкладки розташуванням джерел випарюваних матеріалів. Показано, що товщина шарів визначається швидкістю обертання підкладки. Встановлено, що наночастинки Fe в матриці NaCl знаходяться у вигляді оксиду Fe_3O_4 . Бібліогр. 13, табл. 7, рис. 8.

Ключові слова: електронно-променеве випаровування; конденсація; EB-PVD; композит; наночастинки; оксид заліза; фазовий склад

Дослідження умов формування композиційних матеріалів на основі наночастинок заліза, що мають комплекс медикобіологічних характеристик, потрібні для створення наноструктурних лікарських субстанцій з метою модифікації існуючих медичних препаратів активними наночастинками. Наночастинки мають високорозвинену активну поверхню та, як наслідок, високу сорбційну ємність. Завдяки розмірам (менше 15 нм) наночастинки заліза можуть взаємодіяти і зв'язуватися з біологічними об'єктами, розмірність яких складає 10...100 мкм в випадку клітин, вірусів — 920...450 нм, білків — 5...60 нм, ДНК — 2 нм шириною, 10...100 нм довжиною [1]. Формування наночастинок в водорозчинних матрицях дозволяє консервувати їх зі збереженням розмірності протягом тривалого часу.

Накопичені до теперішнього часу експериментальні дані підтверджують можливість отримання композиційних матеріалів NaCl–Fe з наночастинками оксидів заліза (Fe_3O_4 , Fe_2O_3) на стаціонарних підкладках. Геометрія розташування стаціонарних підкладок відносно парових потоків вихідних матеріалів, що випаровуються, призводить до формування плівок з градієнтом складу до майже 40 %, підвищує неоднорідність отриманих матеріалів NaCl–Fe і обмежує продуктивність технологічного процесу [2–5].

Спосіб EB-PVD поєднує можливості інтенсивного керованого випаровування різноманітних матеріалів у вакуумі з наступною конденсацією на охолоджуваній підкладці, що обертається, та характеризується широкими можливостями варіації використання різноманітних схем контролю та

автоматизації параметрів проведення даного технологічного процесу [6–8]. Тому розробка науково обґрунтованої електронно-променевої технології отримання наночастинок заліза в матриці NaCl на обертовій підкладці є актуальною задачею.

У роботі розглянуто особливості використання технологічної схеми проведення процесу EB-PVD з периферичним відносно осі обертання підкладки розташуванням джерел випарюваних матеріалів для отримання композитів NaCl–Fe [9], а також результати експериментальних досліджень структури і деяких властивостей отриманих мікро- та нанорозмірних матеріалів.

Матеріали і методики досліджень. В якості вихідних матеріалів для випаровування використовували хлорид натрію і армко-залізо. Чистота матеріалів складала 99,5 %. Штапики хлориду натрію діаметром 49,8 мм і висотою 60...80 мм отримували холодним пресуванням. Зливки заліза — шляхом електронно-променевого переплаву прутків діаметром 60 мм в кристалізатор діаметром 52 мм. Виплавлені зливки проточували до чистового розміру діаметром 49,5 мм і довжиною 150...200 мм, що запобігало їх заклинюванню в тиглі при вертикальній подачі по мірі випаровування.

Після повної розгерметизації вакуумної камери композит NaCl–Fe відокремлювали від підкладки і зберігали в вихідному стані на повітрі та в спирті. В зв'язку з проблемою виготовлення шліфів по стандартній методиці з композитів NaCl–Fe (матриця NaCl розчиняється в H_2O), дослідження проводили на відокремлених від підкладки крихких відколах композитів.

Мікроструктуру досліджували на поперечних (в напрямку конденсації) відколах зразків за допомогою растрової електронної мікроскопії Cam Scan 4D.

Ю.А. Курапов — <https://orcid.org/0000-0003-3460-1712>, В.О. Осокін — <https://orcid.org/0000-0002-0632-7739>, С.Є. Литвин — <https://orcid.org/0000-0001-6113-5038>

Для визначення *елементного складу* композитів використовували рентгеноспектральний мікроаналізатор — приставку EDX до мікроскопу Cam Scan 4D. При застосуванні програми обробки результатів INCA-200 Energy похибка вимірювань складала 0,3 %.

Рентгенофазовий аналіз (РФА). Дифрактограми зразків реєстрували на дифрактометрі ДРОН-УМ1 в відфільтрованому кобальтовому (CoK_α) випромінюванні при геометрії зйомки за Брегг–Брентано в кутовому інтервалі $10 \dots 85^\circ$ з кроком 0,05 і експозицією в точці 2 с. Вони записані в цифровому вигляді в файл у форматі $2\theta(\text{град})-I(\text{інтенсивність, с}^{-1})$. Ідентифікацію фаз проводили з використанням рентгенівської бази даних PDF-2. Середній розмір кристалітів розраховували по рівнянню Шеррера. Напівкількісний фазовий аналіз виконано з використанням програми Match.

Вивчення розміру частинок порошків заліза колоїдних систем (КС) $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{--NaCl--H}_2\text{O}$. Для приготування КС $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{--NaCl--H}_2\text{O}$ використовували деіонізовану воду. Для контролю повторюваності результатів вимірів на кожному зразку виконували не менше трьох вимірювань. Збільшення ступеня диспергування частинок в досліджуваних зразках виконано за допомогою нагрівання зразків в кварцовій кюветі до температури 80°C . У DLS-методі (Dynamic lights scattering) основні параметри, що характеризують розподіл частинок за розмірами, — середній гідродинамічний діаметр частинок (Z-average) і індекс полідисперсності (PdI) — безрозмірна величина, що характеризує ширину розподілу (цей параметр дуже чутливий до при-

сутності в пробі агрегатів). Для монодисперсних зразків параметр PdI не перевищує 0,1.

Розподіл за розмірами частинок в колоїдних системах досліджували методом лазерної кореляційної спектроскопії (ЛКС) на лазерному кореляційному спектрометрі «Zeta Sizer-3» (Malvern Instruments, Великобританія) з коррелятором «Multi 8 computing correlator type 7032 се». Прилад обладнаний гелій-неоновим (He–Ne) лазером з довжиною хвилі 633 нм і потужністю 25 мВт. Діапазон вимірювання приладу складає від 1 нм до 20 мкм. Розрахунок функції розподілу наночастинок за розмірами з експериментально отриманої автокореляційної функції проводили за допомогою програми PCS Size Mode v.1.61. Частинок, що знаходяться в підвішеному стані в рідині, при опроміненні їх лазерним променем розсіюють світло, яке під певним кутом фокусується і реєструється фотодетектором. Кут реєстрації розсіяного світла становив 90° . Розподіл часток за розмірами з одиниць інтенсивності були перетворені в кількісні з використанням теорії Мі (Mie 1908).

Кінетику окислення мікрошарових композитів NaCl–Fe на повітрі вивчали за допомогою термогравіметричного аналізатора (ТГА) TGA-7 фірми «Perkin Elmer» (США) зі стабільною фіксованою швидкістю нагріву/охолодження 10°C хв^{-1} в діапазоні $20 \dots 650^\circ\text{C}$. Зразок композиту NaCl–Fe вагою до 100 мг розміщували в тарілочці з платини, яку підвішували на чутливих терезах (до 0,1 мкг) і нагрівали або охолоджували, фіксуючи всі зміни ваги в динаміці.

Техніка експерименту. Технологічна схема отримання композитів NaCl–Fe на обертовій підкладці представлена на рис. 1. Матеріали, що випаровуються 5, 6 знаходяться в мідних водоохолоджуваних тиглях 4, 7 і електронно-променевими гарматами 1, 2 переводяться в пар, а змішаний паровий потік конденсується на поворотній підкладці 3, розташованій над тиглями.

Випаровування вихідних матеріалів здійснювали з тиглів 4, 7 з внутрішнім діаметром 50 мм електронно-променевими гарматами 1, 2 потужністю 60 кВт. Прискорювальна напруга гармат — 20 кВ. Використання шайби 8 з комплексом похилих парових каналів при випаровуванні NaCl забезпечило рівномірність розподілу товщини шару хлориду натрію отримуваних композитів по радіусу обертової підкладки.

Вакуум в технологічній камері під час процесу випаровування — $(1,2 \dots 2,4) \cdot 10^{-2}$ Па. Конденсацію сумарного парового потоку здійснювали на обертову водоохолоджувану мідну підкладку 3, діаметром 400 мм з попередньо нанесеним анти-

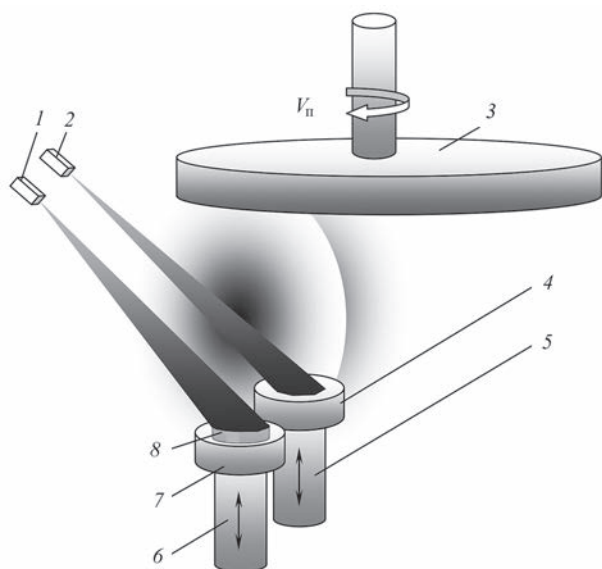


Рис. 1. Схема отримання композитів NaCl–Fe на обертовій підкладці: 1, 2 — електронно-променеві гармати; 3 — поворотна підкладка; 4, 7 — водоохолоджувані тиглі; 5 — зливовий Fe; 6 — штапик NaCl; 8 — графітова шайба

Таблиця 1. Характеристики типових мікрошарових композитів NaCl–Fe, одержаних при різних швидкостях обертання підкладки (V_n)

$V_n, \text{об} \cdot \text{хв}^{-1}$	$t_{\text{екс}}, \text{хв}$	Кількість шарів	$H, \text{мкм}$	$h_{\text{NaCl}}, \text{мкм}$	$h_{\text{Fe}}, \text{мкм}$	$h_{\text{Fe}}/h_{\text{NaCl}}$
2	11	22	3,89	3,25	0,64	0,2
20	12	240	0,68	0,56	0,12	0,2
25	20	500	0,55	0,46	0,09	0,2

Примітка. H — загальна товщина одиничного композиту NaCl–Fe; h_{NaCl} — товщина шару, збагаченого NaCl в одиничному композиті NaCl–Fe, h_{Fe} — товщина шару, збагаченого Fe в одиничному композиті NaCl–Fe.

адгезійним шаром NaCl. Температура підкладки дорівнювала приблизно $70 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$. Відстань від тиглів до підкладки становила 230 мм, а між осями тиглів — 115 мм. За один цикл обертання підкладки на шляху над сумарним паровим потоком залізо–хлорид натрію одержували один композиційний шар (композит) — H , який складався з двох збагачених відповідно NaCl і Fe шарів h_{NaCl} і h_{Fe} . Товщину шарів композитів і концентрацію заліза в композиті регулювали швидкістю обертання підкладки і інтенсивністю випаровування вихідних матеріалів. Швидкість осадження сумарного парового потоку (швидкість конденсації V_k) становила 6...9 мкм·хв⁻¹. Товщина отриманих конденсатів дорівнювала 80...240 мкм.

Результати експериментів. Особливістю отриманих композитів NaCl–Fe при випаровуванні з двох незалежних тиглів і осадженні змішаних парових потоків на обертову підкладку є шаруватість. Логічно припустити, що основною причиною появи шаруватості є варіації потоків конденсації і особливості росту кристалітів. Узагальнені порівнянні характеристики досліджених композитів NaCl–Fe, отриманих на обертовій підкладці, наведені в табл. 1.

Як видно з наведених даних, із збільшенням швидкості обертання підкладки з 2 до 25 об·хв⁻¹ відзначається зменшення загальної товщини одиничного шару NaCl–Fe на 14 %, при цьому відношення шарів, збагачених залізом і хлоридом натрію $h_{\text{Fe}}/h_{\text{NaCl}}$ залишається постійним і дорівнює приблизно 0,2.

Вплив швидкості обертової підкладки на товщини шарів, збагачених Fe і NaCl в композиті NaCl–Fe, представлені на рис. 2.

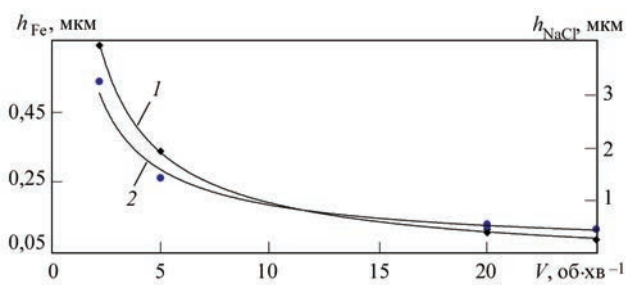


Рис. 2. Залежність товщини шарів h_{Fe} — (1) і h_{NaCl} — (2) композиту NaCl–Fe від швидкості обертання підкладки

Товщини шарів, збагачених NaCl і Fe в композиті NaCl–Fe, залежать від швидкості обертової підкладки (рис. 2). При швидкостях 25 об·хв⁻¹ товщини шарів, збагачених NaCl і Fe, дорівнюють 0,46 і 0,09 мкм відповідно і нижчі на 14 % в порівнянні з швидкістю $V = 2,0 \text{ об} \cdot \text{хв}^{-1}$.

Структура відколів вихідного композиту NaCl–Fe. На рис. 3 показана мікроструктура отриманих композитів NaCl–Fe при температурі конденсації приблизно $70 \text{ }^\circ\text{C}$ з різною швидкістю обертання підкладки — 2 та 20 об·хв⁻¹. Композити складаються з шарів, розміщених паралельно площині обертової підкладки (рис. 3, а). Шари складаються із кристалітів, направлених вздовж потоку конденсації, і мають слабо виражену стовбчасту структуру по товщині композиту. Стовбчасті кристаліти орієнтовані в напрямку, перпендикулярному поверхні обертової підкладки, і перетинаються шарами, збагаченими NaCl і Fe різної товщини (рис. 3, б). Такий характер росту відповідає встановленій раніше закономірності, згідно з якою в

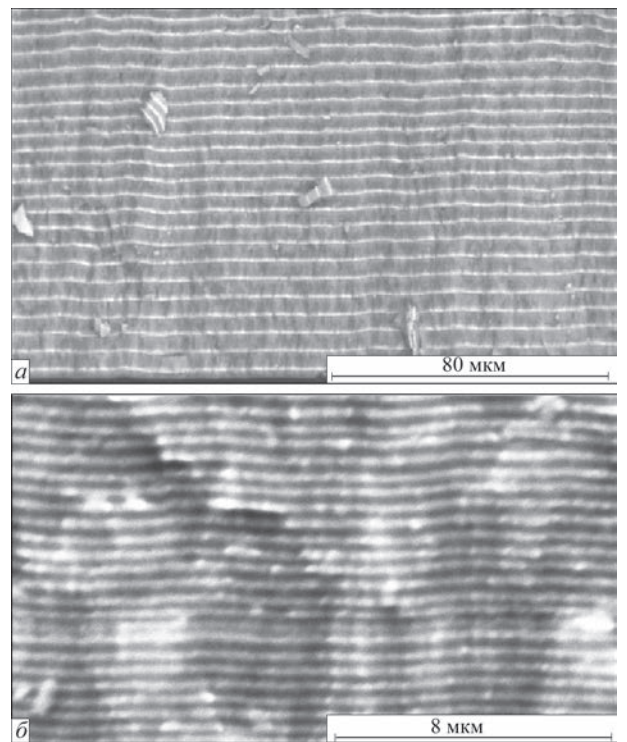
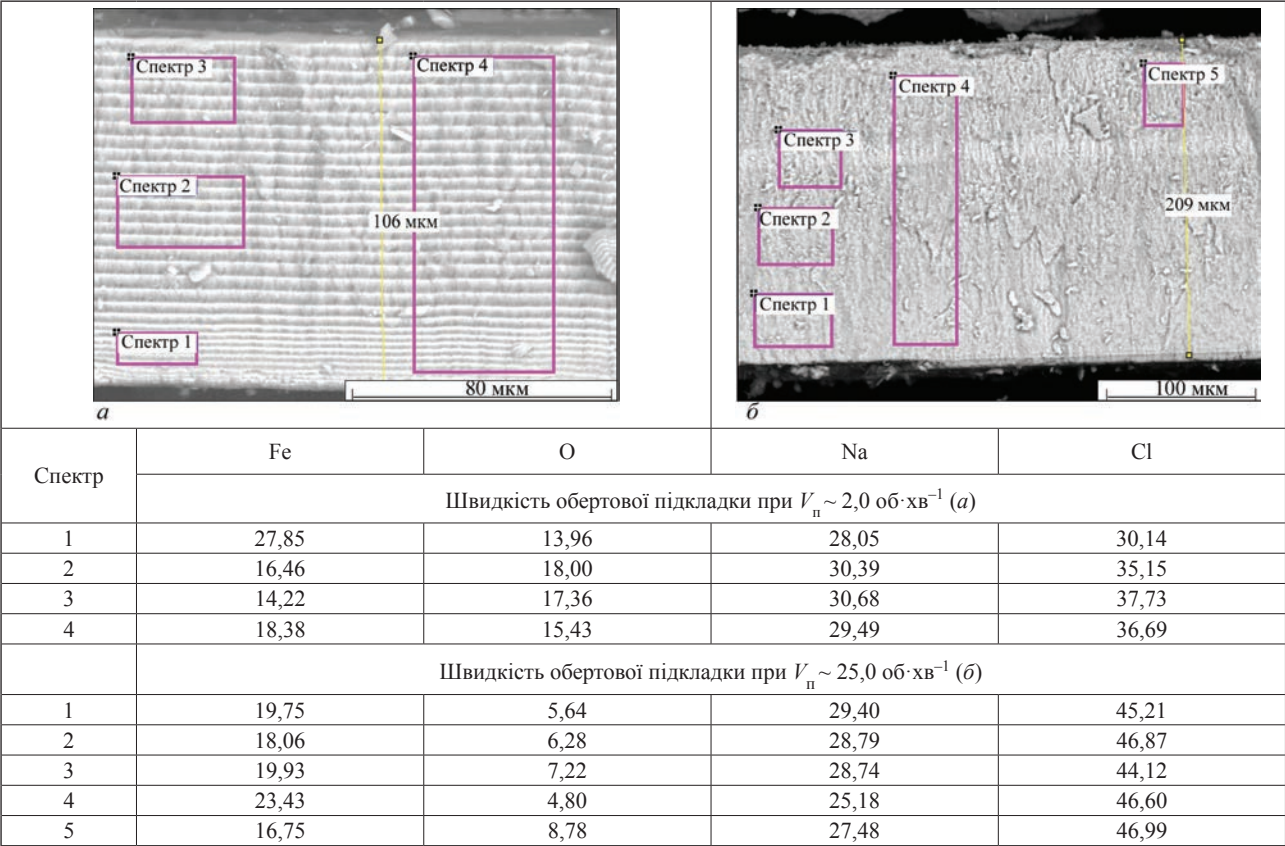


Рис. 3. Типова мікроструктура поперечного відколу зразків композиту NaCl–Fe, отримана на обертовій підкладці: а — 2; б — 20 об·хв⁻¹

Таблиця 2. Елементний склад поперечного відколу зразків композитів NaCl–Fe, отриманих при різних швидкості обертової підкладки, мас. %



діапазоні відношення температури підкладки до температури плавлення металу 0,3...0,5 утворюються стовпчасті кристаліти [10]. Максимальний розмір кристалітів, розрахований по рівнянню Шеррера, в шарах, збагачених NaCl, становить близько 45 нм. Максимальний розмір кристалітів в шарах, збагачених Fe, знаходиться в межах 8...10 нм. Певні відмінності в кристалічній будові шарів, що чергуються (хлориду натрію і заліза), обумовлені особливостями конденсації і знаходяться у відповідності з основними закономірностями прямого електронно-променевого випаровування неорганічних речовин з наступною конденсацією парового потоку при температурі підкладки $T_n < 0,3T_{пл}$ ($T_{пл}$ — температура плавлення), де конденсати мають аморфну або нанорозмірну структуру [11].

Так, при $V_n = 20 \text{ об} \cdot \text{хв}^{-1}$ (рис. 3, б) зберігається шаруватість композиту, але інтенсивність зменшення товщини металевих шарів, збагачених залізом, більш виражена в порівнянні з товщинами шарів, збагачених NaCl. Більш того, в металевих шарах h_{Fe} в області перетину з границями сумісних кристалітів по товщині композиту спостерігається додаткове відкриття каналів по міжкристалічним границям. Наявність пористості в шарах h_{Fe} стимулює цей механізм. При підвищенні швидкості

обертання підкладки, внаслідок зменшення товщини шарів, збагачених залізом, інтенсивність формування каналів по товщині шарів збільшується, що призводить до їх руйнування.

Дослідження вмісту елементів на поперечному відколі композиту NaCl–Fe показало велику кількість кисню, адсорбованого наночастинками Fe з повітря, після розгерметизації вакуумної камери (табл. 2). Причому середній відсоток кисню зменшується з 16,2 до 6,5 мас. % при збільшенні швидкості обертання підкладки від 2 до 25 об·хв⁻¹.

Величина відношення атомарної частки кисню до атомарної частки заліза залежить від кількості заліза і знижується зі збільшенням його вмісту в композиті NaCl–Fe (рис. 4). Зниження величини відношення атомарного відсотка кисню до атомарного відсотка заліза в залежності від збільшення швидкості обертової підкладки пояснюється зменшенням середнього відсотка кисню в композитах NaCl–Fe.

Дійсно, висока адсорбційна здатність до кисню властива наночастинкам менших розмірів, а розмір частинок заліза знижується зі збільшенням вмісту заліза в композиті, що призводить до збільшення сумарної площі поверхні наночастинок, в результаті чого знижується величина відношення атомарної частки кисню до атомарної частки заліза.

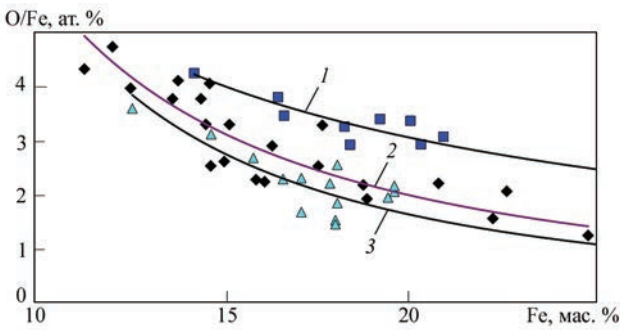


Рис. 4. Відношення O/Fe в композитах NaCl–Fe, отриманих на обертовій підкладці при $V_{пр}$, об·хв⁻¹: 1 — 2; 2 — 20; 3 — 25 в залежності від вмісту Fe

Вміст металевої фази в композитах NaCl–Fe змінювали від 16 до 25 мас. %. Рентгенофазовий аналіз (табл. 3) показав, що наночастинки заліза в матриці хлориду натрію знаходяться у виді оксиду Fe₃O₄. Окислення наночастинок заліза до Fe₃O₄ відбувається при розгерметизації вакуумної камери в процесі відділення композиту від обертової підкладки, внаслідок чого порушується цілісність композиту і прискорюється реакція окислення киснем відкритої поверхні наночастинок заліза в пористій матриці NaCl. При взаємодії наночастинок заліза з киснем повітря відбувається екзотермічна реакція з виділенням тепла. У деяких випадках температура відокремлених від підкладки пластинок конденсату перевищує 100 °С. Тому, щоб зберегти стабільний стан композиту при відділенні від підкладки, злами композитів NaCl–Fe безпосередньо поміщали в ємність зі спиртом.

Фазовий склад і середній розмір кристалітів (рівняння Шеррера) вихідних композитів NaCl–Fe, збережених на повітрі і в спирті, наведені в табл. 3.

У зразках композиту NaCl–14 мас. % Fe, збережених на повітрі, РФА фіксує рефлекси тільки від NaCl. Очевидно розмірність частинок окисних фаз заліза (вміст в композиті ~ 1 мас. % Fe) знаходиться за межами чутливості методу. Збільшення

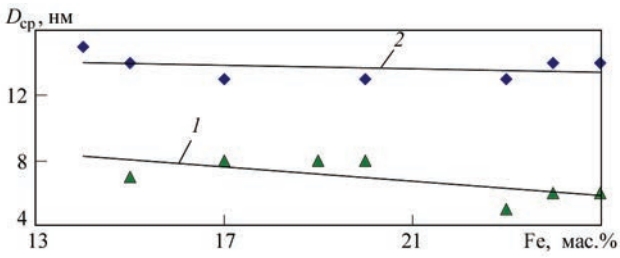


Рис. 5. Залежність середнього розміру кристалітів Fe₃O₄ від вмісту Fe в композитах NaCl–Fe, отриманих на повітрі (1) і в спирті (2)

кількості заліза призводить до появи оксиду Fe₃O₄ із середніми розмірами кристалітів (D_{cr}) рівними 5...9 нм. Причому із збільшенням вмісту кристалічної фази $F_{кр}$ середній розмір кристалітів (D_{cr}) зменшується (рис. 5). Зменшення розмірів частинки призводить до зростання ролі поверхневої енергії і вказує на високу адсорбційну здатність наночастинок малих розмірів [11].

При формуванні наночастинок Fe₃O₄ в спирті їх розміри практично не змінюються ($D_{cr} = 13 \pm 1$ нм) від вмісту Fe від 14 до 25 мас. % (рис. 5). Збільшення середнього розміру наночастинок Fe₃O₄ в спирті можливо пов'язані з кращими протекторними властивостями спирту на етапі сорбції кисню, але це ще вимагає додаткових досліджень.

В роботі досліджували зразки колоїдних систем (КС) Fe₃O₄–NaCl–H₂O з вмістом заліза 17...25 мас. %. Згідно з рентгенівськими даними зразки були однофазними (Fe₃O₄). Дисперсність матеріалів визначали методами рентгенівської дифракції (РД) і динамічного розсіювання світла (ДРС). На рис. 6 і в табл. 4 представлені результати аналізу, виконаного методом рентгенівської дифракції.

Згідно з розрахунками розміри кристалітів оксиду Fe₃O₄ в досліджуваних порошках знаходилися в межах 13...14 нм (табл. 4).

Представлені на рис. 7 і в табл. 5 дані показують, що нагрівання досліджуваних зразків до тем-

Таблиця 3. Вплив вмісту Fe на фазові характеристики вихідних композитів NaCl–Fe, збережених на повітрі і розміщених в ємності зі спиртом

Fe, мас. %	Повітря				Спирт			
	Fe ₃ O ₄		NaCl		Fe ₃ O ₄		NaCl	
	$D_{cr, кр}$, нм	$F_{кр}$, мас. %	$D_{cr, кр}$, нм	$F_{кр}$, мас. %	$D_{cr, кр}$, нм	$F_{кр}$, мас. %	$D_{cr, кр}$, нм	$F_{кр}$, мас. %
14	—	~ 1	30	99	15	5	95	95
15	7	3	27	97	14	12	50	88
17	8	4	40	96	13	6	58	94
19	—»—	—»—	30	—»—	—	—	—	—
20	—»—	5	45	94	13	12	60	88
23	5	—»—	30	95	—»—	10	55	90
24	6	8	—»—	92	14	12	50	88
25	—»—	6	28	94	—»—	7	65	93

Примітка. $D_{cr, кр}$ — середній розмір кристалітів; $F_{кр}$ — вміст кристалічної фази.

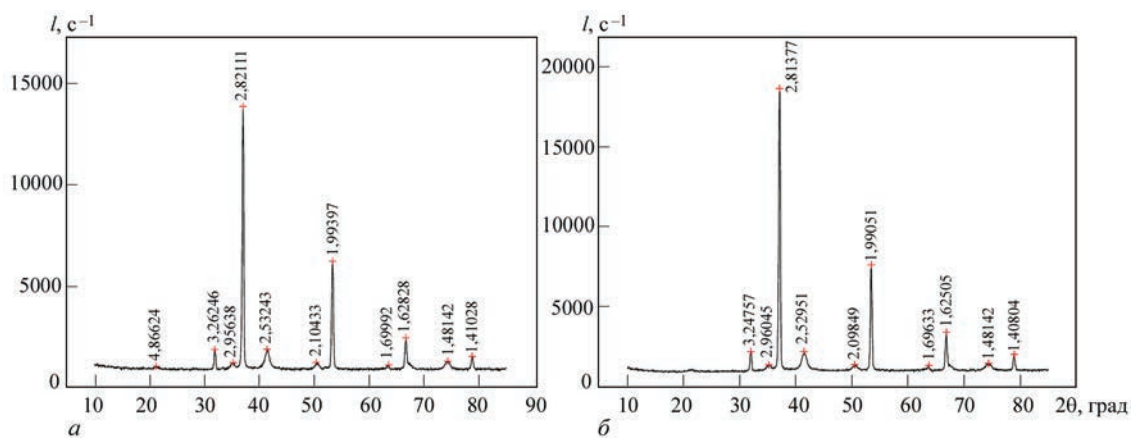


Рис. 6. Рентгенівські дифрактограми порошків композитів NaCl– Fe: а — 25; б — 17 мас. % Fe

Таблиця 4. Фазовий склад порошків композитів NaCl– Fe

Зразок	Fe, мас. %	Фазовий склад	Середній розмір кристалітів, нм	Вміст кристалічної фази, мас. %
1	17	NaCl JCPDS # 75-306	68	94
		Fe ₃ O ₄ JCPDS # 88-315	13	6
2	25	NaCl JCPDS # 75-306	65	93
		Fe ₃ O ₄ JCPDS # 88-315	14	7

пературі 80 °С призводить до стабілізації дисперсії порошків. Для кожного із зразків має місце мономодальний розподіл з максимумом, що лежить в діапазоні 106,3...115,6 нм (для різних складів) і 60,5 нм — для відмитого від солі зразка (в статті не приведено). Велике значення ширини розподілу ($PdI \geq 0,252$) свідчить про присутність в дисперсії агломератів частинок різного розміру. Максимальна частка частинок представлена фракціями 90 та 170 нм, а найбільш дрібні частинки мають розмір близько 40 нм.

У досліджуваних КС величину, відповідну максимуму розподілу (табл. 5), можна розглядати як характеристичне середнє значення розміру частинок. Це значення більше середнього розміру кристалітів, визначеного методом рентгенівської дифракції. Значить досліджувані зразки містили агрегати, які не руйнуються нагріванням до 80 °С.

Представлені в табл. 6 дані показують, що для дисперсій зразків КС при температурах 25 і

80 °С параметри середнього розміру частинок (Z-average) і ширини розподілу (PdI) мали високі значення і розкид, що характеризує зразки як полідисперсні з присутністю агрегатів.

Для дослідження кінетичних характеристик був обраний композит NaCl–20 мас. % Fe, отриманий при обертанні підкладки з максимальною швидкістю 25 об·хв⁻¹, як конденсат з максимально можливим рівномірним розподілом заліза по його товщині і оптимальним вмістом заліза (до 20 мас. %) [8]. Рентгенофазовий аналіз вихідних композитів NaCl–20 мас. % Fe після зберігання на повітрі і в спирті протягом 30-ти днів свідчить про наявність в них фази Fe₃O₄ з наночастинками 8 і 13 нм відповідно (табл. 7).

На рис. 8, а наведені кінетичні криві вихідного зразка, збереженого на протязі доби на повітрі (крива 1) і в спирті (крива 2). Зразок, збережений на повітрі (рис. 8, а, крива 1) характеризується 4,5%-ним зменшенням маси при нагріванні до 430 °С [12], що пояснюється десорбцією адсорбційної вологи (диференціальна крива 1, рис. 8, б). Подальше підвищення температури до 650 °С супроводжується підвищен-

Таблиця 5. Середній розмір ОКР*, вимірний методом РД, і частинок, вимірний методом DLS, для порошків NaCl–Fe

Зразок	Fe, мас. %	Метод вимірювання розміру частинок		
		DLS (максимум розподілу частинок за розмірами, нм)		РД (розмір ОКР, нм)
		T, °C		
		25	80	
1	17	796,5	110,9	13
2	25	593,2	106,3	14

*Область когерентного розсіювання.

Таблиця 6. Оціночні показники якості диспергування порошків NaCl–Fe

Зразок	Fe, мас. %	T, °C			
		25		80	
		Z-average	PdI	Z-average	PdI
1	17	894,1	0,889	2893	1,000
2	25	1182	0,663	2578	—>—

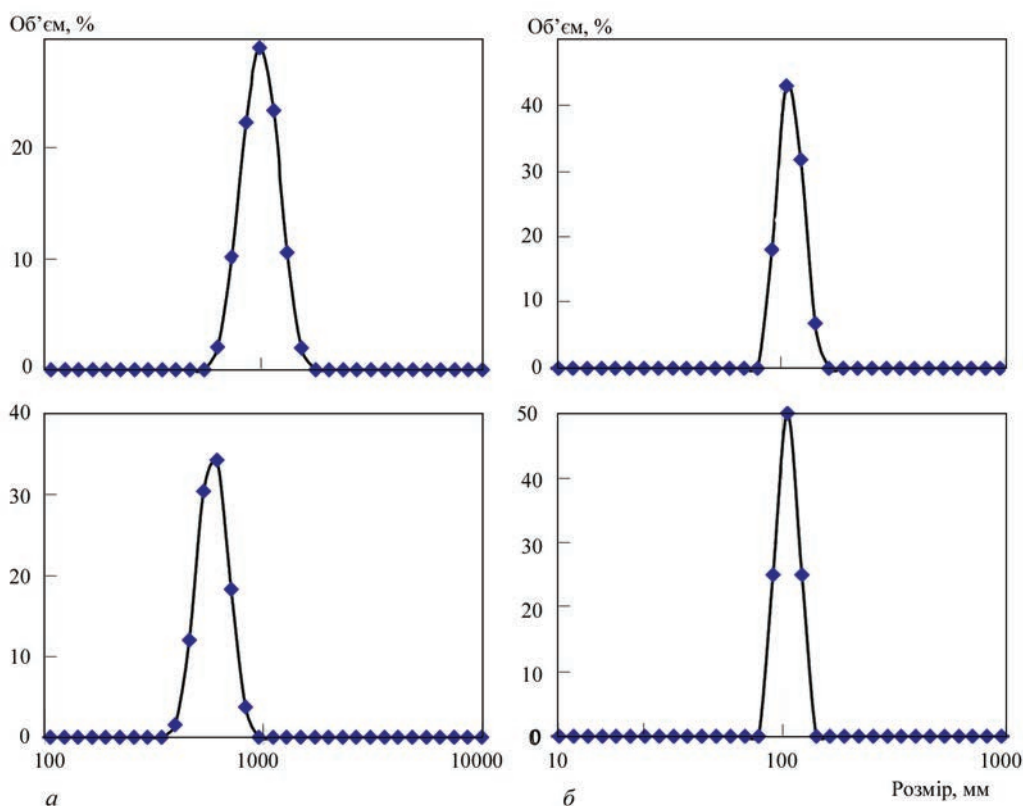


Рис. 7. Розподіл часток за розмірами (абсциса дана логарифмічною шкалою) порошків композитів NaCl–Fe при температурі вимірювання, °C: *а* — 25; зразок 1 і 2; *б* — 80, зразок 1 і 2

Таблиця 7. Рентгенофазовий аналіз композитів NaCl–20 мас. % Fe після зберігання на повітрі і в спирті на протязі 30-ти діб

Фаза	Fe ₃ O ₄		NaCl	
Розмірність	нм	%	нм	%
Повітря	10	3	30	97
Спирт	13	12	60	88

ням маси зразка за рахунок доокислення фази Fe₃O₄ до Fe₂O₃ [13]. Зразок, збережений в спирті (рис. 8, *а*, крива 2) характеризується 3%-ним зменшенням маси при нагріванні до 650 °C, що також пояснюється десорбцією адсорбованої води (диференціальна крива 2, рис. 8, *б*). Однак менший відсоток падіння маси зразка можна пояснити кращими протекторними властивостями спирту на етапі сорбції води. Можливо зберігання в спирті перешкоджало початку доокислення Fe₃O₄ до Fe₂O₃ (12 % фази Fe₃O₄ замість 3 %, табл. 7) і утворенню більш стабільної фази Fe₃O₄, хоча це ще вимагає додаткових досліджень.

Оцінка магнітних характеристик показала, що зразок, збережений в спирті (з більшою масою фази Fe₃O₄), має кращі магнітні властивості.

Висновки

1. Композити NaCl–Fe, отримані по схемі з периферичним відносно осі обертання підкладки роз-

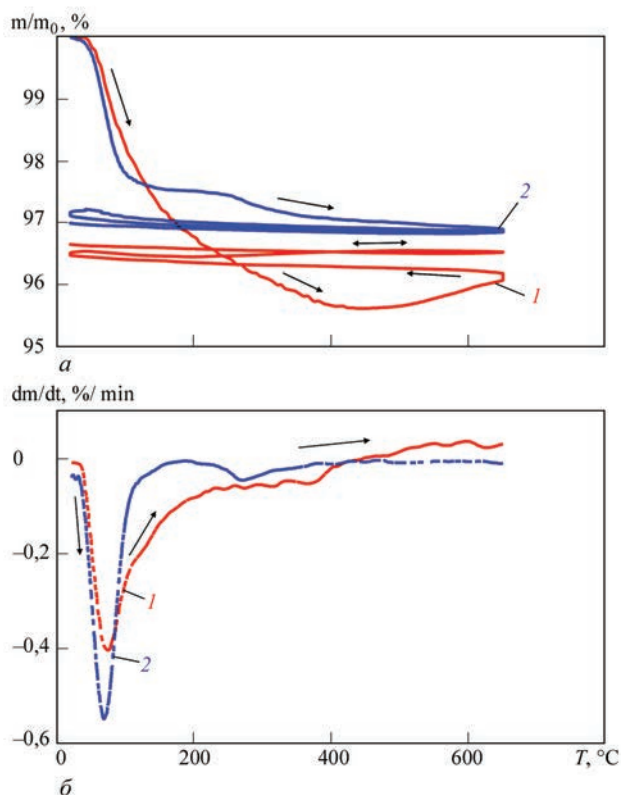


Рис. 8. Термогравіметричний (*а*) та диференційний термогравіметричний (*б*) аналіз на повітрі композитів NaCl–20 мас. % Fe після зберігання протягом 24 год на повітрі (1) і в спирті (2)

ташуванням джерел випарюваних матеріалів, мають шаруватість.

2. Загальна товщина шарів залежить від швидкості обертання підкладки і становить від 3,89 до 0,55 мкм для $V_n = 2$ і 25 об·хв⁻¹ відповідно.

3. Відношення товщини шарів, збагачених залізом і хлоридом натрію, залишається постійним і дорівнює приблизно 0,2 незалежно від швидкості обертання підкладки; товщини шарів, збагачених Fe і NaCl в одиничному композиті для $V_n = 25$ об·хв⁻¹ дорівнює $h_{Fe} = 0,09$ і $h_{NaCl} = 0,46$ мкм відповідно.

4. Встановлено, що окислення наночастинок заліза до оксиду Fe₃O₄ відбувається при розгерметизації вакуумної камери в процесі відділення конденсату від підкладки.

5. Середній розмір кристалітів Fe₃O₄ в залежності від вмісту Fe в конденсаті NaCl–Fe залежить від способу його зберігання — на повітрі чи в спирті. В інтервалі концентрації заліза від 14 до 25 мас. % середній розмір частинок Fe₃O₄, які зберігаються на повітрі — 5...10, в спирті — 13 ± 1 нм.

6. Встановлено, що отримані в композитах NaCl–17...24 % Fe наночастинок мають мономодальний розподіл з максимумом в діапазоні 106,3...115,6 нм. Мінімальний розмір наночастинок складає 40 нм.

7. Дослідженням на поперечному відколі композиту підтверджено присутність кисню, адсорбованого наночастинами Fe з повітря. В залежності від швидкості обертання підкладки середній відсоток кисню зменшується з 16,2 до 6,5 мас. % при збільшенні V_n з 2 до 25 об·хв⁻¹ відповідно.

8. Величина відношення атомарної частки кисню до атомарної частки заліза залежить від кількості заліза, знижується зі збільшенням його вмісту в композиті NaCl–Fe та при збільшенні швидкості обертання підкладки.

9. Збереження композитів NaCl–Fe у спирті захищає їх від насичення вологою і окиснення заліза і, як висновок, приводить до більш стабільних фізичних властивостей у часі.

Список літератури

- Salata O.V. (2004) Applications of nanoparticles in biology and medicine. *Journal of Nanotechnology*, 2(13). <http://www.nanobiotechnology.com/content/2/1/3>
- Мовчан Б.А., Курапов Ю.А., Дидикин Г.Г. и др. (2011) Регулирование состава и структуры наночастиц системы Fe–O в процессе электронно-лучевого испарения Fe₃O₄. *Порошковая металлургия*, 50(3–4), (478), 56–63. doi.org/10.1007/s11106-011-9314-0
- Kurapov Yu.A., Litvin S.E., Romanenko S.M. (2013) Structure and thermal stability of Ti–NaCl condensates deposited from the vapour phase in vacuum. *Nanostructured Materials Sci.*, 1, 55–62. http://www.materials.kiev.ua/science/edition_view.jsp?id=2
- Курапов Ю.А., Литвин С.Е., Дидикин Г.Г., Романенко С.М. (2011) Структура двухфазных конденсатов Cu–NaCl, осажденных из паровой фазы в вакууме. *Современная электрометаллургия*, 2, 19–22. <https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/sem/2011/02/05>
- Kurapov Yu.A., Romanenko S.M., Didikin G.G., Oranska-ya E.I. (2017) Controllable synthesis of iron oxide nanoparticles in porous NaCl matrix. *Materials Research Express*, 4(3), 035031. doi.org/10.1097/01.rli.0000221321.90261.09
- Патон Б.Є., Мовчан Б.О., Курапов Ю.А., Яковчук К.Ю. (2010) Спосіб одержання наночастинок системи метал–кисень із заданим складом електронно-променевим випарюванням і конденсацією у вакуумі. Україна, Пат. 92556 [in Ukrainian]. <http://base.ukrpatent.org/searchINV/search.php?action=viewdetails&IdClaim=151646>
- Гречанюк М.І., Осокін В.О., Афанасьєв І.Б. та ін. (2002) Спосіб отримання пористих матеріалів. Україна, Пат. 46855.
- Grechanyuk N.I., Osokin V.A., Grechanyuk I. N. et al. (2006) Composite materials on base of copper and molybdenum condensed from vapor phase, for electric contacts. Part 2. Fundamentals of electron beam technology for producing materials for electric contacts. *Advances in Elektrometallurgy*, 2, 8–17.
- Осокин В.А., Курапов Ю.А., Борецкий В.В. и др. (2021) Получение наночастиц Fe, Cu, Ag в матрице NaCl на вращающейся подложке, методом EB-PVD. *Тези допов. міжнар. конф. «Сучасні технології з'єднання матеріалів»*. Лобанов Л.М. (ред.). Київ, Міжнародна Асоціація «Зварювання». <https://patonpublishinghouse.com/proceedings/stzm2021.pdf>
- Movchan B.A. (2006) Inorganic materials and coating produced by EBPVD. *Surf. Eng.*, 22, 35–46.
- Мовчан Б.А., Демчишин А.В. (1969) Исследование структуры и свойств толстых вакуумных конденсатов никеля, титана, вольфрама, окиси алюминия и двуокиси циркония. *Физика металлов и металловедение*, 28(4), 653–660.
- Kurapov Y.A., Vazhnichaya E.M., Litvin S.E. et al. (2019) Physical synthesis of iron oxide nanoparticles and their biological activity in vivo. *SN Applied Sci.*, 1(1), 1–102. <https://doi.org/10.1007/s42452-018-0110-z>
- Kurapov, Yu.A., Movchan, B.A., Litvin, S.E. et al. (2011) Effect of iron concentration on the adsorptive capacity of iron oxide nanoparticles in the porous NaCl matrix in relation to atmospheric oxygen. *Advances in Electrometallurgy*, 9(1), 29–32. <http://pwi-scientists.com/pdf/journals/aitem201101.pdf>

References

- Salata, O.V. (2004) Applications of nanoparticles in biology and medicine. *J. of Nanotechnology*, 2, 3–8. <http://www.nanobiotechnology.com/content/2/1/3>
- Movchan, B.A., Kurapov, Yu.A., Didikin, G.G. et al. (2011) Regulation of composition and structure of Fe–O system nanoparticles in electron beam evaporation of Fe₃O₄. *Poroshkovaya Metallurgiya*, 50(3–4), (478), 56–63 [in Russian]. doi.org/10.1007/s11106-011-9314-0.
- Kurapov, Yu.A., Litvin, S.E., Romanenko, S.M. (2013) Structure and thermal stability of Ti–NaCl condensates deposited from the vapour phase in vacuum. *Nanostructured Materials Sci.*, 1, 55–62. http://www.materials.kiev.ua/science/edition_view.jsp?id=2
- Kurapov, Yu.A., Litvin, S.E., Didikin, G.G., Romanenko, S.M. (2011) Structure of two-phase condensates Cu–NaCl deposited from vapor phase in vacuum. *Sovrem. Elektrometall.*, 2, 19–22 [in Russian]. <https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/sem/2011/02/05>
- Kurapov, Yu.A., Romanenko, S.M., Didikin, G.G., Oranska-ya, E.I. (2017) Controllable synthesis of iron oxide nanoparti-

- cles in porous NaCl matrix. *Materials Research Express*, 4(3), 035031. doi.org/10.1097/01.rli.0000221321.90261.09
6. Paton, B.E., Movchan, B.O., Kurapov, Yu.A., Yakovchuk, K.Yu. (2010) *Method of producing of metal-oxygen system nanoparticles with specified composition by electron beam evaporation and condensation in vacuum*. Pat. 92556, Ukraine [in Ukrainian]. <http://base.ukrpatent.org/searchINV/search.php?action=viewdetails&IdClaim=151646>
 7. Grechanyuk, M.I., Osokin, V.O., Afanasiev, I.B. et al. (2002) *Method of producing of porous materials*. Pat. 46855, Ukraine [in Ukrainian].
 8. Grechanyuk, N.I., Osokin, V.A., Grechanyuk, I. N. et al. (2006) Composite materials on base of copper and molybdenum condensed from vapor phase, for electric contacts. Pt 2: Fundamentals of electron beam technology for producing materials for electric contacts. *Advances in Electrometallurgy*, 2, 8–17.
 9. Osokin, V.O., Kurapov, Yu.A., Boretsky, V.V. et al. (2021) Producing of Fe, Cu, Ag nanoparticles in NaCl matrix on rotating substrate by EB-PVD method. In: *Abstr. of Pap. of Int. Conf. on Modern Technologies of Joining of Materials*. Ed. by L.M. Lobanov. Kyiv, IAW [in Russian]. <https://patonpublishinghouse.com/proceedings/stzm2021.pdf>
 10. Movchan, B.A. (2006) Inorganic materials and coating produced by EBPVD. *Surf. Eng.*, 22, 35–46.
 11. Movchan, B.A., Demchishin, A.V. (1969) Study of structure and properties of thick vacuum condensates of nickel, titanium, tungsten, aluminium oxide and zirconium dioxide. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 28(4), 653–660 [in Russian].
 12. Kurapov, Y.A., Vazhnichaya, E.M., Litvin, S.E. et al. (2019) Physical synthesis of iron oxide nanoparticles and their biological activity in vivo. *SN Applied Sci.*, 1(1), 1–102. <https://doi.org/10.1007/s42452-018-0110-z>
 13. Kurapov, Yu.A., Movchan, B.A., Litvin, S.E. et al. (2011) Effect of iron concentration on the adsorptive capacity of iron oxide nanoparticles in the porous NaCl matrix in relation to atmospheric oxygen. *Advances in Electrometallurgy*, 9(1), 29–32. <http://pwi-scientists.com/pdf/journals/aiem201101.pdf>

RECEIVE Fe-BASED NANOPARTICLES IN A NaCl MATRIX BY EB-PVD ON A ROTATING SUBSTRATE

Yu.A. Kurapov, V.O. Osokin, G.G. Didikin, L.A. Krushynska, S.Ye. Lytvyn, V.V. Boretskyi
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

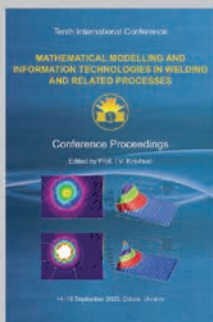
The results of the peculiarities of the formation of the microlayer structure of the NaCl–Fe composite and the possibility of obtaining iron nanoparticles of different sizes on a rotating substrate by EB-PVD with a peripheral relative to the axis of rotation of the substrate location of sources of evaporating materials. It is shown that the thickness of the layers is determined by the speed of rotation of the substrate. It was found that iron nanoparticles in the matrix of sodium chloride are in the form of Fe_3O_4 oxide. Ref. 13, Tabl. 7, Fig. 8.

Key words: electron beam evaporation; condensation; EB-PVD; composite; nanoparticles; iron oxide; phase composition

Надійшла до редакції

НОВА КНИГА

Математичне моделювання та інформаційні технології в зварюванні та споріднених процесах: 36. праць X міжнар. конф. / Під ред. проф. І.В. Кривцуна. — Київ: Міжнародна Асоціація «Зварювання», 2021. — 88 с. Електронне видання — <http://patonpublishinghouse.com/proceedings/mm2020.pdf>.



У збірнику представлені доповіді X міжнародної конференції «Математичне моделювання та інформаційні технології в зварюванні та споріднених процесах» (14–18 вересня 2020 р., м. Одеса, Україна), в яких відображені досягнення за останні роки в області математичного моделювання фізичних явищ, що протікають при зварюванні, наплавленні і інших споріднених процесах. Авторами доповідей є відомі вчені і фахівці з України та Великобританії. Для наукових і інженерно-технічних працівників, зайнятих в області зварювання, різання, наплавлення, пайки, нанесення захисних покриттів і інших споріднених процесів.

Збірники десяти конференцій MMITWRP за 2002–2020 рр. знаходяться у відкритому доступі на сайті Видавничого дому «Патон»: <http://patonpublishinghouse.com/rus/proceedings/mm2020.pdf>.



Электронно-лучевая сварка. Технологии. Оборудование. Материалы: Сб. статей под ред. чл.-кор. НАН Украины В.М. Нестеренкова. — Институт электро-сварки им. Е.О. Патона НАН Украины, 2021. — 390 с.

Замовлення на книги прохання надсилати до редакції журналу.

Тел.: (044) 200-82-77, E-mail: journal@paton.kiev.ua

ОТРИМАННЯ ДЕФОРМОВАНИХ НАПІВФАБРИКАТІВ ЦИРКОНІЄВОГО СПЛАВУ ІЗ ЗЛИВКІВ, ВИПЛАВЛЕНИХ СПОСОБОМ ДУГОВОГО ПЕРЕПЛАВУ З НЕВИТРАТНИМ ЕЛЕКТРОДОМ У ГАРНІСАЖНІЙ ПЕЧІ

О.Є. Капустян¹, І.А. Овчинникова²

¹Національний університет «Запорізька політехніка».

69063, м. Запоріжжя, вул. Жуковського, 64. E-mail: aek@zntu.edu.ua

²Запорізький національний університет.

69600, м. Запоріжжя, вул. Жуковського, 66. E-mail: iao31@gmail.com

Проведено роботи по дослідженню можливості отримання деформованих напівфабрикатів у вигляді прутків цирконієвого β-сплаву зі зливків дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі. Зливки діаметром 50 мм отримували шляхом однократного переплаву некомпактної шихти. Гарячу деформацію зливків для виготовлення прутків діаметром 30 мм проводили шляхом кування на молоті кувальному пневматичному. Наведено режими кування зливків. Проведена гаряча деформаційна обробка зливків цирконієвого сплаву призвела до розтріскування поковки. Розтріскування відбувалося по хаотично розташованим зонам. За місцем і формою переважають «зовнішні прості» тріщини глибиною до 5 мм. Дослідження структури металу зливка дослідного цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti, отриманого способом дугового переплаву із невитратним електродом у гарнісажній печі, показало відсутність мікропор, тріщин та інших дефектів. За допомогою метода мікрорентгеноспектрального аналізу встановлено наявність фази із підвищеною концентрацією цирконію та у 2,5...3,0 рази меншою концентрацією титану і ніобію у порівнянні з матричною фазою. Розмір фази складав від 1 до 30 мкм. Для отримання зливка із заданим гомогенним хімічним складом запропоновано використовувати подвійний переплав: після дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі використовувати вакуумно-дуговий з витратним електродом. Бібліогр. 14, табл. 2, рис. 7.

Ключові слова: вакуумно-дуговий переплав; цирконієвий сплав; зливки; хімічний склад; структура; деформаційна обробка; поковка; напівфабрикати

Останнім часом спостерігається значне підвищення обсягу дослідних робіт, метою яких є отримання сплавів з новим комплексом властивостей медичного призначення. Розвиток медицини вимагає значного збільшення обсягів виробництва спеціальних цирконієвих сплавів і розробки нових [1, 2]. Для організації в Україні виробництва напівфабрикатів зі сплавів цирконію необхідно провести дослідження з розробки оптимальних технологій виробництва, які забезпечать необхідні вимоги до якості та структури напівфабрикатів [1]. Тому ставилось завдання по розробці технологічних процесів отримання матеріалів, які мають високий

комплекс механічних властивостей та зазнають корозійний вплив.

Виробництво напівфабрикатів із цирконієвих сплавів пов'язано з цілим рядом технологічних операцій, для виконання яких необхідний високо-температурний нагрів з подальшою гарячою деформацією. До таких технологічних операцій слід віднести ковку, катання, калібрування. Кування є одною з основних операцій першої стадії деформаційної обробки зливків для одержання з них напівфабрикатів (сляб, прутки, лист) і кінцевих виробів (рис. 1).

Теплофізичні особливості цирконію та сплавів на його основі вимагають ретельного підходу до процесів їх деформаційної обробки. Це обумовлено тим, що цирконій та титан мають низькі коефіцієнти теплопровідності (22,7 та 21,9 Вт/(м·К)) відповідно [1], що призводить до виникнення значних внутрішніх напружень, а при перевищенні їх граничної межі й до тріщиноутворення внаслідок перепадів температури по перетину при нагріванні зливка перед та в процесі його деформаційної обробки, а також при охолодженні в процесі та після деформаційної обробки.

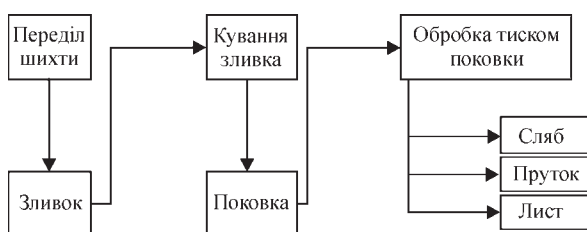


Рис. 1. Технологічна схема отримання напівфабрикатів шляхом кування зливка

О.Є. Капустян — Scopus Author ID: 57189211531, І.А. Овчинникова — <https://orcid.org/0000-0002-4035-129X>

Тому технології отримання сплавів цирконію складні й вимагають спеціального підходу як на стадії виплавки зливків [1], так і подальших обробок заготовок для виготовлення виробів або напівфабрикатів (рис. 1).

Мета даної роботи — отримання напівфабрикатів шляхом гарячої деформаційної обробки (куванням) зливків сплаву системи Zr–Nb–Ti, виплавленого способом переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі та оцінка його гомогенності.

Для досягнення поставленої мети необхідно вирішити комплекс технологічних і матеріалознавчих задач, провести дослідження впливу хімічного складу та структури на процес обробки металів тиском (куванням), розробити технологічний процес виготовлення якісних бездефектних деформованих напівфабрикатів цирконієвого сплаву із заданим гомогенним хімічним складом, отриманого способом переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі.

Матеріали та методики досліджень. В якості вихідних матеріалів використовували зливки діаметром 50 мм, отримані способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі за технологією, яка розроблена в НДЦ «Титан Запоріжжя» НУ «Запорізька політехніка» [1]. Хімічний склад отриманих зливків приведено в табл. 1 [7, 8]. Цей сплав, можна використовувати як для лиття, так і для подальшої деформації.

Велике значення мають металургійні дефекти в середині та на поверхні зливків; структура та властивості, які максимально сприяють його подальшим деформаційній, термічній і механічній обробкам. Для дослідження наявності в зливках зі сплавів цирконію внутрішніх дефектів у вигляді неметалевих включень, пор і несучільностей використовували метод ультразвукової дефектоскопії. Дослідження проводили за допомогою ультразвукового дефектоскопу УД2-12 ехоімпульсним методом при контактному варіанті контролю.

Згідно з технологічною схемою (рис. 1) другою операцією є кування. З метою подальшого вивчення якості металу зливків сплаву цирконію, отриманих способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, проведені комплексні дослідницькі роботи з виготовлення напівфабрикатів у вигляді поковок з подальшою обробкою тиском для отримання прутка.

Розробка технологічного процесу кування складається з наступних етапів: призначення ковальських переходів; вибір обладнання; визначення режимів нагрівання та охолодження.

Попередньо механічно оброблені зливки піддавали гарячому переділу для виготовлення прутків

Таблиця 1. Хімічний склад сплаву системи Zr–Nb–Ti, мас. %

Сплав	Zr	Nb	Ti	O
Zr–Nb–Ti	Основа	21,0	19,0	0,08
Zr–Ti [7]	55,0...63,0	16,0...24,0	16,0...23,0	—*

*Концентрація кисню згідно з вимогами міжнародного [8] стандарта на імпланти становить до 0,2 %.

діаметром 30 мм за допомогою молота кувального пневматичного М415А, основні технічні характеристики якого наступні:

номінальна маса частин, що падають, кг	400
хід баби, мм	700
число ударів, хв ⁻¹	130
висота робочої зони у світлі, мм	530
виліт від осі баби до станини, мм	520
потужність двигуна головного руху, кВт	37
габарити, мм:	
довжина	3200
ширина	1320
висота	2700
маса, кг	13100

Нагрівання зливків для пластичної деформації виконували в електропечі опору камерній СНЗ, основні технічні характеристики якої наступні:

розміри робочого простору, мм:	
ширина	600
довжина	1200
висота	500
номінальна потужність, кВт	45
напруга, В	380/220
число фаз	3
максимальна робоча температура, °С	1050
продуктивність, кг/год	200
час розігрівання холодної печі до 850°, год	7
маса з футеровкою, т	3,2
габарити, мм:	
ширина	1400
довжина	2200
висота	1750

У процесі обробки контролювали температуру у печі. Температура у робочому просторі печі вимірювали хромель-алюмелевим термоелектричним термометром градування ХА68, інформація з якого показувалася на вторинному приладі типу ДИСК-250 зі шкалою від 0 до 1300 °С та класом точності 0,5.

З метою оцінки якості зливків сплаву Zr–Nb–Ti і можливостей використання переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі для отримання заготовок медичного призначення, проводили вивчення однорідності хімічного складу і структури зразків, відібраних по довжині зливків в різних частинах (верхньої, середньої і нижньої). Для цього зливки механічно обробляли та розрізали посередині у повздовжньому та поперечному напрямках.

Токарну механічну обробку зливка здійснювали на токарно-гвинторізному верстаті 16К20,

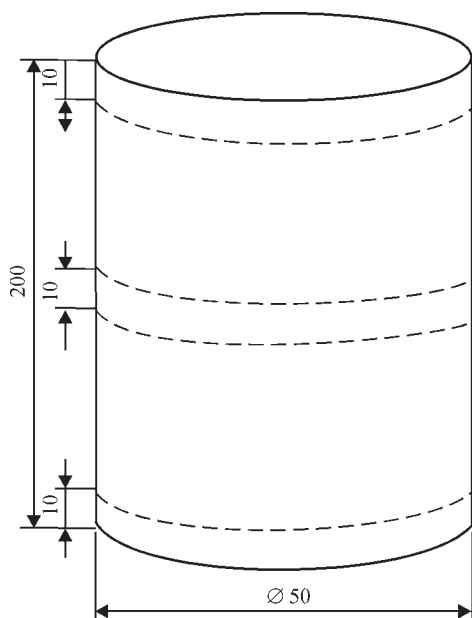


Рис. 2. Схема розкрою зливка

різання — на горизонтально-фрезерному верстаті моделі 6P81.

Дослідження структури, визначення елементного складу зразків, а також якості розподілу основних легуючих елементів в них методом рентгеноспектрального мікроаналізу проводили на базі аналітичного комплексу, що складався з електронного растрового мікроскопу JSM-IT300LV



Рис. 3. Процес кування цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti на молоті

(Jeol, Japan), укомплектованого рентгенівським енергодисперсійним спектрометром (ЕДС) X-Max 80 (Oxford Instruments, United Kingdom) для аналізу елементів (від берилію до урану) зображенням усього знайденого спектру в режимі реального часу. Енергетична роздільна здатність по енергії на лініях спектру $MnK\alpha$ $E = 123$ еВ, діаметр електронного зонду — 1 мкм.

Для проведення досліджень структури зливки розрізали по висоті на темплети товщиною 10 мм. Темплети вирізали на відстані 5...10 мм від верху і низу зливків, а також з їх середини. Схема розкрою зливка показана на рис. 2. Для дослідження мікроструктури з темплетів вирізали зразки розміром $10 \times 10 \times 10$ мм у поздовжньому і поперечному напрямках.

Зразки для металографічних досліджень виготовляли послідовним шліфуванням і поліруванням. Для приготування шліфів вирізані зразки закріплювали в струбцинах і шліфували вручну водостійким шліфувальним папером різної зернистості з поступовим переходом від більш грубого (150 мкм) до мілкового абразиву (10 мкм). Полірування шліфів здійснювали на кругах, обтягнутих сукном з грубої вовни. Як абразивний матеріал застосовували суспензію з кип'яченої води й фільтрованого окису хрому (100 г/1,5 л води). Остаточне полірування виконували на кругах, обтягнутих оксамитом, за допомогою чистого бензину. Полірування проводили до надання шліфу дзеркального блиску [9]. Хімічне травлення шліфів для виявлення структури здійснювали з використанням реактивів, що складаються з суміші кислот (сірчана-воднева ГОСТ 2567–89, азотна ГОСТ 11125–84) і перекису водню або гліцерину [10].

Результати експериментів та їх аналіз. При дослідженні зливків методом ультразвукової дефектоскопії спостерігалися типові для литого металу множинні відбивання малої амплітуди — відбивання від границь зерен. Внутрішня структура зливків щільна, несутільностей, усадочних раковин, пористості або великих неметалевих включень не виявлено.

Гаряча обробка цирконієвих сплавів не рекомендована при температурі нижче 800°C , оскільки це пов'язано з небезпекою розтріскування зливка. Тому всі технологічні операції деформаційної обробки заготовок діаметром 50 мм з цирконієвого сплаву проводили при температурі не нижче 850°C [3] за наступним технологічним режимом:

нагрівання заготовок у печі до температури 950°C з витримкою протягом 7 хв із застосуванням спеціального кувального мастила;



Рис. 4. Вид зливку дослідного сплаву Zr–Nb–Ti, отриманого способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, після деформаційної обробки (кування): а — з боку; б — з торця

кування заготовок вздовж осі зливка на молоті плоскими бойками (рис. 3) з 4-ма проміжними нагріваннями за схемою прямокутник–полоса до досягнення ступеня деформації 65 %;

деформування заготовок за один прохід — 5...10 мм (19...36 %);

температура закінчення кування не менш 850 °С;

деформація у струбчині для надання прокату круглого профілю;

охолодження заготовок на повітрі до температури навколишнього середовища.

В процесі другого заходу гарячої деформаційної обробки зливків, отриманих способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, відбулося їх розтріскування по

хаотично розташованим областям (рис. 4). Відповідно до механізмів руйнування металів при обробці їх тиском дані тріщини по зовнішньому вигляду можна віднести до тріщин, які виникають при негативних (зсувних) напруженнях і деформаціях після значної пластичної деформації. За місцем і формою переважали зовнішні прості тріщини [12] глибиною до 5 мм, мали місце поодинокі глибокі тріщини в кутах заокруглення поковки. Дане руйнування можливо при нерівномірному розподілі легуючих елементів і домішок у зливку, яке виникає в результаті недосконалості технології виплавлення сплаву або температурно-деформаційної обробки зливка. Через те, що схема деформації й режими були досить «м'якими», це дозволяє говорити про низькі показники техноло-

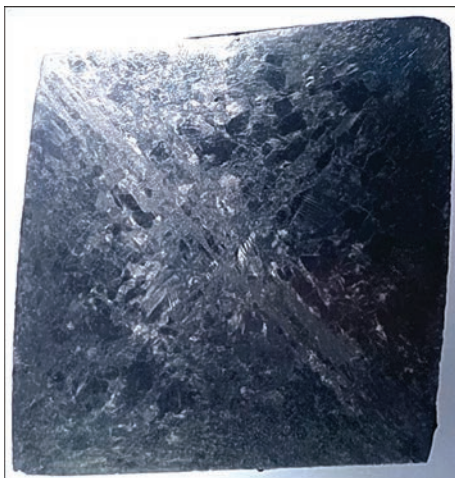


Рис. 5. Макроструктура дослідного зливка, отриманого способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі

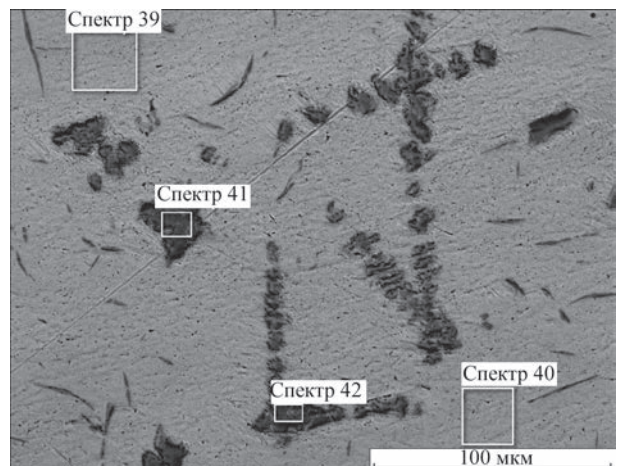


Рис. 6. Хімічний склад фаз дослідного сплаву після деформаційної обробки

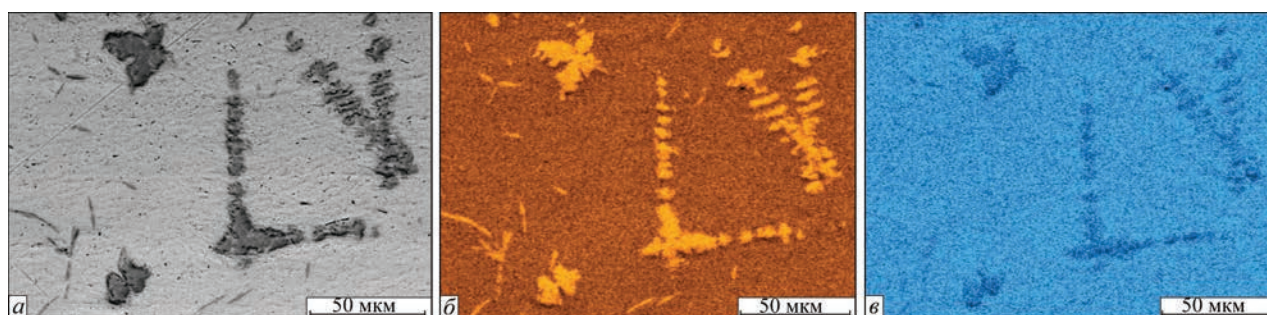


Рис. 7. Мікроструктура дослідного зливка, отриманого способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі (а), та розподіл елементів в ньому цирконію (б), ніобію (в)

Таблиця 2. Хімічний склад фаз у дослідному сплаві згідно з рис. 6, мас. %

Спектр	Zr	Nb	Ti	Сума
39	60,15	20,38	19,48	100,00
40	61,18	20,52	18,30	100,00
41	83,45	8,94	7,61	100,00
42	85,84	7,23	6,93	100,00

гічної пластичності матеріалу і металургійної якості зливків.

Встановлено, що макроструктура металу поковки цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti (рис. 5), отриманого способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, щільна, однорідна, із відсутністю різного травлення зон по перетину зливка. Внутрішніх металургійних макро- та мікроефектів у вигляді неметалевих включень, пор, порожнин, нещільностей, раковин, тріщин, розшарувань не виявлено. Спостерігалася істотна різниця в структурі центральної та периферійної зон зливка. Центральна зона та одна діагональ зливка мала однорідну зеренну структуру, обумовлену деформаційною обробкою. Спостерігалася невелика витягнутість зерен вздовж цієї діагоналі, пов'язана зі схемою деформації металу. На периферії зливка залишалася лита структура з рівновісними зернами розміром 4...8 мм.

Висока якість вихідного зливка є важливим фактором, що впливає на якість заготовок, виготовлених зі сплавів із спеціальними властивостями. Навіть дуже малий вміст домішок в цирконієвому сплаві може спричинити зміну механічних, корозійних і експлуатаційних властивостей напівфабрикатів і готових виробів і, як наслідок, зміну режимів їх деформаційної та термічної обробки [13].

Аналіз дослідження розподілу основних легуючих елементів у зливку дослідного сплаву системи Zr–Nb–Ti, отриманого способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, наведено на рис. 6, 7.

Встановлено, що як у повздовжньому, так і у поперечному перетинах структура сплаву пред-

ставлена світло-сірого кольору суцільною матричною фазою та більш темною фазою.

За допомогою метода мікрорентгеноспектрального аналізу (рис. 6) встановлено, що хімічний склад включень більш темної за кольором фази містить у 2,5...3,0 рази меншу кількість титану та ніобію у порівнянні з матричною фазою (табл. 2). В таблиці представлені тільки основні хімічні елементи сплаву — Zr, Nb, Ti. При цьому добре проявляється неоднорідність за розмірами та формою (рис. 6, 7) включень із підвищеною концентрацією цирконію. Поряд з невеликими за розмірами ($\approx 1 \times 30$ мкм) поодинокими витягнутими пластинками довільної форми, наявні скупчення більш крупних ($\approx 10 \times 200$ мкм).

Зменшити рівень такої хімічної неоднорідності шляхом термічної або термомеханічної обробки практично неможливо. Тому уникнути утворення неоднорідностей можна тільки на стадії виплавки зливків. Для отримання цирконієвих сплавів використовують переважно подвійний або потрійний вакуумно-дуговий переплав (ВДП) [5]. Тому запропоновано використовувати подвійний переплав: після переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі проводити ВДП з витратним електродом. В даному випадку другий ВДП буде виступати як гомогенізуючий переплав цирконієвого сплаву [14], отриманого дуговою гарнісажною плавкою.

Висновки

1. На підставі аналізу стану розвитку медицини в Україні показана актуальність розробки технологій виробництва сплавів зі спеціальними властивостями. На прикладі сплаву системи Zr–Nb–Ti сформульовано основні напрями досліджень. Показано, що основною первинною операцією формування напівфабрикатів зі зливків є деформаційна обробка.

2. Проведено дослідження якості зливків діаметром 50 мм, отриманих способом однократно-го переплаву некомпактної шихти з невитратним електродом у гарнісажній печі, методом ульт-

тразвукової дефектоскопії. Внутрішніх дефектів у структурі зливків не виявлено.

3. Проведені металографічні дослідження і кількісна оцінка структур на РЕМ. Метал зливків дослідного цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti, отриманого дуговим переплавом з невитратним електродом у гарнісажній печі, характеризується відсутністю дефектів (пор, раковин, включень низької та високої щільності). За допомогою метода мікрорентгеноспектрального аналізу встановлено наявність фази із підвищеною концентрацією цирконію та у 2,5...3,0 рази меншою концентрацією титану та ніобію у порівнянні з матричною фазою. Розмір фази складав від 1 до 30 мкм.

4. Проведено дослідження процесів отримання деформованих напівфабрикатів цирконієвого сплаву із зливків, виплавлених способом дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі. Деформування зливків проводилось методом вільного кування на молоті при високій температурі зливків діаметром 50 мм на діаметр 30 мм. Відбулося розтріскування зливків, отриманих способом однократного дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі, що говорить про низькі показники технологічної пластичності матеріалу і металургійної якості зливків.

5. Доведено, що якісні показники зливка (рівномірність розподілу хімічних елементів у зливку) забезпечують можливість успішної деформаційної обробки. Встановлено, що рівень гомогенності металу зливків після однократного дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі не дозволяє отримувати напівфабрикати шляхом подальшої гарячої деформаційної обробки — куванням зливків.

6. Отримання якісних напівфабрикатів сплаву системи Zr–Nb–Ti потребує подальших досліджень з метою покращення якості зливків — забезпечення гомогенного хімічного складу. Для цього запропоновано внести зміни до технологічної схеми виготовлення напівфабрикатів: замість однократного використовувати подвійний переплав: після дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі виконувати вакуумно-дуговий переплав з витратним електродом.

Список літератури

1. Mishchenko O., Ovchynnykov O., Kapustian O., Pogorielov M. (2020) New Zr–Ti–Nb alloy for medical application: development, chemical and mechanical properties, and biocompatibility. *Materials*, 13(6), 1306. DOI: 10.3390/ma13061306.
2. Капустян О.Є., Овчинников О.В., Волчок І.П. (2020) Дослідження можливості застосування Zr–Ti–Nb сплавів

- замість титанового сплаву Ti–6Al–4V для виробів біомедичного призначення. *Вісник ХНАДУ*, 91(1), 15–22.
3. Патон Б.Е., Ахонин С.В., Березос В.А. (2018) Развитие технологий электронно-лучевой плавки металлов в ИЭС им. Е.О. Патона НАН Украины. *Современная электрометаллургия*, 4, 19–35 DOI: <http://dx.doi.org/10.15407/sem2018.04.01>.
4. Смитлз К.Дж. (1980) Металлы. Справ. изд., пер. с англ. Металлургия, Москва.
5. Ажажа В.М., Бутенко И.Н., Борц Б.В. и др. (2007) Сплав Zr1Nb для атомной энергетики Украины. *Ядерная физика та енергетика*, 21(3), 67–75.
6. Овчинников О.В., Капустян О.С. (2020) Технології виплавки зливків цирконієвого сплаву способом вакуумно-дугового переплаву з невитратним електродом у гарнісажній печі. *Сучасна електрометалургія*, 4, 32–38. <https://doi.org/10.37434/sem2020.04.06>
7. Івасишин О.М., Скиба І.О., Карасевська О.П., Марковський П.С. (2013) Біосумісний сплав із низьким модулем пружності на основі системи цирконій–титан (варіант). Інститут металознавства ім. Г.В. Курдюмова НАН України. Україна, Пат. 102455.
8. ISO 5832-3:2016: *Implants for surgery — Metallic materials. Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy*.
9. Бутенко И.Н., Пелых В.Н., Тур Ю.В. (2006) Металлографические исследования сплава Zr1Nb. *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники*, 15(1), 170–173.
10. Беккерт М., Клемм Х. (1988) *Способы металлографического травления*. Справ. изд., пер. с нем. Металлургия, Москва.
11. Дриц М.Е. (1985) *Свойства элементов*. Справ. изд. Металлургия, Москва.
12. Охрименко Я.М., Тюрин В.А. (1977) *Теория процессовковки*. Высшая школа, Москва.
13. Колобов Г.А., Павлов В.В., Карпенко А.В., Колобова А.Г. (2015) Рафинирование тугоплавких редких металлов IV группы периодической системы элементов. *Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні*, 1, 89–95.
14. Ладохин, С.В., Вахрушева, В.С. (2008), Перспективы применения электронно-лучевой плавки для получения сплавов циркония в Украине. *Современная электрометаллургия*, 4, 22–26.

References

1. Mishchenko, O., Ovchynnykov, O., Kapustian, O., Pogorielov, M. (2020) New Zr–Ti–Nb alloy for medical application: Development, chemical and mechanical properties, and biocompatibility. *Materials*, 13(6), 1306. DOI: 10.3390/ma13061306.
2. Kapustian, O.E., Ovchynnykov, O.V., Volchok, I.P. (2020) Examination of possibility for application of Zr–Ti–Nb alloys instead of Ti–6Al–4V titanium alloy for biomedical purpose products. *Visnyk KhNADU*, 91(1), 15–22 [in Ukrainian].
3. Paton, B.E., Akhonin, S.V., Berezos, V.A. (2018) Development of technologies of electron beam melting of metals at the E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine. *Suchasna Elektrometal.*, 4, 19–35 [in Russian]. DOI: <http://dx.doi.org/10.15407/sem2018.04.01>.
4. Smitlz, K.J. (1980) *Metals*: Refer. Book. Moscow, Metallurgiya [in Russian].

5. Azhazha, V.M., Butenko, I.N., Borts, B.V. et al. (2007) Alloy Zr1Nb for power engineering of Ukraine. *Yaderna Fizyka ta Energetyka*, 21(3), 67–75 [in Russian].
6. Ovchynnykov, O.V., Kapustian, O.E. (2020) Technology for smelting zirconium alloy ingots by vacuum arc remelting with a non-consumable electrode in a skull furnace. *Suchasna Elektrometal.*, 4, 32–38. <https://doi.org/10.37434/sem2020.04.06>.
7. Ivasyshyn, O.M., Skyba, I.O., Karasevska, O.P., Markovskiy, P.Ie. (2013) *Biocompatible alloy with low modulus of elasticity based on zirconium-titanium system (variants)*. IMP, Pat. 102455, Ukraine [in Ukrainian].
8. ISO 5832-3:2016: *Implants for surgery — Metallic materials*. Pt 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy.
9. Butenko, I.N., Pelykh, V.N., Tur, Yu.V. (2006) Metallographic examinations of Zr1Nb alloy. *Voprosy Atomnoj Nauki i Tekhniki. Seriya: Vacuum, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki*, 15(1), 170–173 [in Russian].
10. Bekkert, M., Klemm, H. (1988) *Methods of metallographic etching*: Refer. Book. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
11. Drits, M.E. (1985) *Properties of elements*: Refer. Book. Moscow, Metallurgiya, [in Russian].
12. Okhrimenko, Ya.M., Tyurin, V.A. (1977) *Theory of forging processes*. Moscow, Vysshaya Shkola [in Russian].
13. Kolobov, G.A., Pavlov, V.V., Karpenko, A.V., Kolobova, A.G. (2015) Refinement of refractory rare metals of IV group of periodic table. *Novi Materialy i Tekhnologii v Metalurgii ta Mashynobuduvanni*, 1, 89–95 [in Russian].
14. Ladokhin, S.V., Vakhrusheva, V.S. (2008) Prospects of using electron beam melting for production of zirconium alloys in Ukraine. *Advances in Electrometallurgy*, 4, 15–19.

MANUFACTURING DEFORMED SEMI-FINISHED ZIRCONIUM ALLOY PRODUCTS FROM INGOTS, MELTED BY THE METHOD OF NONCONSUMABLE-ELECTRODE ARC REMELTING IN A SKULL FURNACE

O.Ye. Kapustian¹, I.A. Ovchynnykova²

¹Zaporizhzhia Polytechnic National University.

64 Zhukovsky Str, 69063, Zaporizhzhia, Ukraine. E-mail: aek@zntu.edu.ua

²Zaporizhzhia National University. 66 Zhukovsky Str, 69063, Zaporizhzhia, Ukraine. E-mail: iaov31@gmail.com

The possibility of manufacturing deformed semi-finished products in the form of rods of zirconium β -alloy from ingots produced by nonconsumable-electrode arc remelting in a skull furnace was studied. Ingots of 50 mm diameter were produced by single remelting of an uncompacted charge. Hot deformation of the ingots to produce 30 mm diameter rods was performed by forging in a pneumatic forging hammer. Ingot forging modes are given. Performed hot deformation processing of zirconium alloy ingots led to cracking of the forging. Cracks developed in chaotically located zones. «Outer simple» cracks of up to 5 mm depth prevail by the location and shape. Structural studies of metal of an ingot of experimental zirconium alloy of Zr–Nb–Ti system, produced by the method of nonconsumable-electrode arc remelting in a skull furnace, revealed absence of micropores, cracks or other defects. The method of X-ray microprobe analysis was used to establish the presence of a phase with higher zirconium concentration and 2.5...3.0 times lower concentration of titanium and niobium, compared to the matrix phase. Phase size was from 1 to 30 μm . In order to produce an ingot with the specified homogeneous chemical composition, it was proposed to apply double remelting: use consumable-electrode vacuum-arc remelting after nonconsumable-electrode arc remelting in a skull furnace. Ref. 14, Tabl. 2, Fig. 7.

Key words: vacuum-arc remelting; zirconium alloy; ingot; chemical composition; structure; deformation processing; forging; semi-finished products

Надійшла до редакції 20.05.2021

ЖУРНАЛИ для професіоналів



Видється з 1948 р.
Виходить 12 разів на рік
ISSN 0005-111X
doi.org/10.37434/az
Передплатний індекс 70031



Видється з 2000 р.
Виходить 12 разів на рік
ISSN 0657-798X
doi.org/10.37434/trwj
Передплатний індекс 21791



Видється з 1989 р.
Виходить 4 рази на рік
ISSN 0235-3474
doi.org/10.37434/dnk
Передплатний індекс 74475



Видється з 1985 р.
Виходить 4 рази на рік
ISSN 2415-8445
doi.org/10.37434/sem
Передплатний індекс 70693

СТРУКТУРА ТА ХАРАКТЕР РУЙНУВАННЯ МЕТАЛУ ЗТВ КОРОЗІЙНОСТІЙКОЇ СТАЛІ 06Г2БДП

О.М. Берднікова, В.Д. Позняков, В.А. Костін,
Т.О. Алексеєнко, С.Л. Жданов, Є.В. Половецький

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Вивчено закономірності впливу термічних циклів зварювання на структурно-фазові перетворення в металі ЗТВ сталі 06Г2БДП на параметри структури, що формується в металі при різних швидкостях охолодження ($w_{6/5}$ від 1 до 64 °C/c), та на його механічні властивості і характер руйнування при статичному та динамічному навантаженні. Структурно-фазові перетворення вивчали на модельних зразках-імітаторах з використанням комплексу «Gleeble 3800». Методами світлової та растрової електронної мікроскопії були визначені параметри структури — розмір зерна, мікротвердість, а також особливості характеру руйнування. Показано, що основний метал сталі 06Г2БДП має дрібнозернисту феритно-карбідну структуру, після механічних випробувань на ударний згин злам зразків має в'язкий характер руйнування, що забезпечує йому не лише високий рівень механічних властивостей, а й необхідну тріщиностійкість. В залежності від умов охолодження металу на ділянці перегріву ЗТВ його структура може змінюватися від феритно-перлітної (при $w_{6/5} = 1$ °C/c) до бейнітної (при $w_{6/5} = 20$ °C/c) та бейнітно-мартенситної (при $w_{6/5} \geq 20$ °C/c). Із збільшенням швидкості охолодження кількість нижнього бейніту в металі зростає та відбувається подрібнення пакетної і рейкової субструктур, що призводить до підвищення рівня мікротвердості та, як наслідок, до збільшення характеристик міцності металу ЗТВ сталі 06Г2БДП при збереженні його пластичних властивостей. Бібліогр. 19, табл. 1, рис. 6.

Ключові слова: високоміцна корозійностійка сталь; імітація термічних циклів зварювання; швидкість охолодження; зона термічного впливу; мікроструктура; механічні властивості; характер руйнування

У машинобудуванні та промисловому будівництві все більш широкого використання набувають високоміцні низьколеговані сталі з високими експлуатаційними характеристиками, зокрема, стійкістю до атмосферної корозії [1–5]. Їх використання дозволяє не лише зменшити питому вагу металоконструкцій, а й підвищити їх надійність та експлуатаційний ресурс. З огляду на це, в інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона на базі сталі 06Г2Б створена сталь підвищеної стійкості проти корозії — 06Г2БДП.

В порівнянні з відомими матеріалами подібного класу міцності, такими як сталі 09Г2С, 10ХСНД, дана сталь має високу ударну в'язкість, більш високу стійкість до атмосферної корозії та хорошу зварюваність [6]. У той же час відомо, що в процесі виготовлення зварних металоконструкцій опірність зварних з'єднань уповільненому і крихкому руйнуванню може знижуватися. Перш за все це стосується металу ЗТВ зварних з'єднань, особливо тих його ділянок, які в процесі зварювання нагріваються вище температури A_{c3} . Істотно на це впливають умови нагрівання та охолодження металу, які в свою чергу залежать від способів та режимів зварювання.

Зазвичай при виготовленні конструкцій з зазначених сталей використовують механізоване

зварювання в середовищі захисних газів або автоматичне дугове зварювання під флюсом [7, 8], які різняться між собою за тепловкладенням.

Враховуючи вищезазначене, постає питання, як режими дугового зварювання впливають на структуру та механічні властивості металу зварних з'єднань нової стійкої до атмосферної корозії сталі 06Г2БДП. Тому метою даної роботи є вивчення закономірностей структурно-фазових перетворень та параметрів структури металу високоміцної сталі 06Г2БДП (0,08 % C; 0,35 % Si; 1,4 % Mn; 0,3 % Cr; 0,3 % Ni; 0,3 % Cu; 0,02 % Mo; 0,03 % Nb; 0,02 % Ti; 0,02 % Al; 0,05 % P; 0,012 % S) в умовах термодформаційних циклів зварювання (ТДЦЗ), що забезпечують швидкості охолодження ($w_{6/5}$) металу ділянки перегріву ЗТВ, яка змінювалась від 1 до 64 °C/c і визначення їх впливу на механічні властивості та характер руйнування зразків, охолоджених з швидкостями ($w_{6/5}$) 3, 14 та 23 °C/c, після їх подальшого зовнішнього ударного навантаження. Такі дослідження виконувалися на модельних зразках зазначеної сталі, які нагрівалися та охолоджувалися у відповідності до термічних циклів зварювання [9, 10], а також після статичних та динамічних випробувань стандартних зразків, що виготовлялися з модельних зразків.

О.М. Берднікова — <https://orcid.org/0000-0001-9754-9478>, В.Д. Позняков — <https://orcid.org/0000-0001-8581-3526>,
В.А. Костін — <https://orcid.org/0000-0002-2677-4667>, Т.О. Алексеєнко — <https://orcid.org/0000-0001-8492-753X>,
Є.В. Половецький — <https://orcid.org/0000-0002-8113-0434>

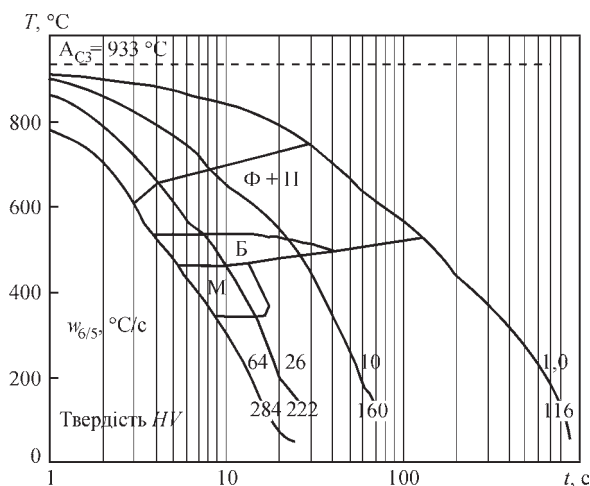


Рис. 1. Термокінетична діаграма перетворення сталі 06Г2БДП

Структурно-фазові перетворення в металі будівельної сталі 06Г2БДП досліджували при імітації ТДЦЗ з використанням комплексу «Gleeble 3800», який оснащений швидкодіючим дилатометром [9, 10]. При цьому використовували циліндричні зразки діаметром 6,0 мм та довжиною 80 мм, які були виготовлені з листового прокату сталі 06Г2БДП. Відповідно з розробленою в ІЕЗ ім. Є.О. Патона методикою зразки нагрівали у вакуумній камері до температури 1250 °С, потім охолоджували за заданою програмою. При цьому були в точності відтворенні (імітовані) ТДЦЗ, які відбуваються в металі ЗТВ зварних з'єднань, виконаних механізованим зварюванням в середовищі захисних газів. Швидкість нагріву зразків в інтервалі температур від 20 до 1250 °С становила приблизно 210 °С/с, а швидкість охолодження ($w_{6/5}$) в інтервалі температур 600...500 °С змінювалась від 2,5 до 30 °С/с. Такий підхід дозволив охопити весь діапазон швидкостей охолодження, які можуть бути забезпечені при зварюванні на різних погонних енергіях як без попереднього підігріву металу, так і з використанням.

При вивченні кінетики розпаду аустеніту температури початку та закінчення перетворення визначали за точкою відхилення від дилатометрич-

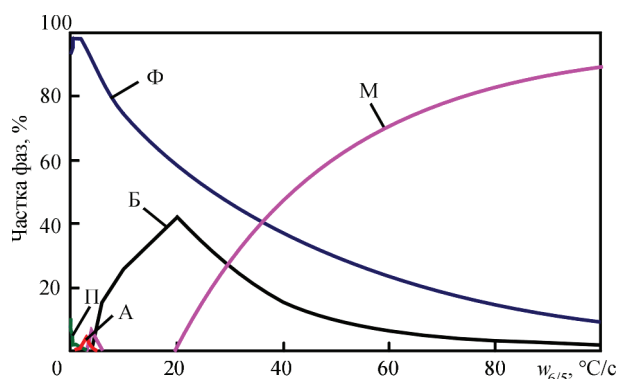


Рис. 2. Вплив швидкості охолодження на частку структурних складових

ної кривої, а співвідношення фаз, які утворилися в результаті перетворення, методом відрізків [11].

Структурно-фазові характеристики (розмір зеренної структури, мікротвердість, особливості руйнування в металі ЗТВ модельних зразків) вивчали за допомогою комплексу експериментальних методів фізичного металознавства, включаючи оптичну металографію (мікроскопи «Versamet-2», «Neophot-32») та аналітичну растрову (SEM-515, фірми PHILIPS) мікроскопію. Мікротвердість металу вимірювали на мікротвердомірі М-400 фірми «Лесо» при навантаженні 0,1 кг.

Для випробування на статичний розтяг механічним способом виготовляли зразки (тип ІІ) відповідно до ГОСТ 6996–96 (по три зразка на кожну швидкість охолодження). Випробування на ударну в'язкість виконували по ГОСТ 6996–66 (тип ІХ).

На підставі проведених досліджень була побудована термокінетична діаграма структурно-фазових перетворень сталі 06Г2БДП (рис. 1).

Аналіз термокінетичної діаграми показав, що на ділянці перегріву металу ЗТВ сталі 06Г2БДП ферит починає утворюватися при температурі перетворення 730...740 °С. В температурному діапазоні 740...500 °С формується феритно-бейнітна структура. Перліт утворюється тільки при малих швидкостях охолодження: при 0,01 °С/с при температурі 665 °С, а при 1 °С/с при 550 °С. Частка перліту в структурі сталі 06Г2БДП не перевищує 5...10 %. Критична швидкість охолодження, при якій починається утворення мартенситу, складає 20...25 °С/с. Температура початку утворення мартенситу знаходиться в межах 450...460 °С.

На основі аналізу дилатометричних даних була встановлена залежність кількості структурних складових від швидкості охолодження (рис. 2).

Показано, що зі зростанням швидкості охолодження кількість фериту безперервно зменшується. Максимальна кількість перліту (9,8 %) утворюється при швидкості охолодження 0,01 °С/с, а бейніту (42 %) — при 20 °С/с. Зі зростанням швидкості охолодження кількість мартенситу безперервно підвищується та при швидкостях охолодження 30...50 °С/с складає 27...60 % відповідно.

Кінетика перетворення аустеніту в сталі 06Г2БДП при швидкостях охолодження 5 і 30 °С/с приведена на рис. 3. Аналіз отриманих даних показує, що зростання швидкості охолодження призводить до зниження температури початку феритного (дифузійного) перетворення та підвищення температури початку бейнітного і, особливо, мартенситного (бездифузійного) перетворень.

Подальші дослідження виконували з метою вивчення впливу структур, які утворилися в металі

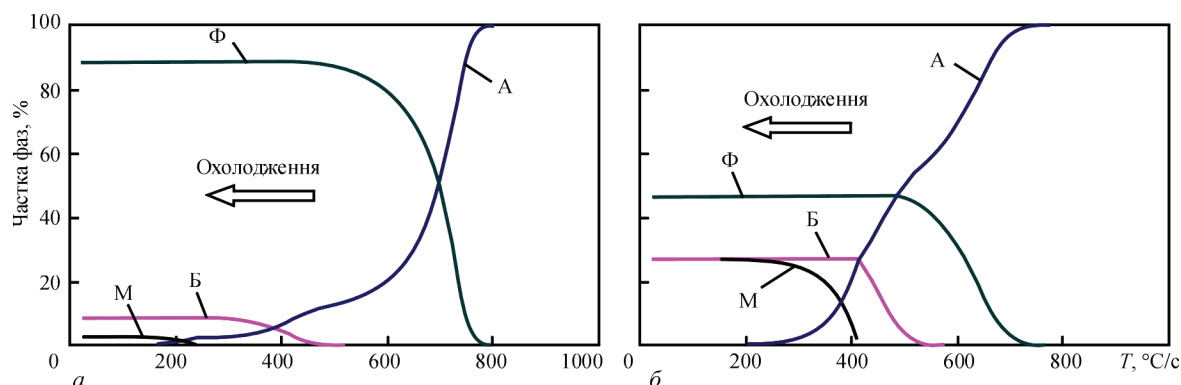


Рис. 3. Структурні діаграми перетворення сталі 06Г2БДП при швидкостях охолодження, °C/c: а — 5; б — 30

на ділянці перегріву ЗТВ внаслідок дії ТДЦЗ, на його механічні властивості ($\sigma_{0,2}$, σ_b , δ_5 , та φ). Як і в попередніх дослідженнях для виготовлення стандартних зразків, що використовувалися для подальших механічних випробувань, застосовували модельні зразки, які мали розміри 12×12×120 мм. Вони також нагрівалися і охолоджувалися у відповідності до ТДЦЗ, що забезпечують швидкість охолодження металу в інтервалі температур 600...500 °C ($w_{6/5} = 3, 14$ та 23 °C/c). Термічне оброблення зразків, на яких було проімітовано зону термічного впливу зварних з'єднань, виконували на установці МСР-75 [6].

За результатами механічних випробувань основного металу (ОМ) та модельних зразків сталі 06Г2БДП встановлено, що найбільш високим тимчасовим опором (σ_b) та межею плинності ($\sigma_{0,2}$) характеризується основний метал та модельні зразки, виконані при $w_{6/5} = 14$ °C/c та $w_{6/5} = 23$ °C/c (таблиця). Дещо менші значення σ_b отримано для $w_{6/5} = 3$ °C/c. При цьому показники пластичності (δ_5 , φ) для всіх швидкостей охолодження знаходяться приблизно на одному рівні.

Результати випробувань зразків на ударний вигин при температурах випробувань ($T_{\text{вип}}$) 20 та -40 °C показали, що найбільш низькі значення ударної в'язкості спостерігаються в усіх зразках, які випробовувалися при температурі -40 °C (таблиця). За даної температури випробувань лише зразки, які охолоджувалися зі швидкістю 14 та 23 °C, відповідають сучасним вимогам до ударної в'язкості конструкційних сталей ($KCV_{-40} \geq 27$ Дж/см²). У разі, коли метал охолоджувався зі швидкістю 3 °C/c, незалежно від температури

іспиту зразків, показники ударної в'язкості металу на ділянці перегріву ЗТВ були найнижчі і становили 86 та 10 Дж/см² при температурі випробувань 20 та -40 °C відповідно.

Таким чином, з результатів механічних випробувань стає очевидним, що швидкості охолодження істотно впливають на механічні властивості сталі 06Г2БДП. Пов'язано це з особливостями будови структурно-фазового складу металу ЗТВ, що формується під дією ТДЦЗ.

Металографічними дослідженнями (рис. 4) було визначено характерні структури: фериту (Ф), бейніту (Б) верхнього та нижнього, їх параметри — розмір зерен (D_3) та пакетів (D_n), а також відповідні значення мікротвердості ($HV_{0,1}$). Структура основного металу сталі 06Г2БДП складається з феритно-карбідної суміші з мікротвердістю HV 2060 МПа при розмірі зерен фериту 4...20 мкм (рис. 4, а).

Дослідження показали, що при швидкості охолодження 3 °C/c формується феритно-перлітна (Ф-П) структура з прошарками фериту товщиною до 10 мкм по границях зерен при HV (Ф-П) = 2570...2860 МПа та $D_3 = 100...300$ мкм (рис. 4, б).

При збільшенні швидкості охолодження до 14 та 23 °C/c збільшується (в середньому на 10 %) мікротвердість до 2860...3030 МПа та 2570...3410 МПа відповідно при формуванні бейнітної структури та її подрібненні до 70...150 мкм (рис. 4, б-г). При цьому режим при $w_{6/5} = 23$ °C/c забезпечує формування переважно структури бейніту нижнього з максимальною мікротвердістю та найбільшим диспергуванням пакетної структури. Окрім того при $w_{6/5} = 23$ °C/c змінюється

Механічні властивості ОМ та металу ЗТВ модельних зразків сталі 06Г2БДП

$w_{6/5}$, °C/c		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ_5 , %	φ , %	KCV , Дж/см ² при $T_{\text{вип}}$	
						20 °C	-40 °C
ОМ		608	684	21,7	78,3	355	316
ЗТВ	3	490	657	26,5	72,4	86	10
	14	544	710	22,6	71,6	270	31
	23	565	721	—»—	74,1	185	35

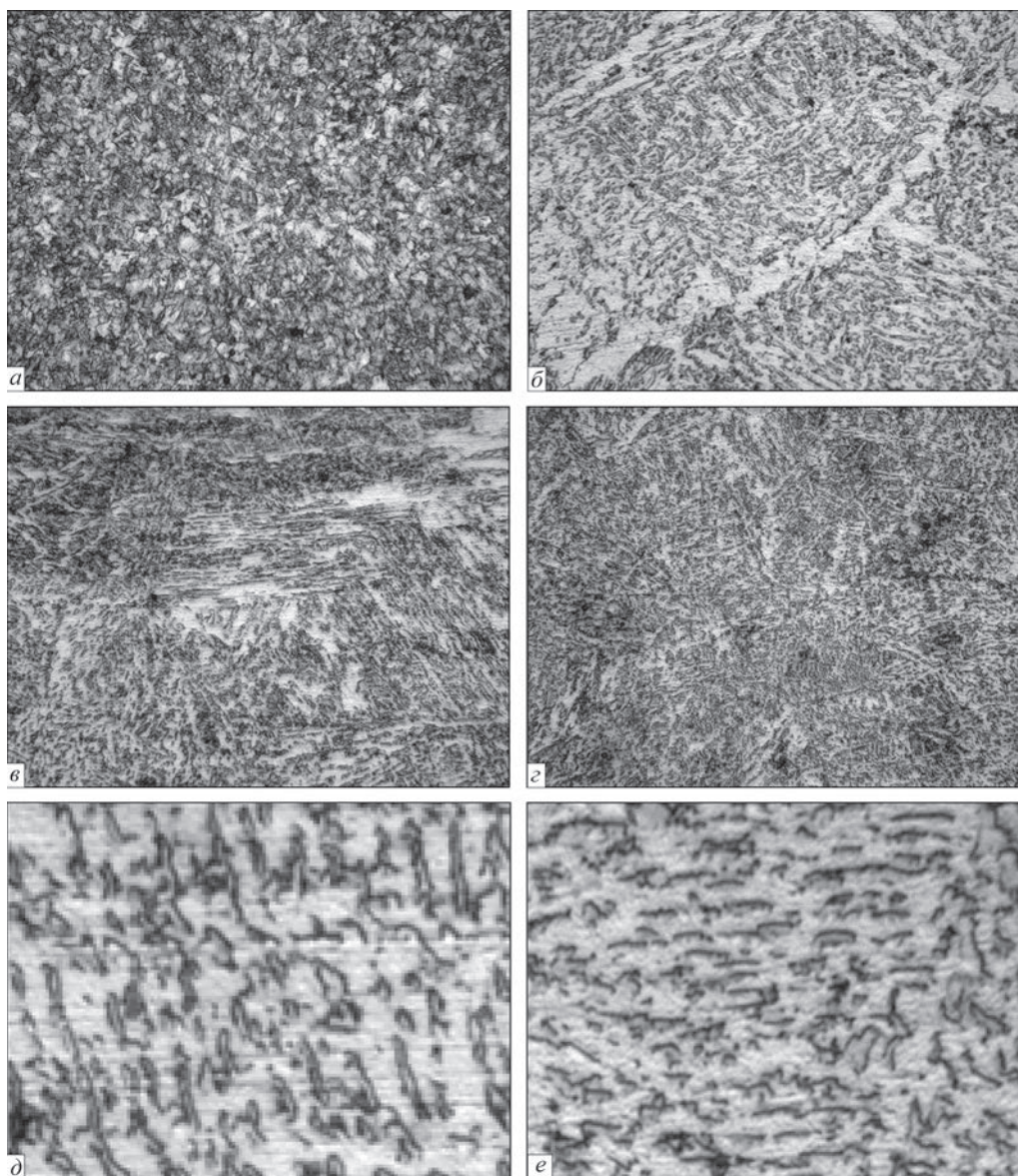


Рис. 4. Мікроструктура основного металу (а) та ЗТВ (б–е) модельних зразків сталі 06Г2БДП, що охолоджені при різних швидкостях ($w_{6/5}$, °C/c: б — 3; в — 14; г — 23 (а–г — $\times 500$), та внутрішня структура пакетів нижнього бейніту (д, е), $\times 1000$, укрупнення у 4 рази

внутрішня структура пакетів бейніту нижнього, а саме подрібнюється рейкова субструктура (рис. 4, д, е). Значне подрібнення пакетної структури та субструктури бейніту нижнього впливає на рівень структурного зміцнення за рахунок підвищення показників зеренного та субзеренного зміцнення згідно з виснім теоріям Холла–Петча тощо [12–15], що підтверджується найбільш високими показниками механічних властивостей (див. табл.). Диспергування субструктури також забезпечує рівномірний розподіл щільності дислокацій та рівень дислокаційного зміцнення металу [16–18].

Таким чином, металографічні дослідження показали, що при збільшенні швидкості охолодження до 14...23 °C/c структурно-фазовий склад металу модельних зразків сталі 06Г2БДП бейнітний (нижній та верхній) при формуванні більш подрібненої

пакетної структури (у порівнянні з $w_{6/5} = 3$ °C/c) та субструктури, збільшенні мікротвердості та переважанні складової бейніту нижнього.

Для оцінки тріщиностійкості сталі 06Г2БДП досліджено характер руйнування металу після статичних та динамічних випробувань [19] (рис. 5, 6). Встановлено, що після статичних випробувань на розтяг основного металу та модельних зразків сталі 06Г2БДП при всіх швидкостях охолодження характер руйнування в'язкий з формуванням ямкового зламу.

Після динамічних випробувань на ударний вигин для різних температур ($T_{\text{вип}} = 20; -40$ °C) дослідження зламів сталі 06Г2БДП проводили по зонам зламів: I — біля надрізу; II — магістрального руйнування; III — долому. Зразкам основного металу характерне в'язке руйнування. При збільшенні

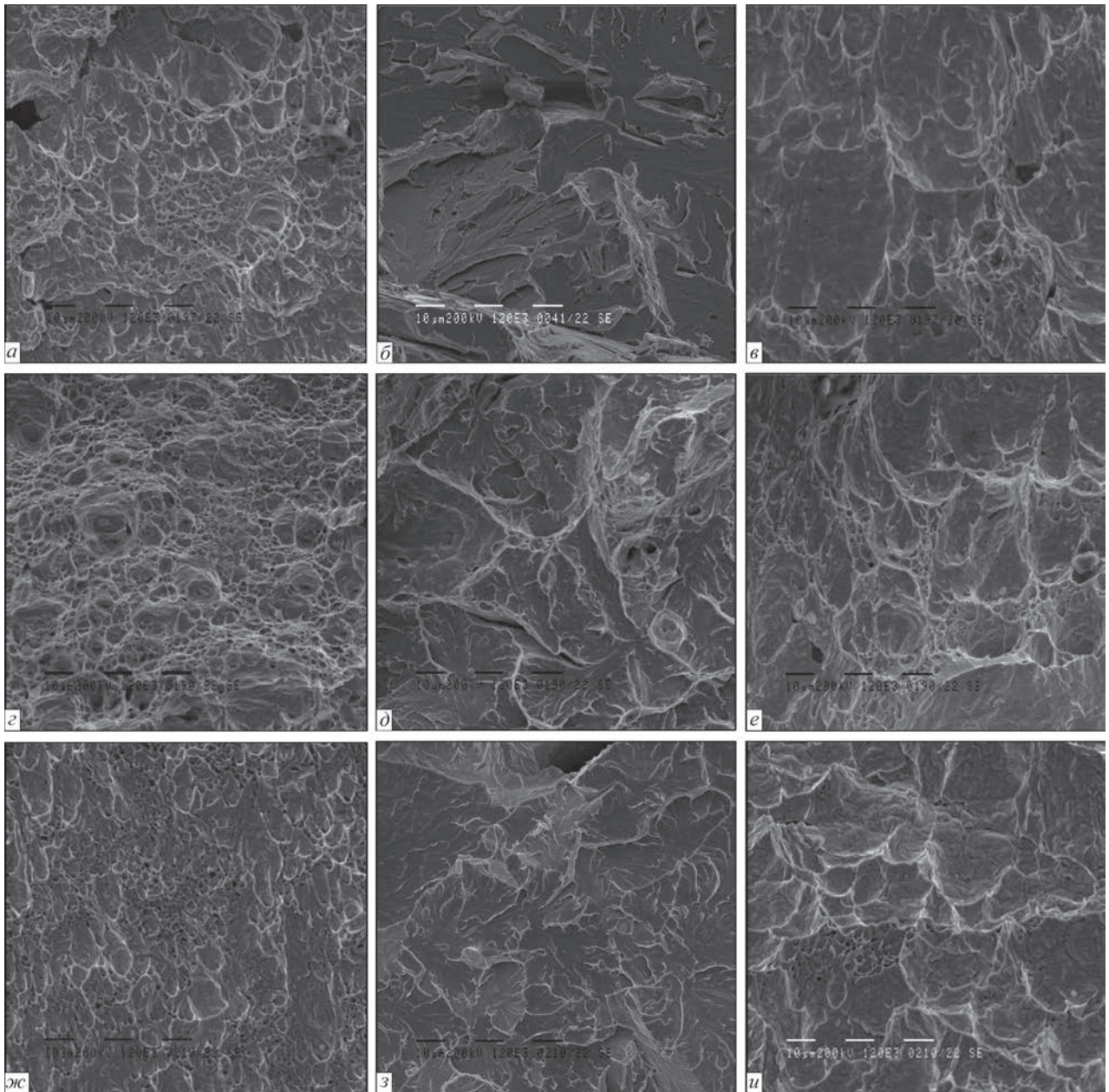


Рис. 5. Мікроструктура поверхні руйнування модельних зразків сталі 06Г2БДП при $T_{\text{вип}} = 20^\circ\text{C}$ по зонам I (а, з, ж); II (б, д, з); III (в, е, и) при різній швидкості охолодження, $^\circ\text{C/s}$: а–в — 3; з–е — 14; ж–и — 23 ($\times 1200$)

швидкості охолодження модельних зразків від 3 до 14 та 23°C/s при всіх температурах випробувань у зонах зламів I та III тип руйнування однаковий — в'язкий (рис. 5, а, з, ж, в, е, и). Однак помітно змінюється розмір цих зон. Спостерігається загальне зменшення розміру зони уповільненого зросту тріщини біля надрізу (I) при швидкості охолодження 3°C/s та, відповідно, збільшення зони крихкого транскристалітного магістрального руйнування (II) з вторинними мікротріщинами (рис. 5, б), що характеризує зниження тріщиностійкості металу.

При збільшенні швидкості охолодження до 14 та 23°C/s у зоні II спостерігається переважно квазікрихкий тип руйнування (рис. 5, д, з), що свідчить про ознаки пластичності у порівнянні з крихким відколом при 3°C/s (рис. 5, б).

При від'ємній температурі випробувань у разі коли $w_{6/5} = 14$ та 23°C/s у ділянці II модельних зразків сталі 06Г2БДП присутній крихкий тип транскристалітного руйнування з локальними ділянками в'язкого руйнування по границях структурних складових (рис. 6) при зменшенні розміру параметрів мікорельєфу поверхні руйнування (фасеток крихкого відколу) та об'ємної частки вторинних тріщин. Такі структурні особливості, як присутність в'язких ділянок при зменшенні вторинного крихкого розтріскування металу, характерні для більш пластичного протікання процесу руйнування металу під впливом зовнішнього навантаження, що є важливим для умов від'ємних температур випробувань. Це пов'язано з формуванням та подібненням бейнітної структури.

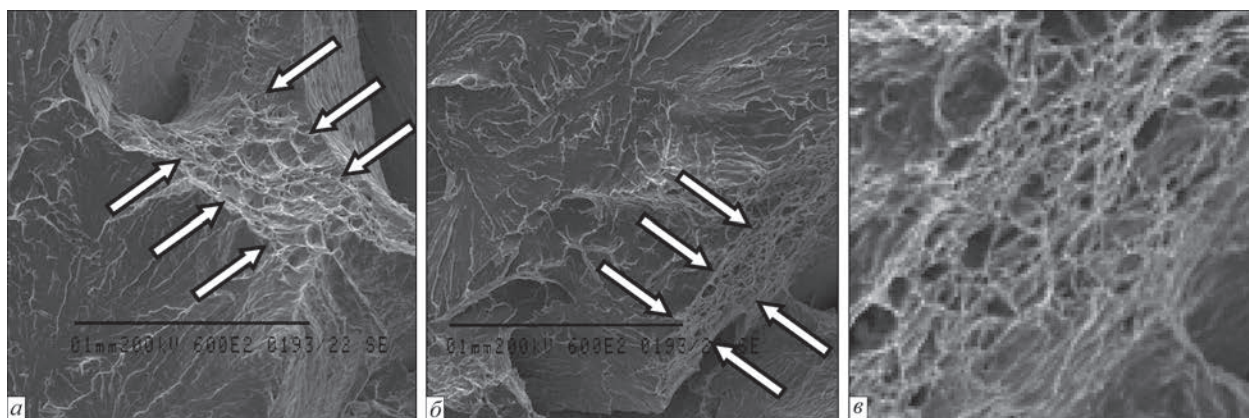


Рис. 6. Мікроструктура поверхні руйнування модельних зразків сталі 06Г2БДП при $T_{\text{вип}} = -40$ °C по зоні II при швидкостях охолодження, °C/c: а — 14; б, в — 23 (а, б — $\times 600$; в — укрупнення у 10 разів фрагмента в'язкого ямкового рельєфу, позначеного стрілками на рис. 6, б)

Висновки

1. Встановлено, що при механізованому зварюванні сталі 06Г2БДП в середовищі захисних газів перетворення переохолодженого аустеніту в металі ЗТВ відбувається з утворенням феритно-бейнітної структури при швидкості охолодження $\leq 20 \dots 23$ °C/c, бейнітно-мартенситної — ≥ 25 °C/c та переважно мартенситної (більш ніж 50 %) — ≥ 45 °C/c за рахунок зниження частки феритної складової та відповідно підвищення частки проміжного (бейнітного) та бездифузійного (мартенситного) перетворень.

2. Підвищення швидкості охолодження до $20 \dots 23$ °C/c призводить до збільшення кількості нижнього бейніту при зростанні рівня мікротвердості, подрібненні пакетної та рейкової субструктури та загального збільшення міцності й пластичності металу ЗТВ сталі 06Г2БДП.

3. Встановлено, що після статичних випробувань на розтяг основного металу та модельних зразків сталі 06Г2БДП при всіх швидкостях охолодження характер руйнування зразків в'язкий з формуванням ямкового зламу.

4. Після динамічних випробувань модельних зразків сталі 06Г2БДП на ударний вигин при температурі випробувань 20 °C та при швидкості охолодження 3 °C/c у зоні магістрального руйнування спостерігається крихкий тип руйнування з вторинними мікротріщинами, а при $14 \dots 23$ °C/c — квазікрихкий, що свідчить про ознаки пластичності.

5. При температурі випробувань -40 °C крихкий тип руйнування зразків спостерігається для всіх швидкостей охолодження. Однак при $14 \dots 23$ °C/c поверхні руйнування металу ЗТВ сталі 06Г2БДП притаманно формування локальних ділянок в'язкого ямкового рельєфу по границях структурних складових при зменшенні розміру фасеток та об'ємної частки вторинних тріщин, що пов'язано з утворенням бейнітної структури.

Список літератури

1. Горынин И.В. (1980) Свариваемые корпусные высокопрочные стали и их применение. *Современные проблемы сварки и специальной электрометаллургии*. Киев, Наукова думка, сс. 120–131.
2. Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. (1985) *Специальные стали*. Москва, Металлургия.
3. Laukhin D., Beketov O., Rott N., Schudro A. (2019) The elaboration of modernized technology of controlled rolling directed at the formation of high strengthening and viscous qualities in HSLA steel. *Solid State Phenomena*, **291**, 13–19.
4. Ковтуненко В.А., Герасименко А.М., Синеек А.Г. (2004) Высокопрочная экономнолегированная сталь 06Г2Б с $\sigma_r \geq 440$ МПа для мостостроения. *Автомобільні дороги і дорожнє будівництво*, **69**, 106–113.
5. Синеек А.Г., Герасименко А.М., Рябоконь В.Д. и др. (2014) Атмосферостойкий прокат классов прочности С355–500 для металлоконструкций мостов. *Мосты и тоннели: теория, исследования, практика*, **5**.
6. Завдовсєв А.В., Позняков В.Д., Жданов С.Л. та ін. (2020) Вплив термічних циклів зварювання на формування структури та властивостей корозійностійкої сталі 06Г2БДП. *Автоматичне зварювання*, **9**, 22–27. DOI: <https://doi.org/10.37434/as2020.09.02>
7. Патон Б.Е. (2008) *Избранные труды*. Киев, Институт электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины.
8. (2018) *Наука про матеріали, досягнення, перспективи*. Лобанов Л.М. (ред.). Київ, Академперіодика, Т. 2.
9. Grigorenko G.M., Kostin V.A., Orlovsky V.Yu. (2008) Current capabilities of simulation of austenite transformations in low-alloyed steel welds. *The Paton Welding J.*, **3**, 22–24.
10. Gajvoronsky A.A., Poznyakov V.D., Sarzhevsky V.A. et al. (2010) Influence of thermodeformational cycle of hardfacing on the structure and properties of railway wheels at their reconditioning. *Ibid.*, **5**, 15–19.
11. Черепин В.Т. (1968) *Экспериментальная техника в физическом металловедении*. Київ, Техніка.
12. Фарбер В.М., Беленький Б.З., Гольдштейн М.И. (1975) Оценка прочности малоуглеродистых низколегированных сталей по структурным данным. *Физика металлов и металловедение*, **3(2)**, 403–409.
13. Эшби И.Ф. (1972) О напряжении Орована. *Физика прочности и пластичности*. Москва, Металлургия, 88–107.
14. Армстронг Р.В. (1973) Прочностные свойства металлов со сверхмелким зерном. *Сверхмелкое зерно в металлах*. Москва, Металлургия, сс. 11–40.

15. Романив О.Н. (1979) *Вязкость разрушения конструкционных сталей*. Москва, Металлургия.
16. Maksimov S.Yu., Berdnikova O.M., Prilipko O.O. et al. (2021) Influence of external electromagnetic field on parameters and defects of crystal lattice of metal of welded joints during underwater welding. *Avtomaticheskaya Svarka*, **1**, 25–31. <https://doi.org/10.37434/as2021.01.06>
17. Конева Н.А., Лычагин Д.В., Теплякова Л.А. и др. (1986) Дислокационно-дисклинационные субструктуры и упрочнения. *Теоретическое и экспериментальное исследование дисклинаций*. Сб. статей. Ленинград, ЛФТИ, сс. 116–126.
18. Иванова В.С., Гордиенко Л.К., Геминов В.Н. (1965) *Роль дислокаций в упрочнении и разрушении металлов*. Москва, Наука.
19. Балтер М.А., Любченко А.П., Аксенова С.И. (1987) *Фрактография — средство диагностики разрушенных деталей*. Москва, Машиностроение.
7. Paton, B.E. (2008) *Selected works*. Kiev, PWI [in Russian].
8. (2018) *Materials science, achievements, prospects*. Ed. by L.M. Lobanov. Kyiv, Akadempriodyka, Vol. 2 [in Ukrainian].
9. Grigorenko, G.M., Kostin, V.A., Orlovsky, V.Yu. (2008) Current capabilities of simulation of austenite transformations in low-alloyed steel welds. *The Paton Welding J.*, **3**, 22–24.
10. Gajvoronsky, A.A., Poznyakov, V.D., Sarzhnevsky, V.A. et al. (2010) Influence of thermodeformational cycle of hardfacing on the structure and properties of railway wheels at their reconditioning. *Ibid.*, **5**, 15–19.
11. Cherepin, V.T. (1968) *Experimental engineering in physical metals science*. Kyiv, Tekhnika [in Russian].
12. Farber, V.M., Belenky, B.Z., Goldshtejn, M.I. (1975) Evaluation of strength of low-carbon low-alloy steels by structural data. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, **3(2)**, 403–409 [in Russian].
13. Eshbi, I.F. (1972) About Orowan stress. In: *Physics of strength and plasticity*. Moscow, Metallurgiya, 88–107 [in Russian].
14. Armstrong, R.V. (1973) *Strength properties of metals with ultrafine grain in metals*. Moscow, Metallurgiya, 11–40 [in Russian].
15. Romaniv, O.N. (1979) *Fracture toughness of structural steels*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].
16. Maksymov, S.Yu., Berdnikova, O.M., Prilipko, O.O. et al. (2021) Influence of external electromagnetic field on parameters and defects of crystal lattice of metal of welded joints during underwater welding. *The Paton Welding J.*, **1**, 23–28. <https://doi.org/10.37434/as2021.01.06>
17. Koneva, N.A., Lychagin, D.V., Teplyakova, L.A. et al. (1986) Dislocation-disclination substructures and strengthening. In: *Theoretical and experimental study of disclinations: Transact.* Leningrad, LFTI, 116–126 [in Russian].
18. Ivanova, V.S., Gordienko, L.K., Geminov, V.N. (1965) *Role of dislocations in strengthening and destruction of metals*. Moscow, Nauka [in Russian].
19. Balter, M.A., Lyubchenko, A.P., Aksyonova, S.I. (1987) *Fractography as a mean of diagnostics of broken parts*. Moscow, Mashinostroenie [in Russian].

References

STRUCTURE AND FRACTURE MODE OF HAZ METAL OF CORROSION-RESISTANT 06G2BDP STEEL

O.M. Berdnikova, V.D. Poznyakov, V.A. Kostin, T.O. Alekseenko, S.L. Zhdanov, E.V. Polovetskyi
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

The regularities of the influence of thermal cycles of welding on structural-phase transformations in the HAZ metal of 06G2BDP steel, on parameters of the structure forming in the metal at different cooling rates ($w_{6/5}$ from 1 to 64 °C/s), and on its mechanical properties and fracture mode at static and dynamic loading were studied. Structural-phase transformations were investigated on model samples-simulators in Gleeble 3800 complex. The methods of light and scanning electron microscopy were used to determine the structural parameters, namely grain size, microhardness, as well as the features of the fracture mode. It is shown that base metal of 06G2BDP steel has a fine-grained ferrite-carbide structure; after impact bend testing the sample fracture demonstrates a ductile mode that ensures not only its high level of mechanical properties, but also the required crack resistance. Depending on the metal cooling rate, in the HAZ overheated zone its structure can change from ferritic-pearlitic (at $w_{6/5} = 1$ °C/s) to bainitic (at $w_{6/5} = 20$ °C/s) and bainitic-martensitic one (at $w_{6/5} \geq 20$ °C/s). With increase of the cooling rate, the quantity of lower bainite in the metal becomes greater and refinement of the packet and lath substructures takes place, leading to increase of microhardness level and, consequently, to higher strength characteristics of HAZ metal of 06G2BDP steel at preservation of its ductility properties. Ref. 19, Tabl. 1, Fig. 6.

Key words: high-strength corrosion-resistant steel; simulation of welding thermal cycles; cooling rate; heat-affected zone; microstructure; mechanical properties; fracture mode

Надійшла до редакції 20.05.2021

ВПЛИВ ТЕРМІЧНОЇ ОБРОБКИ НА СТРУКТУРУ ТА ХАРАКТЕР РУЙНУВАННЯ ЗВАРНИХ З'ЄДНАНЬ ЕКОНОМНОЛЕГОВАНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВУ

С.Г. Григоренко, Т.Г. Таранова, В.А. Костін, Т.Г. Соломійчук, В.Ю. Білоус, Е.Л. Вржижевський

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Вивчено вплив попереднього нагріву та подальшої локальної термічної обробки на структуру, характер руйнування і властивості зварних з'єднань економнолегованого псевдо- β -титанового сплаву системи Ti–Al–Mo–Fe. Досліджено структуру зварних з'єднань, отриманих способом електронно-променевого зварювання, та поверхні зламів, одержаних після випробувань зразків на ударну в'язкість. Встановлено, що застосування попереднього підігріву та локальної термічної обробки після електронно-променевого зварювання дозволяють уникнути утворення метастабільної α' -фази в зварному з'єднанні та знизити в металі шва вміст β -фази до 72 %, що дає змогу підвищити показники міцності та пластичності. Додаткова локальна термічна обробка після зварювання з підігрівом призводить до більш рівномірного розташування ділянок крихкого та в'язкого руйнування на поверхні зламів, а також сприяє перетворенню різних за розміром та формою частинок α -фази в дисперсійно-зміцнену структуру, що забезпечує більш вдале поєднання міцності, пластичності та в'язкості. Міцність зварного з'єднання, отриманого з попереднім підігрівом та локальною термічною обробкою після зварювання, знаходиться на рівні 98 % від міцності основного металу. Бібліогр. 12, табл. 1, рис. 7.

Ключові слова: економнолеговані титанові сплави; електронно-променеве зварювання; зливки; структура; характер руйнування; механічні властивості; локальна термічна обробка

Титанові сплави поєднують в собі високі питомі значення міцності, характеристики опору втомі та поширенню тріщин, корозійної стійкості та ін. Однак високоміцні титанові сплави мають складну систему легування і містять дефіцитні та дорогі легуючі елементи, що обумовлює високу ціну напівфабрикатів та заважає їх широкому використанню у народному господарстві [1].

Вирішити задачу зменшення ціни виробів з високоміцних титанових сплавів можна шляхом застосування концепції економного легування, що полягає у виборі таких легуючих елементів, які мали б відносно невелику вартість і входили б до складу найбільш доступних лігатур [2]. До економнолегованих титанових сплавів можна віднести сплави, що не містять дорогих і дефіцитних елементів, таких як ніобій, ванадій та інші і мають в основі систему легування відносно дешеві компоненти: алюміній, залізо, кремній, кисень і т. п. [3–5].

До класу економнолегованих відноситься сплав Ti–1,5Al–6,8Mo–4,5Fe, який був розроблений компанією «TIMET» (США) та характеризується в відпаленому стані міцністю не менше 1000 МПа, а після стандартної термічної обробки змінюється до 1400 МПа. Цьому сплаву було присвоєно назву LCB (low cost beta) за рахунок використання в якості шихти відносно дешевої залізомолібденової лігатури. Вартість сплаву LCB не набагато перевищує вартість

технічного чистого титану. Сплав з успіхом застосований для виготовлення високоміцних виробів, зокрема пружин для деяких моделей автомобілів [6, 7].

Залізо є ефективним стабілізатором β -фази та знаходить застосування при легуванні титанових сплавів. Критична концентрація заліза в титані становить 4,5 %. Так як залізо має низьку вартість, то сплави, що леговані ним, можна віднести до серії «low cost».

В ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України проведені роботи по виплавці зливок псевдо- β -сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe способом електронно-променевої плавки (ЕПП) з проміжною смістю, який знайшов застосування в дослідницькій практиці та промисловості для отримання сплавів з низьким вмістом газів, домішок і неметалевих включень. Застосування ЕПП дозволяє підвищити якість зливок економнолегованих сплавів титану та знизити собівартість напівфабрикатів за рахунок використання до 100 % брухту і відходів титанового виробництва при виплавці. Після механічної обробки зливки піддавалися гарячій деформаційній обробці на реверсивному ДУО-стані Skoda 355/500 [8].

Сплави даного класу широко застосовуються в різноманітних галузях промисловості. Високоміцні економнолеговані титанові сплави знайшли широке використання у аерокосмічній промисловості (відповідальні та високонавантажнені вузли і агрегати); військовий (елементи бронезахисту бо-

С.Г. Григоренко — <https://orcid.org/0000-0003-0625-7010>, Т.Г. Таранова — <https://orcid.org/0000-0002-2656-4693>,

В.А. Костін — <https://orcid.org/0000-0002-2677-4667>, В.Ю. Білоус — <https://orcid.org/0000-0002-0082-8030>,

Е.Л. Вржижевський — <https://orcid.org/0000-0001-8651-8510>

Механічні властивості основного металу та зварних з'єднань економнолегованого псевдо- β -титанового сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe, отриманих ЕПЗ

Типи зразків	Тимчасовий опір розриву (σ_b), МПа	Межа плинності (σ_T), МПа	Відносне подовження (δ), %	Ударна в'язкість (KCV), Дж/см ² (шов/ЗТВ)	Кількість β -фази, %
Основний метал	1015	939	1,9	3,6	71
Зварне з'єднання: ЕПЗ	960	921	3,8	6,4/3,7	87
Попередній підігрів 400 °С + ЕПЗ	992	959	5,1	5,4/3,5	74
Попередній підігрів 400 °С + ЕПЗ + ЛТО 750 °С	997	964	6,5	4,6/5,3	72

йових машин та особового складу); нафтогазовидобувній (фітинги, фланці, трубопроводи, сосуди високого тиску, запорна арматура); енергетичному (вали, диски, ротори) та транспортному машинобудуванні (деталі двигунів, диски коліс, ресорні пружини, силові конструкції спорткарів); сучасних ринках інтелектуальних товарів (спорт, медицина, товари широкого споживання).

Широке застосування при виробництві конструкцій з титанових сплавів отримало електронно-променеве зварювання (ЕПЗ). Локальність та інтенсивність процесу ЕПЗ забезпечують отримання глибокого вузького шва і малої зони термічного впливу (ЗТВ), а вакуумна камера — надійний захист від окислювання. Але висока швидкість охолодження в процесі зварювання призводить до утворення метастабільних фаз, що викликає різке зниження механічних властивостей металу шва і околосшовної зони [9–11]. Тому ще однією з переваг технології ЕПЗ стосовно титану та сплавів на його основі є можливість проводити локальне нагрівання контактуючих поверхонь перед зварюванням та подальшу термічну обробку зварного з'єднання у вакуумній камері. Попередній підігрів досить ефективний технологічний прийом, який використовують під час зварювання як для зниження швидкості охолодження, так і для попередження утворення так званих «холодних» тріщин.

Локальна термічна обробка застосовується для зміни структурного стану в певній ділянці деталі або

заготовки. Основна мета будь-якої термічної обробки полягає в тому, щоб шляхом нагрівання до певних температур та подальшого охолодження досягнути змін у структурі металу шва та у ЗТВ і отримати механічні властивості зварних з'єднань максимально наближені до властивостей основного металу [9–11].

Матеріали та методика досліджень. У даній роботі вивчали вплив попереднього нагріву та наступної локальної термічної обробки (ЛТО) електронним променем на характер руйнування зварних з'єднань економнолегованого псевдо- β -титанового сплаву наступного складу: (основа) Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe–0,03Cr–0,08O. Коефіцієнт β -стабілізації (K_β) = 1,55; молібденовий еквівалент $[Mo]_{екв}$ = 17,1 %; алюмінієвий еквівалент $[Al]_{екв}$ = 4,2 %. Досліджували поверхні зламів, одержаних після випробувань зразків на ударну в'язкість. Зразки було отримано способом ЕПЗ пластин товщиною 10 мм із попереднім нагріванням контактуючих поверхонь до температури 400 °С з витримкою 5 хв. На одному із зразків після зварювання було проведено ЛТО при температурі 750 °С протягом 10 хв.

Параметри зварювання: прискорювальна напруга — 60 кВт; струм променя — 90 мА; потужність електронного променя — 5,4 кВт. Параметри обробки: прискорювальна напруга — 60 кВт; струм променя — 30 мА; потужність електронного променя — 1,8 кВт при попередньому нагріванні та 2,0 кВт при ЛТО; ширина зони нагріву — 20 мм.

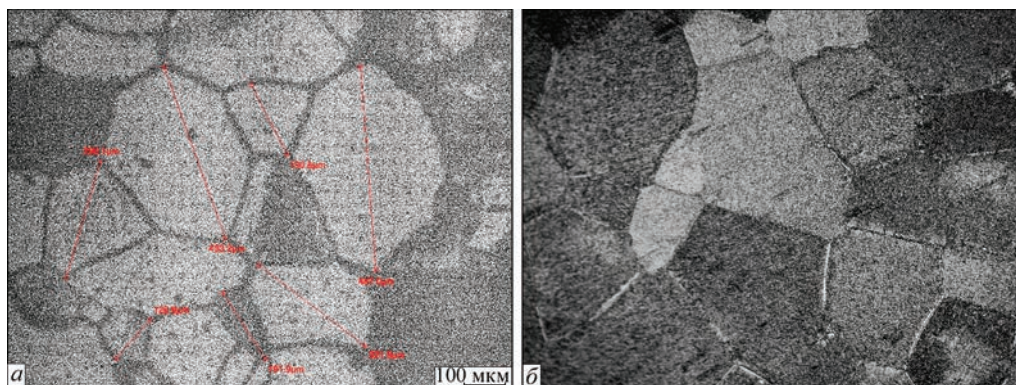


Рис. 1. Мікроструктура основного металу дослідного сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe ($\times 100$): а — електронна мікроскопія; б — ділянки з α -отрочкою границь зерна, світлова металографія

В таблиці наведено механічні властивості основного металу та зварних з'єднань, а також кількість β -фази в основному металі й металі шва зразків, що досліджували.

Дослідження мікроструктури проводили на світловому мікроскопі Neophot-32, який обладнано ПК, цифровою фотокамерою OLYMPUS з системою реєстрації зображення та архівування. Поверхню руйнування досліджували на растровому електронному скануючому мікроскопі JSM-840 фірми «JEOL» (Японія) та системі Оже-мікроаналізу JAMP 9500F фірми «JEOL» (Японія). Мікротвердість вимірювали на твердомірі М-400 фірми «LECO» (США) при навантаженні 10 г.

Результати досліджень. Структура основного металу в стані після прокату складається з полієдричних близьких до рівноосних первинних зерен β -фази розміром 150...500 мкм з рівномірно розподіленими тонкодисперсними виділеннями α -фази по тілу зерна (рис. 1, а). Розмір α -частинок не перевищує 2 мкм. Деякі зерна мають α -оторочку (рис. 1, б). Це підтверджено ЕДС — аналізом, який показав зниження кількості молібдену та заліза у цих ділянках (рис. 2). Всередині зерен також спостерігаються ділянки з підвищеним вмістом заліза. Це дозволяє припустити, що при кристалізації сплаву з високим вмістом заліза, як легуючого елементу, в структурі утворюються ультрадисперсні частинки інтерметаліду TiFe. Твердість основного металу складає 3500...3760 МПа, кількість β -фази — 71 %.

Поверхня руйнування зразка вихідного металу, одержаного після випробувань на ударний вигин (КСІ), представлена на рис. 3. Дослідження показали, що поверхня руйнування крупнокристалічна, блискуча, розвинена (рис. 3, а). Переважний тип рельєфу — фасетки відколу різної орієнтації розміром 200×800 мкм, на яких видно тонкі струмкові узорі (рис. 3, б, в). Сходинки відколу, які обмежують системи струмків за рахунок дуже малих відхилень від загальної кристалографічної площини зростання тріщини, досить незначні по висоті (рис. 3, б).

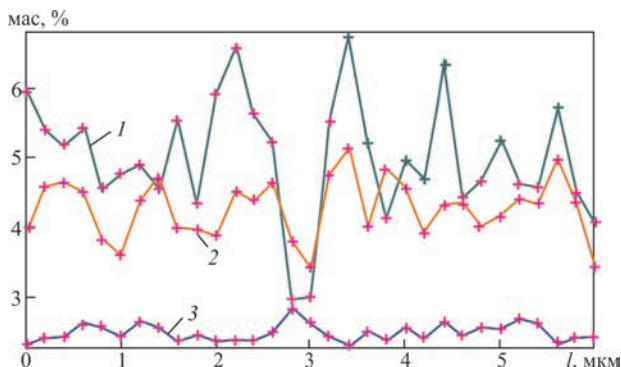


Рис. 2. Розподіл легуючих елементів (1 — Fe, 2 — Mo та 3 — Al) в основному металі (через границю зерна з α -оторочкою) дослідного сплаву Ti-2,8Al-5,1Mo-4,9Fe

Характер руйнування даного сплаву крихкий, який являє собою поєднання ділянок відколу та відриву. Руйнування проходить переважно (більше 95 %) за механізмом крихкого відколу. Ділянки рельєфу руйнування відколом граничать з фасетками міжзеренного руйнування.

На рис. 4 наведено мікроструктуру зварного шва дослідного сплаву, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С. При невеликих збільшеннях в металі шва спостерігається лита дендритна структура (рис. 4, а). При більш детальному дослідженні було виявлено, що в шві на фоні дендритної структури спостерігаються зерна β -фази з більш крупними, в порівнянні з основним металом, різними за формою та розміром частинками α -фази (рис. 4, б). Розподіл частинок по зерну нерівномірний. Твердість зварного шва з попереднім підігрівом складає 2640...2760 МПа, кількість β -фази в зварному шві — 74 %.

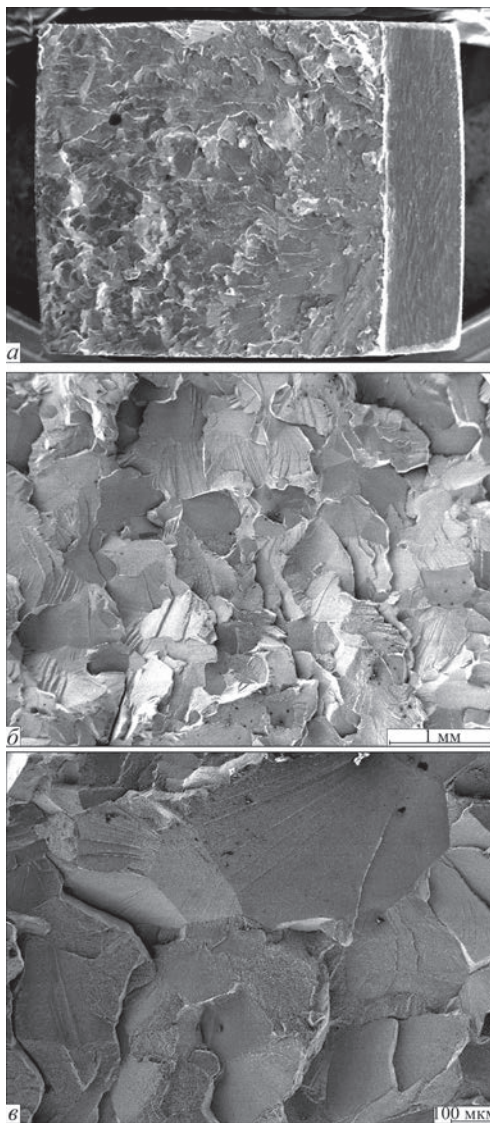


Рис. 3. Структура поверхні руйнування основного металу дослідного сплаву: а — макроструктура (×10); б, в — мікроструктура різних ділянок

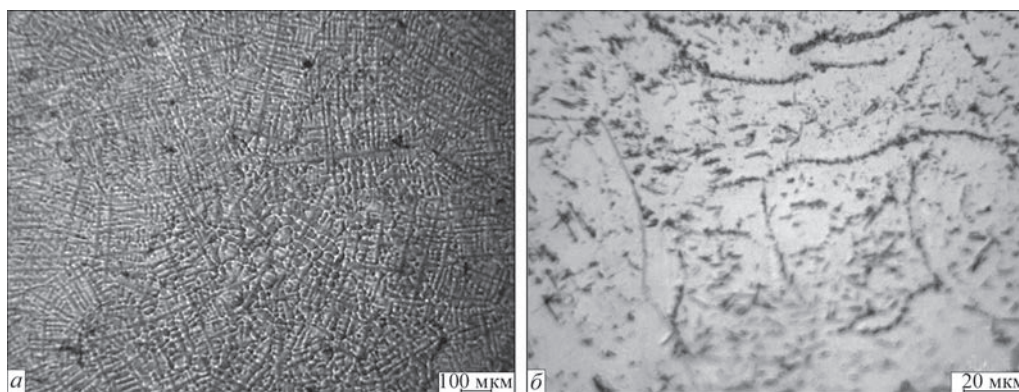


Рис. 4. Мікроструктура зварного з'єднання дослідного сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С

Руйнування дослідного зразка відбувалось за змішаним механізмом (рис. 5). Тріщина розповсюджувалась строго перпендикулярно напрямку дії прикладеного навантаження. Поверхня руйнування чітко виражена з характерними виділеннями другої фази. Рельєф поверхні руйнування неоднорідний (рис. 5, в, з). Характер руйнування транскристалітний. Крихке руйнування відбувалося шляхом внутрізеренного відколу і відриву, а в'язке — за рахунок росту та коалесценції (об'єднання) мікропор [12]. Розмір фасеток руйнування зменшився з 200×800 мкм до 50×400 мкм. Злам містить 75 % крихкої складової та 25 % — в'язкої.

На рис. 6 наведено мікроструктуру зварного шва дослідного сплаву, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С та подальшою ЛТО при температурі 750 °С протягом 10 хв. Структура металу шва після ЛТО аналогічна структурі, що була отримана із застосуванням тільки попереднього підігріву. Але дендритна структура стала дрібнішою та менш чіткою, границі β-зерен тонше, α-фаза більш рівномірно розподілена по об'єму β-зерен у вигляді дисперсних точкових виділень. Твердість зварного шва з попереднім підігрівом та подальшою ЛТО складає 3160...3300 МПа, кількість β-фази в зварному шві — 72 %.

Макроскопічний аналіз зламу зразка, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом та подальшою ЛТО (рис. 7, а, б), показав, що структурні складові після ЛТО трохи зменшуються, а ділянки крихкого та в'язкого руйнування розташовуються по поверхні більш рівномірно. Рельєф поверхні руйнування неоднорідний і відрізняється змішаним характером. Деталі рельєфу поверхні руйнування містять одночасно фасетки відколу і ямки. На фасетці відколу спостерігаються гребні відриву та струмкові візерунки, що відображають поширення тріщини на різних рівнях паралельно головній площині руйнування. Фасетки відколу розділені ділянками відриву. Відрив відбувається в тих випадках, коли пластичність матеріалу досить висока, а напруження

течії досить низькі, щоб матеріал міг руйнуватися шляхом ковзання. По границях зерен виявлені вторинні тріщини. Крихке руйнування відбувається за механізмом внутрізеренного відколу і відриву, а в'язке — в результаті злиття мікропор (рис. 7, в, з). На ділянках в'язкого руйнування зламу виявлені ямки невеликих розмірів (2...5 мкм) досить рівноосні (рис. 7, д). Слід зазначити, що на багатьох ділянках внутрізеренного відколу також виявлені ямки, що свідчать про локальний розвиток пластичної деформації (рис. 7, е).

Аналіз проведених досліджень та результатів механічних випробувань показав наступне (див. таблицю).

Міцність дослідного економнолегованого титанового сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe в стані після прокату становить 1015 МПа, але показники пластичності та в'язкості знаходяться на низькому рівні. Характер руйнування крихкий, що поєднує ділянки відколу та відриву. Причиною таких низьких показників пластичності та ударної в'язкості може бути вміст в сплаві підвищеної кількості β-евтектоїдного компонента — заліза, що призводить до утворення в процесі виплавки ультрадисперсних часток інтерметалідів титан–залізо.

Зварне з'єднання, отримане ЕПЗ, має низькі показники міцності (див. таблицю). Це пояснюється тим, що висока швидкість охолодження в процесі зварювання призводить до утворення метастабільної α'-фази в шві та ЗТВ. Кількість β-фази зростає та становить 87 %.

Аналіз структури та механічних властивостей зварного з'єднання економнолегованого титанового сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом контактуючих поверхонь до 400 °С, показав, що в структурі шва та ЗТВ відсутня метастабільна α'-фаза. Структура складається з зерен β-фази, в яких нерівномірно розташовуються різні за розміром та формою частинки α-фази. Зменшуються за розміром β-зерна та фасетки руйнування на зламах. Кількість β-фази зменшується та стано-

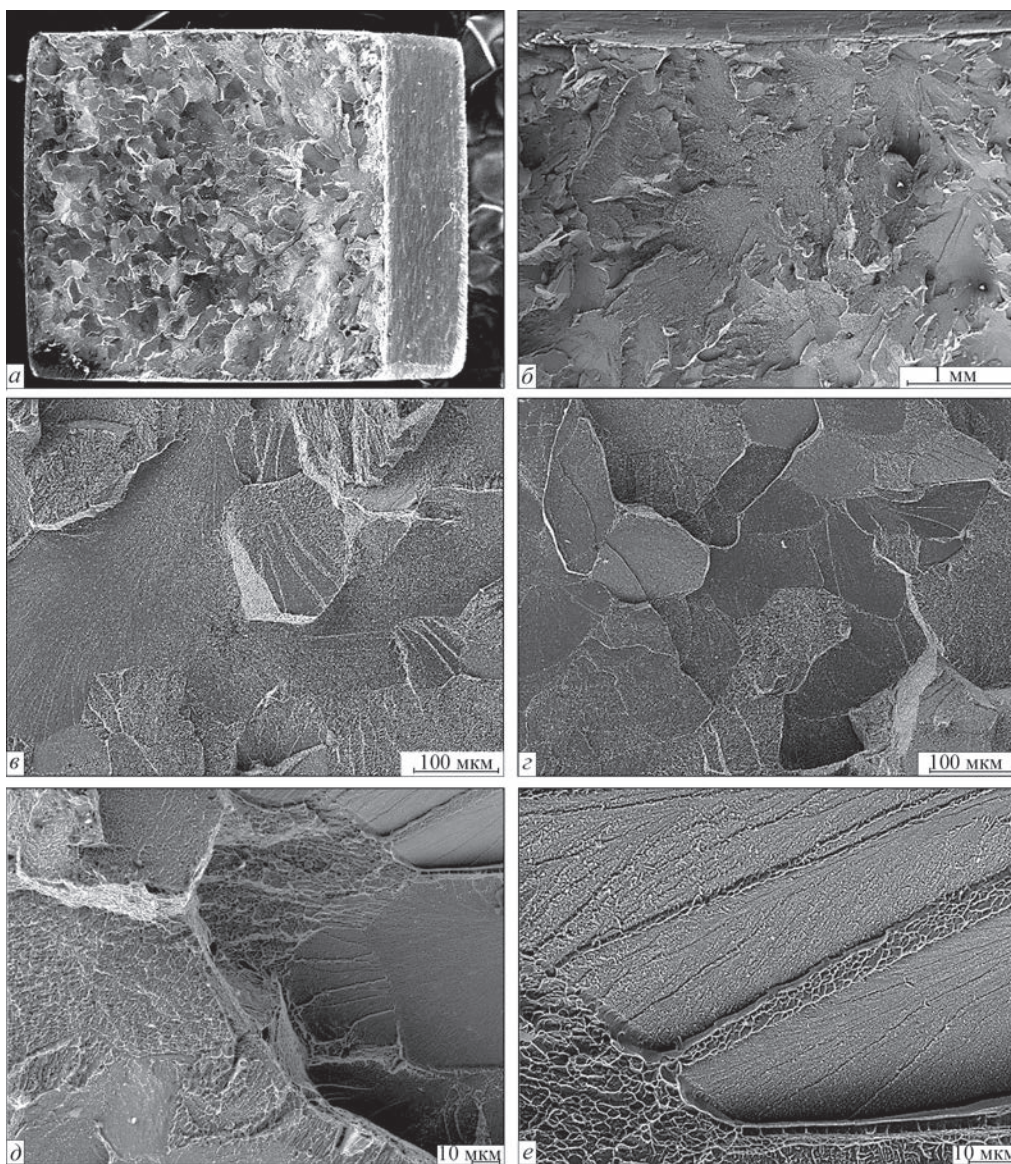


Рис. 5. Макро- (а, б) та мікроструктура (в–е) поверхні руйнування зварного шва дослідного сплаву, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С

вить 74 %. Така структура сприяє підвищенню показників міцності та пластичності з'єднання.

Найвищі показники міцності та пластичності було отримано після механічних випробувань зварного з'єднання, виконаного ЕПЗ з попереднім

підігрівом контактуючих поверхонь та подальшої ЛТО. Кількість β -фази в шві становила 72 %, що практично дорівнює кількості β -фази в основному металі (див. таблицю). Структура зварного шва після ЛТО мало відрізняється від структури шва

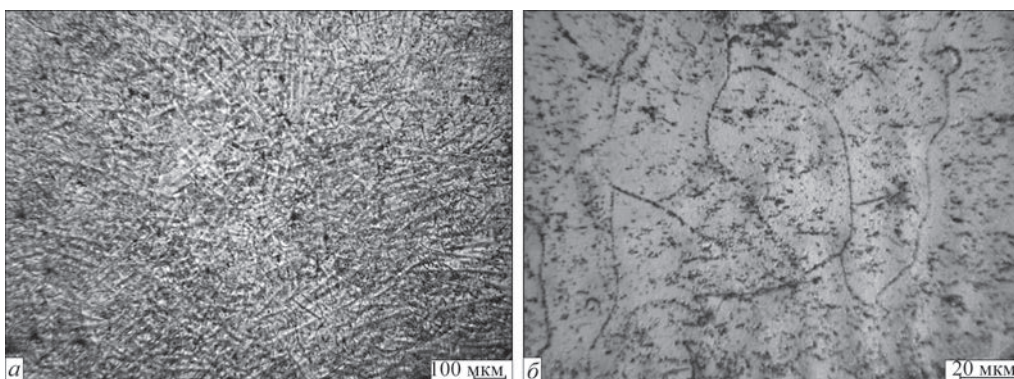


Рис. 6. Мікроструктура зварного з'єднання дослідного сплаву $\text{Ti}-2,8\text{Al}-5,1\text{Mo}-4,9\text{Fe}$, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С та подальшою ЛТО

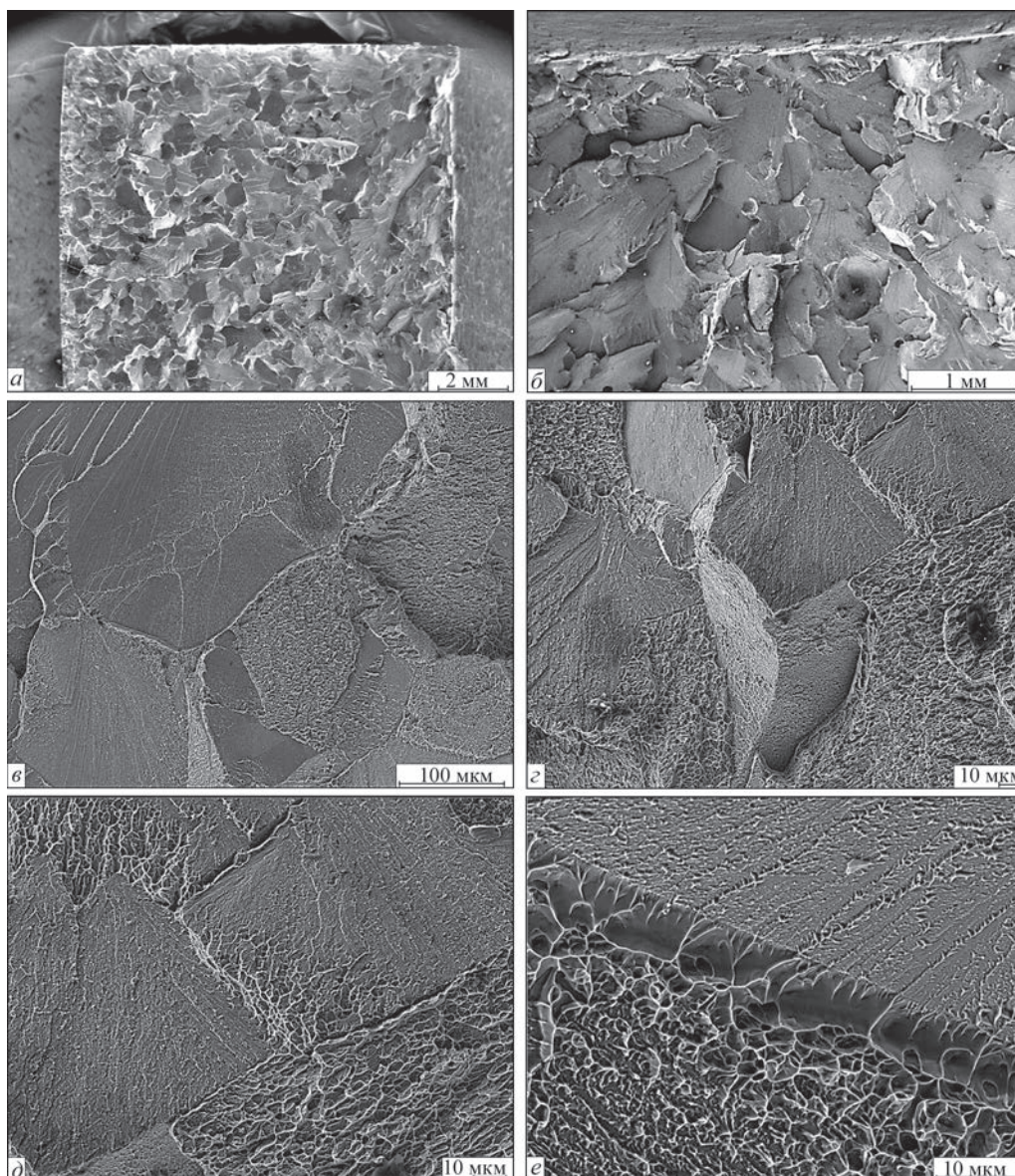


Рис. 7. Макро- (а, б) та мікроструктура (в–е) поверхні руйнування зварного шва дослідного сплаву, отриманого ЕПЗ з попереднім підігрівом до 400 °С та подальшою ЛТО

після зварювання з підігрівом. Але границі зерен β -фази стають тоншими, α -фаза дрібніша та більш рівномірно розподілена по тілу β -зерна. На поверхні зламів більш рівномірно розташовані ділянки крихкого та в'язкого руйнування.

Висновки

1. Підігрів контактуючих поверхонь до 400 °С перед електронно-променевим зварюванням економічного титанового сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe попереджує утворення метастабільної α' -фази та сприяє зменшенню кількості β -фази в зварному шві, що дає змогу підвищити показники міцності та пластичності.

2. Додаткова ЛТО після зварювання з підігрівом призводить до більш рівномірного розташування ділянок крихкого та в'язкого руйнування на поверхні зламів при подрібненні фасеток крихкого та в'язкого

руйнування та збільшення частки в'язкої складової до 25 %, а також сприяє перетворенню різних за розміром та формою частинок α -фази в дисперсійно-зміцнену структуру, що забезпечує більш вдале поєднання міцності, пластичності та в'язкості.

3. Встановлено, що застосування попереднього підігріву та ЛТО після ЕПЗ дає змогу отримати зварне з'єднання економічного титанового сплаву Ti–2,8Al–5,1Mo–4,9Fe, міцність якого знаходиться на рівні 98 % від міцності основного металу.

Список літератури

1. Lütjering G., Williams J.C. (2003) *Titanium (engineering materials and processes)*. Berlin, Springer-Verlag, 3.
2. (2002) *EHK Technologies: Opportunities for low cost titanium in reduced fuel consumption, improved emissions, and enhanced durability heavy-duty vehicles*. Subcontract 4000013062, EHK Technologies, Vancouver, WA, USA.
3. Lavender C.A. (2004) *Low-cost titanium evaluation*. Pacific Northwest National Laboratory, Richland, WA, USA, 5.

4. (2004) *EHK Technologies: Summary of emerging titanium cost reduction technologies*. A study performed for US Department of Energy and Oak Ridge National Laboratory, Subcontract 4000023694, EHK Technologies, Vancouver, WA, USA.
5. Ночовная Н.А., Анташев В.Г. (2007) Титановые сплавы серии «LOW-COST» и возможности их применения. *Сб. тр. Междунар. конф. «Ti-2007 в СНГ»*. Киев, РИО ИМФ им. Г.В. Курдюмова НАН Украины, сс. 191–192.
6. Bania P.J. (1993) Beta titanium alloys and their role in the titanium industry. *Beta Titanium Alloys in the 90's*. TMS Publ., Warrendale, PA, 3–14.
7. Weiss I., Semiatin S.L. (1998) Thermomechanical processing of beta titanium alloys on overview. *Mat. Sci. Eng. A*, **243**, 46–65. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00783-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00783-1)
8. Ахонін С.В., Білоус В.Ю., Березос В.О. та ін. (2020) Структура та властивості конструкційних економнолегованих сплавів на основі титану, одержаних способом ЕПП. *Сучасна електрометалургія*, **4**, 7–15. <https://doi.org/10.37434/sem2020.04.02>
9. Ахонин С.В., Белоус В.Ю., Селин Р.В. и др. (2018) Электронно-лучевая сварка и термообработка сварных соединений высокопрочного псевдо-β-титанового сплава BT19. *Автоматическая сварка*, **7**, 12–17. <https://doi.org/10.15407/as2018.07.02>
10. Ахонін С.В., Білоус В.Ю., Селін Р.В., Петриченко І.К. (2020) Термічна обробка отриманого способом ЕПП високоміцного псевдо-β-титанового сплаву та його зварних з'єднань. *Сучасна електрометалургія*, **1**, 14–25. <https://doi.org/10.37434/sem2020.01.02>
11. Hryhorenko S.G., Achonin S.W., Belous W.Ju., Selin R.W. (2016) Heat treatment effect on the structure and properties of electron beam welded joints made of high-alloy titanium. *Biuletyn Instytutu Spawalnictwa*, **5**, 90–95. DOI:10.17729/ebis.2016.5/12
12. Феллоуз Дж. (1982) *Фрактография и атлас фрактограмм*. Бернштейн М.Л. (ред.). Москва, Металлургия.
2. (2002) *EHK Technologies: Opportunities for low cost titanium in reduced fuel consumption, improved emissions, and enhanced durability heavy-duty vehicles*. Subcontract 4000013062, EHK Technologies, Vancouver, WA, USA.
3. Lavender, C.A. (2004) *Low-cost titanium evaluation*. Pacific Northwest National Laboratory, Richland, WA, USA, 5.
4. (2004) *EHK Technologies: Summary of emerging titanium cost reduction technologies*. A study performed for US Department of Energy and Oak Ridge National Laboratory, Subcontract 4000023694, EHK Technologies, Vancouver, WA, USA.
5. Nochovnaya, N.A., Antashev, V.G. (2007) Titanium alloys of low-cost series and possibilities of their application. In: *Proc. of Int. Conf. on Titanium in CIS*. Kiev, IMP, 191–192 [in Russian].
6. Bania, P.J. (1993) Beta titanium alloys and their role in the titanium industry. *Beta Titanium Alloys in the 90's*. TMS Publ., Warrendale, PA, 3–14.
7. Weiss, I., Semiatin, S.L. (1998) Thermomechanical processing of beta titanium alloys on overview. *Mat. Sci. Eng. A*, **243**, 46–65. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00783-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00783-1)
8. Akhonin, S.V., Bilous, V.Yu., Berezos, V.O. et al. (2020) Structure and properties of structural sparsely-doped titanium-based alloys produced by EBM. *Suchasna Elektrometal.*, **4**, 7–15 [in Ukrainian]. <https://doi.org/10.37434/sem2020.04.02>
9. Akhonin, S.V., Belous, V.Yu., Selin, R.V. et al. (2018) Electron beam welding and heat treatment of welded joints of high-strength pseudo-β titanium alloy VT19. *The Paton Welding J.*, **7**, 12–17. <https://doi.org/10.15407/as2018.07.02>
10. Akhonin, S.V., Bilous, V.Yu., Selin, R.V., Petrichenko, I.K. (2020) Heat treatment of high-strength pseudo-β-titanium alloy produced by EBM process and of its welded joints. *Suchasna Elektrometal.*, **1**, 14–25 [in Ukrainian]. <https://doi.org/10.37434/sem2020.01.02>
11. Hryhorenko, S.G., Achonin, S.W., Belous, W.Ju., Selin, R.W. (2016) Heat treatment effect on the structure and properties of electron beam welded joints made of high-alloy titanium. *Biuletyn Instytutu Spawalnictwa*, **5**, 90–95. DOI:10.17729/ebis.2016.5/12
12. Fellous, J. (1982) *Fractography and atlas of fractograms*. Ed. by M.L. Bernshtejn. Moscow, Metallurgiya [in Russian].

References

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE STRUCTURE AND FRACTURE MODE OF WELDED JOINTS OF SPARSELY-ALLOYED TITANIUM ALLOY

S.G. Grigorenko, T.G. Taranova, V.A. Kostin, T.G. Solomijchuk, V.Yu. Bilous, E.L. Vrzhezhevskyi
E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

Studied is the influence of preheating and further local heat treatment on the structure, fracture mode and properties of welded joints of sparsely-alloyed pseudo-β-titanium alloy of Ti–Al–Mo–Fe system. The structure of welded joints produced by electron beam welding and surfaces of fractures obtained after impact toughness testing of the samples were investigated. It is found that application of preheating and local heat treatment after electron beam welding allows avoiding formation of a metastable α'-phase in the welded joint and lowering the content of β-phase in the weld metal to 72 % that enables increasing the values of strength and ductility. Additional local heat treatment after welding with preheating leads to a more uniform arrangement of areas of brittle and ductile fracture on the fracture surface, and also promotes transformation of α-phase particles of different size and shape into a dispersion-strengthened structure that ensures a more favourable combination of strength, ductility and toughness. The strength of welded joint produced with preheating and local postweld heat treatment is on the level of 98 % of base metal strength. Ref. 12, Tabl. 1, Fig. 7.

Key words: sparsely-alloyed titanium alloys; electron beam welding; ingot; structure; fracture mode; mechanical properties; local heat treatment

Надійшла до редакції 14.06.2021

ПРОЦЕСИ СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ ПРИ СПРЯМОВАНІЙ КРИСТАЛІЗАЦІЇ ЖАРОМІЦНОГО ІНТЕРМЕТАЛІДНОГО СПЛАВУ СИСТЕМИ TiAl ТА ЇХ ВПЛИВ НА ПІДВИЩЕННЯ ПЛАСТИЧНОСТІ МАТЕРІАЛУ

Н.В. Піскун

ІЕЗ ім. Є.О. Патона НАН України. 03150, м. Київ, вул. Казимира Малевича, 11. E-mail: office@paton.kiev.ua

Представлені результати дослідження процесів структуроутворення жароміцного інтерметалідного сплаву системи титан–алюміній при спрямованій кристалізації способом індукційної безтигельної зонної плавки та їх вплив на механічні властивості. Визначено переваги спрямованої кристалізації способом безтигельної зонної плавки інтерметалідного сплаву перед іншими видами обробки. Показано, що застосування даного способу дозволяє без використання газостатичного ізотермічного пресування і багатостадійних термообробок отримувати оптимальні структуру і властивості зливка. Проаналізовані принципи і цілі мікрولةгування системи TiAl (Nb, Zr, Cr) та механізм впливу кожного легуючого елемента на властивості сплаву. Досліджено процеси структуроутворення і визначені особливості фазових трансформацій сплаву Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr, що відбуваються у процесі індукційної безтигельної зонної плавки. Доведено, що створений технологічний процес індукційної безтигельної зонної плавки β-стабілізованого інтерметалідного сплаву Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr забезпечує спрямовану кристалізацію, зменшення розміру зерна інтерметаліда та дозволяє здійснювати керування структурою зливка. Оптимальний фазовий баланс, субмікронний межламельний інтервал та переважне вирівнювання ламелів уздовж температурного градієнта контролюються параметрами процесу плавки. Наведено результати механічних випробувань при кімнатній та високій температурах. Проведено порівняння результатів з результатами випробувань вихідного матеріалу і їх відповідність вимогам щодо промислового використання подібних сплавів в авіаційній промисловості. Показано, що застосування спрямованої кристалізації при індукційній безтигельній зонній плавці сплаву сприяє формуванню впорядкованої мікроструктури, що позитивно впливає як на пластичність, так і жароміцність матеріалу, а також призводить до суттєвого підвищення модуля пружності. Бібліогр. 15, табл. 3, рис. 6.

Ключові слова: інтерметаліди; безтигельна зонна плавка; спрямована кристалізація; структура; механічні характеристики; модуль пружності; подовження

З розвитком авіаційної промисловості ускладнюється конструкція двигунів, в яких найбільш відповідальними частинами є лопатки, що вимагає створення сплавів, здатних працювати під навантаженням при високих температурах експлуатації. Крім того, за рахунок застосування більш легких конструкційних матеріалів вага двигунів повинна зменшуватися, а собівартість виробництва знижуватися.

Такими сплавами для застосування в газотурбінних двигунах літаків через їх низьку щільність і питому міцність є інтерметаліди на основі TiAl. Нещодавно компанія «General Electric» повідомила про застосування інтерметалідного сплаву в своєму новому двигуні для Boeing 787, який найкраще ілюструє корисність та перспективність застосування сплавів на основі TiAl. Лопатки турбіни низького тиску були виготовлені з γ-TiAl сплаву, що дозволило заощадити 180 кг на кожному двигуні в порівнянні з його попередниками. Крім того, такі двигуни економлять до 15 % витрати палива та виробляють на 15 % менше викидів CO₂. Проте, робоча температура застосовуваного

в цих двигунах сплаву GE48-2-2 обмежена. Тому зусилля багатьох дослідників націлені на поліпшення міцності і пластичності γ-TiAl сплаву в діапазоні температур 800...850 °C [1].

В останні роки розроблений новий клас сплавів на основі TiAl, так звані TNM (Ti–Nb–Mo) сплави. Високий рівень вмісту β-стабілізуючих елементів (Nb і Mo) призводить до збереження певної кількості первинної β(Ti)-фази з неврегульованою структурою ОЦК або її впорядкованої низькотемпературної модифікації B2. Ця фаза грає позитивну роль в поліпшенні оброблюваності і застосовності сплавів TNM.

Матеріали для досліджування. В Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона способом електронно-променевої плавки з застосуванням легких β-стабілізаторів Cr і Zr при низькій концентрації Nb (до 5 ат. %) та вмістом Al до 44 ат. % створено сплав Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr.

Розроблений сплав має істотні переваги перед сплавами нового покоління типу TNM. По-перше, Nb підвищує опір повзучості в результаті зниження дифузійної рухливості елементів, зміцнює γ- і α₂-фази, а також покращує стійкість TiAl до окислення; по-друге, Zr і Cr також стабілізують β-фазу, але вони легше Mo і тому створений сплав має

Н.В. Піскун — <https://orcid.org/0000-0003-1459-2310>

© Н.В. Піскун, 2021

меншу щільність, що є вагомим аргументом для аерокосмічної промисловості. Щільність отриманого сплаву становить $4,11 \text{ г/см}^3$, що майже в 1,7 рази менше, ніж Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr (6,9 г/см³). Крім того, хром, особливо в мікрокількостях, покращує корозійну стійкість.

Принципи і цілі мікролегування системи TiAl (Nb, Zr, Cr). Легуючі елементи створеного інтерметалідного сплаву Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr зчинили істотний вплив на його структуру і властивості. Перш за все — це високий вміст алюмінію, який визначає частку α_2 -фази у сплаві і температуру трансуса [2].

Хром є альтернативою молібдену. Він також стабілізує β -фазу, покращує пластичність сплаву і корозійну стійкість, подрібнює зернистість β -фази [3, 4]. У зв'язку з тим, що хром значно легше ніобію, зменшується щільність сплаву. Такий елемент, як хром, в невеликих кількостях підвищує пластичність матеріалів з дуплексною структурою — $(\gamma+\alpha_2)$ -сплавів. Ефект збільшення пластичності $(\gamma+\alpha_2)$ -сплавів пояснюють впливом хрому на тетрагональність, об'єм елементарної комірки, характер заміщення позицій атомів титану або алюмінію у решітці TiAl, двійникування та зміни в електронній структурі [5].

Крім того, ніобій і цирконій сприяють утворенню β -виділень. При легуванні домішками Nb за рахунок зміцнення хімічних зв'язків в решітках TiAl- і Ti₃Al-фаз при заміщенні в них частини вузлів титанової підрешітки атомами Nb формуються тверді розчини в обох фазах. Коефіцієнти розподілу Nb близькі до одиниці і в γ -, і в α_2 -ламелях, що призводить до досить однорідного об'ємного розподілу лігатури і збереженню псевдобінарного виду діаграми стану з відносно невеликими концентраційними змінами міжфазових полів [6–8].

Дуже важливу роль в даному сплаві грає цирконій. Він відноситься до нейтральних зміцнювачів, легший за ніобій, крім розширення β -фазового поля розширює ще і $(\alpha+\beta)$ -область за рахунок звуження α -поля фазової діаграми [9]. Мінімальна температура протяжності α -області на шляху фазових трансформацій сплаву (а в ідеалі, повна відсутність α -поля на цьому шляху) означає зменшення середнього діаметра α -зерна і малий діаметр підсумкової

колонії ламелів $(\gamma+\alpha_2)$. Спільно з алюмінієм цирконій сприяє високій жароміцності сплаву.

Всі перераховані вище властивості і визначають склад матеріалу TiAl (Nb, Cr, Zr), як одного з найбільш перспективних для дослідно-промислового застосування.

Безтигельна зонна плавка — спосіб одержання оптимальної структури. Структурні дослідження та механічні випробування первинного зливка показали, що він має нерівномірну мікроструктуру, неоднорідний розподіл елементів по полю зливка, а також мікропори і мікротріщини. Всі ці недоліки впливали на його механічні властивості при кімнатній та високих температурах.

Випробування на статичний розтяг показали, що пластичність інтерметаліду при температурі 20 °C практично не спостерігалася. Тільки при температурі 800 °C з'явилися її ознаки.

Зазвичай перед використанням литі інтерметаліди сплави для усунення зазначених дефектів піддають газостатичному ізотермічному пресуванню (ГП) або багатогодинній термічній обробці.

Одним із способів поліпшення структури і підвищення механічних характеристик інтерметалідів є спрямована кристалізація. Для проведення спрямованої кристалізації запропоновано спосіб безтигельної зонної плавки (БЗП), при якій існування стійкої розплавленої зони забезпечується силами поверхневого натягу. Єдиним застосуванням технології БЗП в світовому промисловому масштабі є виробництво високочистих монокристалів кремнію.

Алюмініди титану по своїй щільності, температурі плавлення, поверхневому натягу і динамічній в'язкості трохи вище кремнію. Тому вони можуть потенційно стати другим таким матеріалом для перекристалізації способом БЗП. Нижче наведені властивості алюмінідів титану, взяті з літературних джерел, необхідні при застосуванні технології індукційної безтигельної зонної плавки (табл. 1).

У таблиці наведені необхідні для технології БЗП властивості сплаву Ti-46Al-8Nb (ат. %), що взяті з літературних джерел і результатів європейського проекту IMPRESS [2, 3].

Як видно з таблиці, властивості розплаву алюмініду титану Ti-46Al-8Nb близькі до властивостей кремнію. Більш висока щільність γ -TiAl (Nb) компенсується більш високим поверхневим натягом, а в'язкість алюмініду титану майже на порядок вище, ніж у кремнію. Це означає, що розплавлена зона γ -TiAl більш гідродинамічно стійка, оскільки розвиток турбулентної конвекції, яка руйнує зону, в ній ускладнено.

Із аналізу гідростатичної стійкості розплавленої зони, підтримуваної тільки силами поверх-

Таблиця 1. Властивості розплаву алюмініду титану Ti-46Al-8Nb для застосування технології БЗП

Матеріал	Щільність (ρ), кг/м ³	Поверхневий натяг (ξ), Н/м	Динамічна в'язкість (μ), Па·с
Ti-46Al-8Nb	3850 (1570 °C)	1,213 (1570 °C)	$7,89 \cdot 10^{-3}$
Si	2530 (1450 °C)	0,725 (1450 °C)	$8,8 \cdot 10^{-4}$

невого натягу, відома формула для оцінки максимальної висоти зони розплаву в циліндричному стрижні матеріалу при БЗП [4]:

$$h_{\max} \approx \pi \sqrt{\xi / (\rho_i g)},$$

де ξ — поверхневий натяг розплаву на границі розплав–атмосфера камери; ρ_i — щільність розплаву; g — прискорення вільного падіння.

Висота розплавленої зони ($h_{\max}$) залежить від діаметра стрижня, який проплавляється, і для кремнію ця величина складає від 1,0 до 1,5 см [10].

Застосовуючи формулу до Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr, можна оцінити максимальну висоту зони розплаву TiAl. Ця висота буде практично такою ж, як для кремнію — ($h_{\max} \text{ TiAl} / h_{\max} \text{ Si} = 1,05$ см).

Із вищесказаного можна зробити висновок, що добре вивчена і відпрацьована технологія БЗП кремнію (включаючи її промислове застосування) з деякими незначними змінами може бути застосована для сплавів TiAl.

Переваги безтигельної зонної плавки в тому, що без використання ГП в отриманих зливках відсутні мікродфекти (несплошності, мікротріщини та ін.) та пористість, так як усадка йде направлено на фронті кристалізації, а не в об'ємі зливка. Безтигельна зонна плавка дозволяє параметрами процесу керувати структурою отриманого матеріалу та забезпечувати рівномірність розподілу структурних складових по довжині і об'єму зливка. Крім того, забезпечується чистота процесу, оскільки немає взаємодії з матеріалом тигля.

Таким чином, зроблено висновки, що найбільш ефективним способом для зонної плавки інтерметаліду Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr є індукційний нагрів в атмосфері аргону, так як при його застосуванні зберігається хімічний склад вихідного матеріалу (відсутнє випаровування елементів з високою пружністю пари таких, як алюміній та хром), а також легко регулювати рідку плаваючу зону, що забезпечується силами поверхневого натягу. В процесі індукційної безтигельної зонної плавки (ІБЗП) сплаву забезпечується зона розплаву заввишки 10...15 мм в залежності від діаметра стержня, який переплавляється.

Для ІБЗП зразків інтерметаліду була розроблена спеціалізована установка [11], схема якої представлена на рис. 1.

Спрямована перекристалізація способом ІБЗП надійно поліпшує структуру і підвищує механічні характеристики інтерметалідів.

Кристалізація в напрямі осі теплового градієнта і швидкість охолодження, що є основними термодинамічними інструментами способу спря-

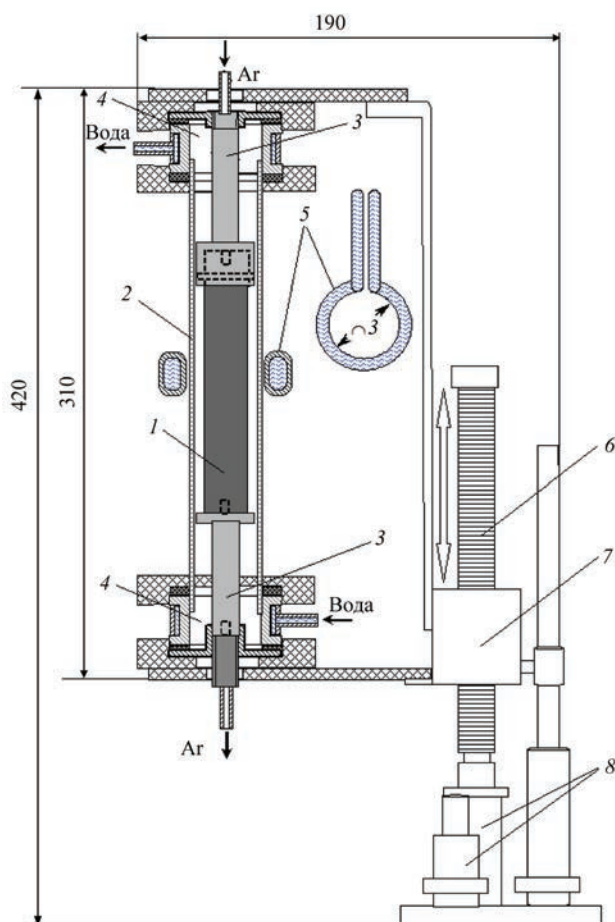


Рис. 1. Схема установки для ІБЗП: 1 — зразок; 2 — кварцова трубка; 3 — утримувачі зразка; 4 — водоохолоджувальні мікрокамери; 5 — індуктор; 6 — гвинт; 7 — гайка шарикогвинтової пари; 8 — редуктор з електродвигуном

мованої кристалізації (затвердіння), забезпечують формування упорядкованої мікроструктури. При використанні цього способу умовами процесу досягається також необхідна орієнтація ламелів. У зв'язку з відсутністю границь зерен, перпендикулярних осі зливка [12], значно покращується тріщиностійкість (границі ламелів служать перешкодами руху дислокацій) і поліпшується пластичність сплаву за рахунок створення дрібнозернистої структури. Крім того, механічні властивості γ -TiAl сплавів сильно залежать від товщини ламелів, більш тонка ламельна структура також підвищує межу текучості.

Попередніми дослідженнями способом математичного моделювання встановлено, що на структуру зливка який утворюється при спрямованій кристалізації, впливають, в основному, два параметри — швидкість затвердіння і градієнт температури в розплаві на границі ліквідус [13].

Аксіальний термічний градієнт, затвердіння і охолодження є основними термодинамічними інструментами спрямованої кристалізації, що дозволяють формувати впорядковані мікроструктур-

ні складові, а також проектувати фазовий склад в процесі нерівноважної обробки інтерметалідів зі складними діаграмами станів. Технологічна гнучкість процесу ІБЗП забезпечується потужністю і швидкістю витягування зони. Потужність впливає на ширину зони розплавлення і, отже, осьовий температурний градієнт на поверхні твердої речовини/розплаву, в той час як швидкість руху зони визначає швидкість затвердіння і, відповідно, охолодження обробленого матеріалу позаду індуктора.

Для оптимізації параметрів процесу зонної плавки поряд з проведенням експериментів з плавки інтерметаліду на різних швидкостях були проведені математичні розрахунки із чисельним моделюванням тепломасоперенесення в розплав-

леній зоні об'єкта. Чим вужча розплавлена зона, тим більше значення температурного градієнта може бути досягнуто при ІБЗП на границі твердо-рідкої фази. Математичне моделювання виконувалося за умови, що при цьому висота зони, яка плавиться, не перевищує діаметр зливка. Згідно з розрахунками [13] для сплаву Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr в центральній частині проплавлення зони на границі ліквідус градієнт температури становить приблизно 300 К/см. При такому градієнті температур і при швидкості затвердіння 150 мм/год, згідно діаграми [13], зливкок матиме стовпчасту дендритну структуру.

Особливості фазових трансформацій в сплаві Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr. Промислове викори-

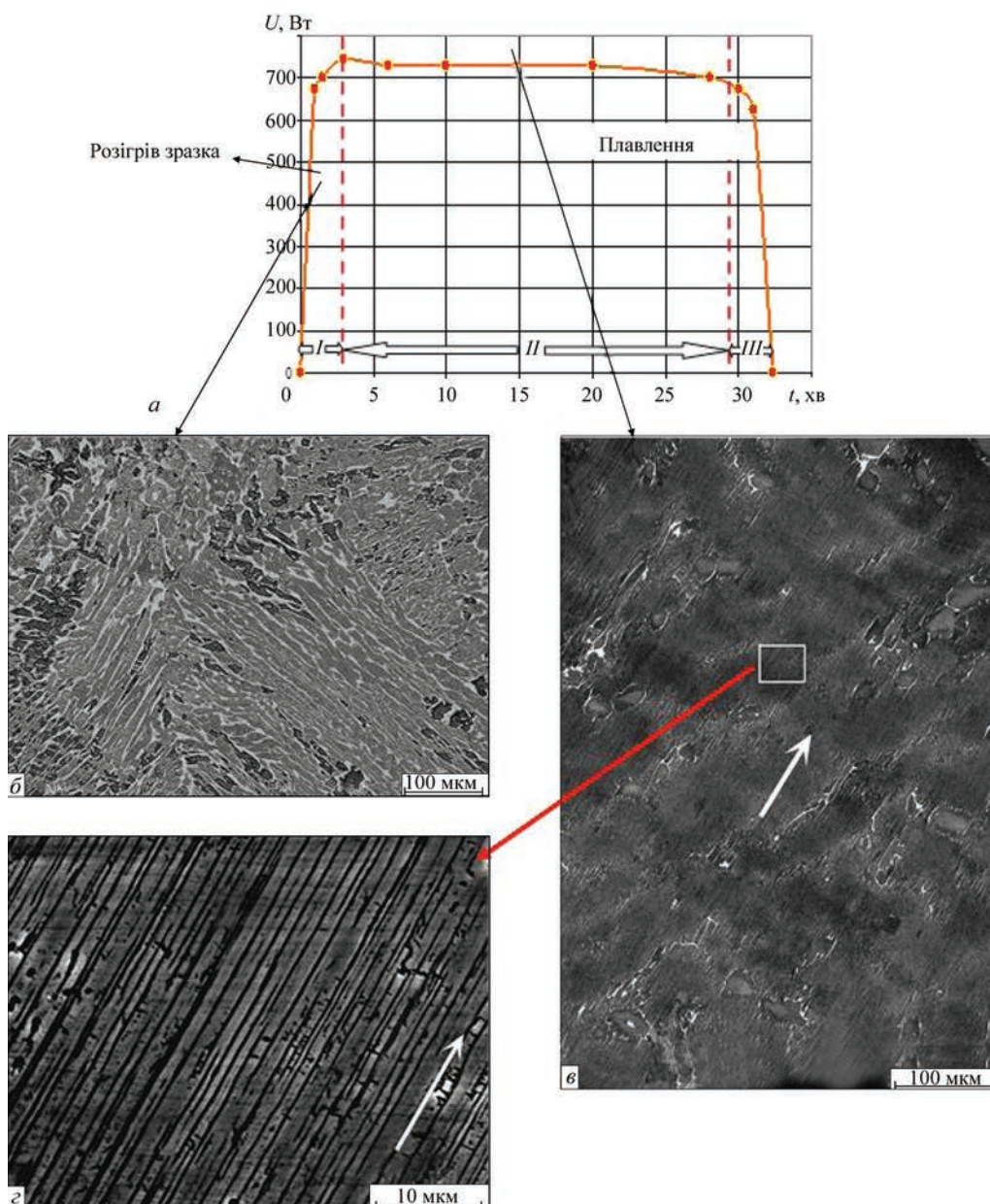


Рис. 2. Процеси структуроутворення на різних стадіях ІБЗП інтерметаліду системи Ti-Al: а — циклограма процесу ІБЗП; б — структура вихідного матеріалу; в — упорядкована в процесі ІБЗП мікроструктура сплаву; г — збільшені вирівняні в напрямку руху зони ламелі ($\gamma+\alpha_2$)-фази

стання алюмінідів титану в конструкціях різного призначення залежить від їх механічних властивостей, які визначаються структурою і фазовим складом сплаву, тому вивчення процесів структуроутворення і фазового стану інтерметаліду є дуже важливим.

Процес фазових трансформацій, що відбуваються в сплаві при ІБЗП, був досліджений за допомогою рентгенівського аналізу сплаву $\text{Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr}$ [14] та уявлень на моделі (рис. 2, а), що відображає циклограму параметрів процесу та структурні перетворення на різних стадіях. З рисунка видно, що фазовий склад вихідного матеріалу після ІБЗП при швидкості затвердіння 150 мм/год змінюється. Крім того, спостерігається присутність основних інтерметалідних фаз (γ -TiAl і α_2 -Ti₃Al), а також деякий вміст стабілізованої залишкової В2 (впорядкованої низькотемпературної форми β -Ti) [14].

На рис. 2, б показана мікроструктура вихідного сплаву зі зворотнім розсіюванням СЕМ, яка відо-

бражає невпорядковану багатофазну пір'ясту мікроструктуру, що не змінюється під час підігріву зразка. Характерний розмір зерна 500...1000 мкм.

Мікроструктура зразків інтерметаліду після ІБЗП за даними РЕМ представлена на рис. 2, в. Біла стрілка — напрямок дії осового температурного градієнта.

В процесі ІБЗП за даними рентгеноструктурного аналізу (EBSD — дифракції зворотно розсіяних електронів) 70...80 % обсягу зразка займає впорядкована тонка ламельна структура ($\gamma + \alpha_2$), причому спрямована строго за віссю зливка. Крім того, є округлі сірі масивні γ -фази (10...15 % від загального обсягу) і найсвітліші прошарки на границі зерен. Це залишкова β -Ti-фаза, тобто первинна тверда упорядкована при кристалізації фаза (приблизно 5...7 мас. %).

Крім того, на рис. 2, г детально показаний збільшений локальний фрагмент площі (біла рамка на рис. 2, в). Ця область складається з ламелів γ -TiAl (сірий) і α_2 -Ti₃Al (чорний) різної товщини,

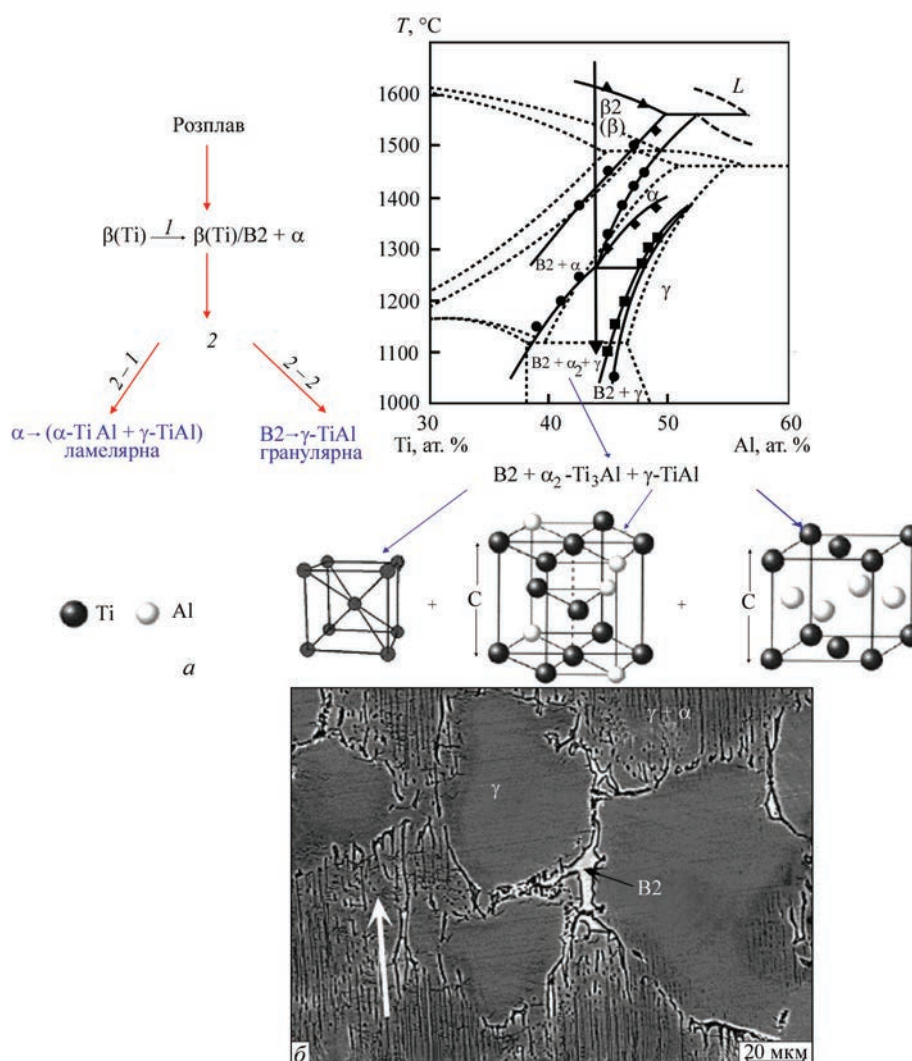


Рис. 3. Модель фазових трансформацій сплаву $\text{Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr}$, що відбуваються в процесі ІБЗП: а — псевдобінарна діаграма сплаву $\text{Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr}$; б — трифазна структура сплаву



Рис. 4. Зразок для випробувань на розтяг після ІБЗП [14]

які чергуються. Всі значення товщини лежать у субмікронному діапазоні. Об'ємні ламелі γ -TiAl товщиною 400...800 нм переважають в пластинчастій субструктурі. Можна відзначити також, що фаза α_2 -Ti₃Al в сплаві після ІБЗП міститься виключно в пластинчастому стані, а характерна товщина α_2 -ламелів становить 100...200 нм.

На рис. 3 змодельований процес фазових трансформацій та його зв'язок зі псевдобінарною діаграмою.

На цьому ж рисунку наведена псевдобінарна діаграма системи TiAl (Nb, Cr, Zr) [15], яка була розрахована за допомогою пакета ThermoCalc. Пунктиром показана реперна діаграма Ti–Al,

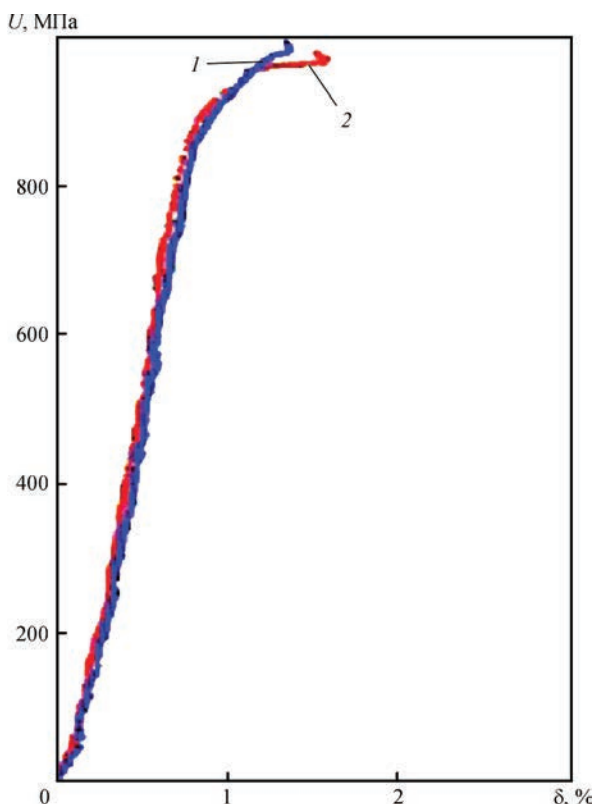


Рис. 5. Криві одноосової деформації на розтягнення в осьовому напрямку зливка після ІБЗП [14]: 1 — зразок 1; 2 — 2

стрілкою — шлях фазових трансформацій сплаву Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr.

Як видно з рис. 3, структура сплаву після ІБЗП трифазна: ділянки $(\gamma+\alpha_2)$; γ -зерна, які перемежені незначною міжкристалітною фракцією B2(β -Ti)-фази. Міжгранулярний прошарок β -Ti (B2-фази) видно дуже добре. Біла стрілка показує напрямок кристалізації сплаву при ІБЗП. Структура сплаву: ламельна і γ -гранулярна складові та зовсім мала залишкова частка B2 [14].

Механізми фазових трансформацій, які відбуваються в процесі зонної плавки, можуть пояснити спільне утворення γ -гранульованих і $(\gamma+\alpha_2)$ -ламелярних фракцій, що співіснують із залишковою, але впорядкованою B2-фазою [14]. Реакція (2–1) починається всередині α -гранул, що призводить до утворення основних ламелярних колоній в межах кожного перетвореного α -зерна. Оскільки B2 розташована уздовж цих границь, часткове протікання реакції (2–2) призводить до утворення (B2+ γ) шов-подібних прошарків між колоній $(\gamma+\alpha_2)$ -фази. Отже, відношення вмісту фаз $(\gamma+\alpha_2)/\gamma$ /B2 можна контролювати в деяких межах.

Механічні властивості. Відомо, що в залежності від умов експлуатації виробів матеріал, з якого вони виготовлені, повинен мати певний комплекс механічних властивостей.

Стабільність механічних властивостей є одною з основних вимог, що пред'являються до титанових сплавів, які використовуються для виготовлення виробів відповідального призначення [1].

Проведення випробувань сплаву на розтягнення (розривання) ускладнюється із-за малих розмірів зливок, які отримані в установці ІБЗП, і труднощів їх механічної обробки [2]. Із зливка, що отриманий способом ІБЗП, можна виготовити дві проби. На рис. 4 приведена фотографія зразка для випробувань на розтяг.

На рис. 5 наведені криві деформації двох зразків, з яких (табл. 2) визначено усереднені показники міцності сплаву на розтягнення $\sigma_{0,2}$ і $\sigma_{\max}$, а також значення відносного подовження зразка на розрив (δ). Отримані наступні результати: $\sigma_{0,2} = 837$ МПа, $\sigma_{\max} = 983$ МПа, $\delta = 1,45$ % [14].

Випробування зразків на розтягнення показало, що подовження (δ) зразків після ІБЗП дорівнює 1,45 %. Причому таке значення досягається при одностадійній обробці. Необхідно відзначити, що якщо порівняти з такими ж даними для класичного TNM сплаву Ti–43,5Al–4Nb–1Mo–0,1B, який в даний час використовується в двигуні PW1100GTM, то воно становить 1 % і є необхідною величиною для застосування γ -TiAl в лопатках. Значення $\delta = 1,16$ %, досягається після додаткових багатоступеневих циклічних високотемпературних обро-

Таблиця 2. Механічні властивості сплаву Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr після ІБЗП, що отримані при аналізі двох кривих подовжньої деформації зливка на розтягнення

Зразок	Межа плинності ($\sigma_{0,2}$), МПа	Межа міцності ($\sigma_{\max}$), МПа	Максимальне відносне подовження (δ), %
1	855	990	1,3
2	820	975	1,5
Середнє значення	837	983	1,45

бок, а $\delta = 1,2\%$ — для того ж сплаву TNM після екструзії, кування і двоступеневої термообробки.

Не дивлячись на те, що була випробувана тільки одна невелика партія зразків, можна зробити висновок, що досліджуваний матеріал після зонної перекристалізації має високі показники на розтягнення. За рівнем отриманих характеристик спосіб ІБЗП не поступається ГП.

З цього порівняння можна припустити, що ІБЗП може замінити складні багатоступінчасті термічні обробки або ГП литих β -стабілізованих інтерметалідних сплавів.

Критичними параметрами, які найбільш часто зустрічаються при експлуатації авіаційних двигунів, є навантаження в умовах високих температур. Тому механічні властивості матеріалу при високих температурах і їх стабільність є одним з основних вимог, що пред'являються при виготовленні виробів відповідального призначення.

Високотемпературні дослідження були проведені з використанням дилатометра для загартування DIL 805A/D з можливістю деформації зразка в режимі напруги (рис. 6). Випробування на стиск при температурі 750...1050 °C проводили в вакуумі 10^{-7} бар. Пристрій працював під дією статичних навантажень від 1 до 700 МПа.

Результати високотемпературних випробувань наведені в табл. 3. Для порівняння в таблиці приведені високотемпературні властивості вихідного інтерметалідного сплаву.

Аналізуючи табл. 3, можна зробити висновки, що ІБЗП зі швидкістю 150 мм/год призвела до іс-

Таблиця 3. Параметри високотемпературної деформації

Температура випробувань, °C	Параметри деформації					
	Швидкість повзучості при навантаженні 200 МПа, %/хв		Межа плинності ($\sigma_{0,2}$), МПа		Межа міцності ($\sigma_{\max}$), МПа	
	Вихідний сплав	Після ІБЗП	Вихідний сплав	Після ІБЗП	Вихідний сплав	Після ІБЗП
850	0,0003	0,0000	480	610	530	630
900	0,0009	->-	370	550	400	570
950	0,0025	->-	275	470	330	480
1000	0,0075	0,0012	260	430	250	430
1050	руйнування	0,0087	150	340	165	370

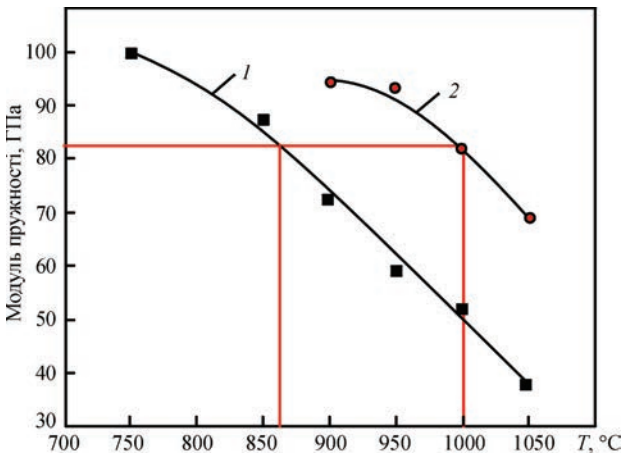


Рис. 6. Залежність модуля пружності вихідного (1) та після ІБЗП (2) сплавів від температури

тотного поліпшення деформування в порівнянні з вихідним матеріалом, а також з результатами випробувань вихідного матеріалу при 850 °C (робоча температура ГТД).

Спостерігається також значне збільшення межі плинності ($\sigma_{0,2}$) у зразків після ІБЗП в порівнянні з цим же показником вихідного матеріалу. Так, при температурі 950 °C $\sigma_{0,2}$ зростає в 1,7 рази.

Результати вимірів швидкості повзучості при навантаженні 200 МПа показують, що перші ознаки повзучості для зразків після ІБЗП з'являються тільки при 950 °C (рис. 6).

На рис. 6 показана залежність модуля пружності від температури. На зразках, які були переплавлені способом ІБЗП, значення високотемпературної пружності зростають у 1,5 рази у порівнянні з вихідним матеріалом при температурі 950 °C, що дуже важливо для роботи авіаційних двигунів.

Можна зробити висновки, що сплав, який був переплавлений способом ІБЗП, має однаковий рівень параметрів деформування при температурах на 100...150 °C вищих у порівнянні з вихідним матеріалом.

Таким чином, верхня температурна межа застосування сплаву Ti–44Al–5Nb–3Cr–1,5Zr може бути збільшена з 750...800 до 900...950 °C.

В результаті проведених досліджень встановлено, що впорядкована мікроструктура з оптимі-

зованим $(\gamma+\alpha_2)/\gamma/B2$ об'ємним співвідношенням має більш збалансовані фізико-механічні властивості у порівнянні з вихідним матеріалом. Згідно висновків [15] ламельна матриця (рис. 2, з) відповідає за поліпшення міцності і повзучості, особливо при осьовому навантаженні. У той же час пластичність існує завдяки вбудованим прошаркам, що складаються з γ -зерен та пластичної B2-фази (рис. 3), за рахунок обмеженої рухливості γ -гранул в оточенні прошарків B2-фази, але такі прошарки сприяють релаксації напружень в основній пластинчастій структурі, тим самим підвищуючи високотемпературний поріг її руйнування (розтріскування по границях ламелів).

Висновки

1. Дослідження процесів структуроутворення і фазових трансформацій показали, що застосування безтигельної зонної плавки приводить до створення впорядкованої мікроструктури, яка складається переважно з об'ємно ламелярних колоній $(\gamma+\alpha_2)$ -фаз, розділених малими шовними γ -гранульованими прошарками і дрібними міжкристалічними прошарками стабілізованої фази β -(Ti)/B2.

2. Орієнтована дуплексна мікроструктура зразків сплаву Ti-44Al-5Nb-3Cr-1,5Zr (ат. %) істотно покращує як високотемпературні механічні властивості, так і низькотемпературну пластичність матеріалу. Результати випробувань зразків на розтягнення при кімнатній температурі показали, що подовження (δ) зразків після індукційної безтигельної зонної плавки дорівнює 1,45 %.

3. Сплав має підвищені експлуатаційні характеристики при навантаженні до температур 900...950 °C. При 950 °C межа текучості дорівнює 470 МПа, що в 1,7 рази більше в порівнянні з цим же показником вихідного матеріалу; модуль пружності — 95 ГПа при нульовій швидкості повзучості під навантаженням 200 МПа, яке досягається під дією газового потоку в ГТД останнього покоління.

4. Суттєве підвищення модуля пружності в 1,5 рази можливо обумовлене анізотропією модуля Юнга. Крім того очевидно, що температурна залежність межі плинності по суті визначається температурною залежністю модуля пружності.

5. Підвищення температури початку деформації у порівнянні із вихідним станом приблизно на 150 °C свідчить про те, що спрямована кристалізація сприяє як підвищенню пластичності, так і жароміцності.

6. На основі комплексу досліджень структурного стану і механічних властивостей сплаву γ -TiAl (Nb, Cr, Zr) після індукційної безтигельної зонної плавки можна зробити висновок, що у результаті

розробленого технологічного процесу його верхня температурна межа застосовності може бути збільшена з 750...800 до 900...950 °C.

Список літератури

1. Fritz Appel, Jonathan David Heaton Paul, Michael Oehring John (2011) *Gamma titanium aluminide alloys: Science and technology*. Wiley & Sons.
2. Kartavykh A.V., Asnis E.A., Piskun N.V. et al. (2015) Microstructure and mechanical properties control of γ -TiAl(Nb, Cr, Zr) intermetallic alloy by induction float zone processing. *J. Alloys Compd.*, **643**, 182–186.
3. Ильин А.А., Колачев Б.А., Полькин И.С. (2009) *Титановые сплавы. Состав, структура, свойства*: Справочник. Москва, ВИС-МАТИ.
4. Ночовная Н.А., Панин П.В., Алексеев Е.Б., Новак А.В. (2015) Закономерности формирования структурно-фазового состояния сплавов на основе орто- и гамма-алюминидов титана в процессе термомеханической обработки. *Вестник РФФИ*, **85**(1), 18–26.
5. Clemens H, Mayer S. (2013) Design, processing, microstructure, properties, and applications of advanced intermetallic TiAl alloys. *Advanced Engineering Materials*, **15**, 191–215.
6. Деменюк А.О., Ганеев А.А., Деменюк О.Б. и др. (2014) Выбор легирующих элементов для сплавов на основе алюминидов титана. *Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия»*, **3**, 95–102.
7. Kartavykh A.V., Tcherdyntsev V.V., Gorshenkov M.V. et al. (2013) Tailored microstructure creation of TiAl-based refractory alloys within VGF solidification. *Materials Chemistry and Physics*, **141**, 643–650.
8. Поварова К.Б., Банных О.А. (1999) Принципы создания конструкционных сплавов на основе интерметаллидов. Ч. I. *Материаловедение*, **2**, 27–33.
9. Поварова К.Б., Антонова А.В., Казанская Н.К. (2004) Закономерности взаимодействия алюминидов титана с легирующими элементами и фазами внедрения — основа выбора термически стабильных сплавов и композитов. *Перспективные материалы*, **5**, 5–15.
10. Toshimitsu Tetsui. (2002) Development of a TiAl turbocharger for passenger vehicles. *Materials Science and Engineering: A*, **329–331**, 582–588. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01584-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01584-2).
11. Аснис Е.А., Пискун Н.В., Статкевич М.И. и др. (2017) Регулирование структуры и фазового состава алюминидов титана, полученных зонной плавкой. *Доповіді Національної академії наук України*, **6**, 36–44.
12. Kartavykh A.V., Tcherdyntsev V.V., Gorshenkov M.V. et al. (2013) Tailored microstructure creation of TiAl-based refractory alloys within VGF solidification. *Materials Chemistry and Physics*, **141**(2–3), 643–650.
13. Ганина С.М., Гинкин В.П., Чернов К.Г. (2014) Математическая модель тепломассопереноса при бестигельной зонной плавке интерметаллидов TiAl. *Вопросы атомной науки и техники (ВАНТ). Сер. Математическое моделирование физических процессов*, **4**, 35–43.
14. Kartavykh A.V., Asnis E.A., Piskun N.V. et al. (2017) Room-temperature tensile properties of float-zone processed β -stabilized γ -TiAl (Nb, Cr, Zr) intermetallic. *J. Materials Letters*, **188**, 88–91.
15. Лобанов Л.М., Аснис Е.А., Пискун Н.В., Статкевич И.И. (2018) Улучшение структуры и механических характеристик конструкционных интерметаллидов системы титан-алюминий при направленной кристаллизации. *Доповіді Національної академії наук України*, **12**, 51–60.

References

1. Fritz Appel, Jonathan David Heaton Paul, Michael Oehring John (2011) *Gamma titanium aluminide alloys: Science and technology*. Wiley & Sons.
2. Kartavykh, A.V., Asnis, E.A., Piskun N.V. et al. (2015) Microstructure and mechanical properties control of γ -TiAl(Nb, Cr, Zr) intermetallic alloy by induction float zone processing. *J. Alloys Compd.*, **643**, 182–186.
3. Ilin, A.A., Kolachev, B.A., Polkin, I.S. (2009) *Titanium alloys. Composition, structure, properties*: Refer. Book. Moscow, VILS-MATI [in Russian].
4. Nochovnaya, N.A., Panin, P.V., Alekseev, E.B., Novak, A.V. (2015) Structure-phase composition regularities in titanium alloys based on ortho and gamma aluminides upon thermo-mechanical treatment thereof. *Vestnik RFFI*, **85**(1), 18–26 [in Russian].
5. Clemens, H., Mayer, S. (2013) Design, processing, microstructure, properties, and applications of advanced intermetallic TiAl alloys. *Advanced Engineering Materials*, **15**, 191–215.
6. Demenyuk, A.O., Ganeev, A.A., Demenyuk, O.B. et al. (2014) Selection of alloying elements for alloys based on titanium aluminides, *Vestnik YuUrGY. Seriya Metallurgiya*, **3**, 95–102 [in Russian].
7. Kartavykh, A.V., Tcherdyntsev, V.V., Gorshenkov, M.V. et al. (2013) Tailored microstructure creation of TiAl-based refractory alloys within VGF solidification. *Materials Chemistry and Physics*, **141**, 643–650.
8. Povarova, K.B., Bannykh, O.A. (1999) Principles of development of structural alloys based on intermetallics. Pt 1. *Materialovedenie*, **2**, 27–33 [in Russian].
9. Povarova, K.B., Antonova, A.V., Kazanskaya, N.K. (2004) Regularities of interaction between titanium aluminides and alloying elements and interstitial phases as the base of selection of thermally stable alloys and composites. *Perspektivnye Materialy*, **5**, 5–15 [in Russian].
10. Toshimitsu Tetsui (2002) Development of a TiAl turbocharger for passenger vehicles. *Mater. Sci. and Engin.: A*, **329–331**, 582–588. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01584-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01584-2).
11. Asnis, E.A., Piskun, N.V., Statkevich, M.I. et al. (2017) Regulation of structure and phase composition of titanium aluminides produced by zone melting. *Dopovidi NANU*, **6**, 36–44 [in Russian].
12. Kartavykh, A.V., Tcherdyntsev, V.V., Gorshenkov, M.V. et al. (2013) Tailored microstructure creation of TiAl-based refractory alloys within VGF solidification. *Materials Chemistry and Physics*, **141**(2–3), 643–650.
13. Ganina, S.M., Ginkin, V.P., Chernov, K.G. (2014) Mathematical model of heat and mass transfer during crucibleless melting of TiAl intermetallics. *VANT. Seriya Matematicheskoe Modelirovanie Fizicheskikh Protsessov*, **4**, 35–43 [in Russian].
14. Kartavykh, A.V., Asnis, E.A., Piskun, N.V. et al. (2017) Room-temperature tensile properties of float-zone processed β -stabilized γ -TiAl (Nb, Cr, Zr) intermetallic. *J. Materials Letters*, **188**, 88–91.
15. Lobanov, L.M., Asnis, E.A., Piskun, N.V., Statkevich, I.I. (2018) Improvement of structure and mechanical characteristics of structural intermetallics of titanium-aluminium system at directed crystallization. *Dopovidi NANU*, **12**, 51–60 [in Russian].

THE PROCESSES OF STRUCTURE FORMATION DURING DIRECTIONAL CRYSTALLIZATION OF HEAT-RESISTANT INTERMETALLIC ALLOY OF TiAl SYSTEM AND THEIR INFLUENCE ON INCREASE OF MATERIAL PLASTICITY

N.V. Piskun

E.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine.

11 Kazymyr Malevych Str., 03150, Kyiv, Ukraine. E-mail: office@paton.kiev.ua

The paper presents the results of studying the processes of structure formation in a heat-resistant intermetallic alloy of titanium-aluminium system at directional crystallization by the method of induction crucibleless zone melting and their influence on the mechanical properties. Advantages of directional crystallization of the intermetallic alloy by the method of crucibleless zone melting over other processing methods were determined. It is shown that application of this method allows obtaining the optimal structure and properties of the ingot without application of gasostatic isothermal pressing or multistep heat treatments. The principles and purposes of microalloying of TiAl system (Nb, Zr, Cr) and mechanism of the influence of each alloying element on the alloy properties have been analyzed. The processes of structure formation were studied and features were determined of phase transformations of Ti-44Al-5Nb-3Cr-1.5Zr alloy, taking place during induction crucibleless zone melting. It was proved that the developed technological process of induction crucibleless zone melting of β -stabilized intermetallic Ti-44Al-5Nb-3Cr-1.5Zr alloy ensures directional crystallization, refinement of the intermetallic grain size and allows controlling the ingot structure. The optimum phase balance, submicron interlamellar spacing and predominant orientation of the lamels along the temperature gradient are controlled by melting process parameters. Results of mechanical testing at room and high temperatures are given. These results are compared with the results of initial material testing and their compliance with the requirements for industrial application of such alloys in aircraft industry is demonstrated. It is shown that application of directional solidification at induction crucibleless zone melting promotes formation of a specific microstructure that has a positive effect both on plasticity and heat-resistance of the material, and leads to an essential increase of the modulus of elasticity. Ref. 15, Tabl. 3, Fig. 6.

Key words: intermetallics; crucibleless zone melting; directional crystallization; structure; mechanical characteristics; modulus of elasticity; elongation

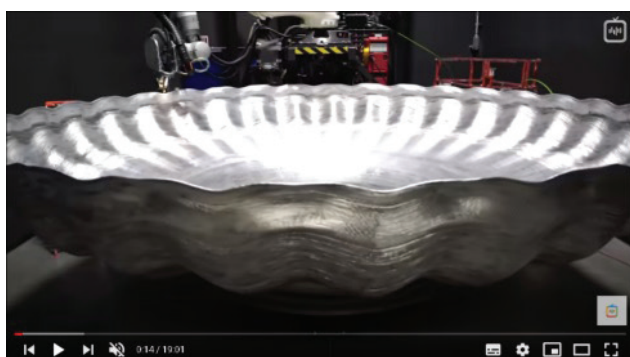
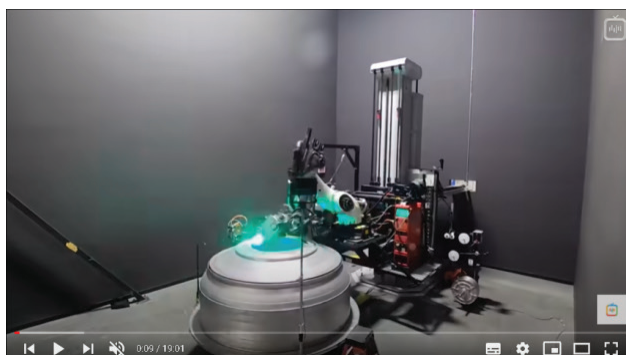
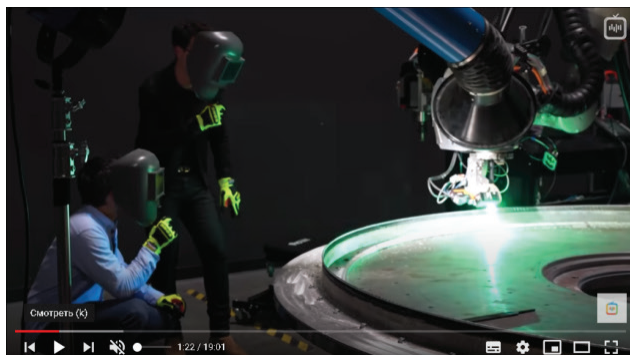
Надійшла до редакції 01.07.2021

3D-ДРУК КОСМІЧНИХ РАКЕТ

(чи відбудеться руйнування традиційної космічної промисловості?)

Компанія «Relativity Space» (США) розробила технологію та обладнання для 3D-друку корпусу та паливних баків космічних ракет. Ракета висотою 30 м друкується за 60 днів. Використовується гібридна зварювальна технологія «дуга + лазер», швидкість

друку 25,4 см/с, матеріал для друку – алюміній. Всі розміри при друці витримуються з точністю за волосину людини (до 0,1 мм). Шорсткість збільшує масу на 5...10 %, але вона не впливає на аеродинамічні властивості корпусу ракети.



<https://m.youtube.com/watch?v=6d-Rhi5kRyw&feature=youtu.be>

МІЖНАРОДНА КОНФЕРЕНЦІЯ «НАНОМАТЕРІАЛИ: ЗАСТОСУВАННЯ ТА ВЛАСТИВОСТІ»

З 5 по 11 вересня 2021 р. у місті Одеса у Gagarinn Hotel пройшла 11-а Міжнародна конференція «Наноматеріали: застосування та властивості» (Nanomaterials: Applications & Properties) (NAP-2021) під керівництвом всесвітньо відомих фахівців в галузі наноматеріалознавства Олександра Погребняка (Україна) та Валентина Новосада (США).

Конференція NAP-2021 була присвячена актуальнішим аспектам сучасного матеріалознавства нанорозмірних матеріалів. Хоча наука о наноматеріалах швидко розвивається та значною мірою перетворює майже всі аспекти нашого повсякденного життя, все ще залишається багато напрямків дослідження та використання наноматеріалів. Від електроніки та суперкомп'ютерів малої потужності до сучасних ліків та персоналізованої медицини, від нових галузей промислового застосування та відновлюваної енергетики до передових технологій транспортування та отримання чистого повітря.

Організаторами конференції були всесвітньо відомі міжнародні наукові організації: IEEE — найбільша у світі науково-технічна професійна організація, діяльність якої присвячена просуванню новітніх технологій, факультет електроніки та інформаційних технологій Сумського державного університету. Інформаційну, технічну та фінансову підтримку конференції було надано Angstrom Engineering Inc. (Канада), Anton Paar GmbH (Німеччина), ATLANT 3D Nanosystems (Данія), ZEISS (Німеччина), BioUkraine (Україна) та ін. У роботі конференції прийняли участь фахівці з 37 країн світу. Було заслухано 120 доповідей по 14 секціям (тенденції та досягнення у фізиці та хімії наноматеріалів; магнітні матеріали та явища; спінові хвилі і магнітоніка; нанобіота, наномедицина; синтез наноматеріалів та нанокompatитів; тонкі плівки та покриття; наномагнетики; надпровідність і магнетизм; нанорозмірне зображення; транспортні властивості; нано- та мікровиробництво; наноматеріали для застосування в енергетиці; магнітні наночастинки; каталіз та наноматеріали; міждисциплінарні та інші теми), представлено біля 100 постерних докладів та 80 докладів у режимі онлайн (zoom). Робоча мова конференції англійська.

Пленарні доклади були проведені всесвітньо відомими фахівцями у галузі матеріалознавства наноматеріалів: професором Yury Gogotsi, Drexel University (USA) «ColorsofMXenes — Optical Properties and Optoelectronic Applications of 2D Carbidesand Nitrides»; професором Shaowei Chen, University of California, Santa Cruz (USA) «Metal/



Carbon Nanocomposite Catalysts for Electrochemical Energy Technologies»; Laura H., Greene National High Magnetic Field Laboratory — Tallahassee (USA) «The Dark Energy of Quantum Materials»; Bingqing Wei University of Delaware (USA) «Super-semiconductor: An Intriguing Conducting Material».

Запрошені спікери представляли майже всі світові центри дослідження наноматеріалів: Bachelary, Mikhael Institut Europé end es Membranes (France) «Bionanomaterials: Design, Propertiesand Applications», Garcia-Martin, Jose-Miguel Instituto deMicro y Nanotecnologia — CSIC (Spain) «Magnetic Force Microscopy of Advanced Materials and Nanostructures», Ichianagi, Yuko Yokohama National University (Japan) «Magnetic Relaxationof PEG Modified Ni-ferrite Nanoparticles», Mantovani, Diego Laval University (Canada) «Nanomaterials and Nanocoatings for the Next Generation of Health and Regenerative Medicine» та багато інших дослідників.

Українські спікери Максим Погорелов «Possible Autocatalytic Reduction of Resazurin by MXenes with Cultured Cells» (СумДУ, Суми), Володимир Голуб «Magnetic Anisotropy of Nanotwinned Martensite in Magnetic Shape Memory Alloys» (Інститут магнетизму НАНУ, Київ), Володимир Іващенко «Structure and Properties of Interfacesin the Nanocomposites and Multilayers Based on Transition Metal Compounds» (ІПМ, Київ), Максим Стріха «Fundamental Constraints for the Length of the MOSFET Conduction Channel Based on the Realistic form of the Potential Barrier» (Національний університет ім. Т.Г. Шевченка, Київ) та інші представили основні тенденції у отриманні, дослідженні, використанні та впровадженні наноматеріалів у сучасних технологіях.

Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України був представлений на конференції доповідями:



Олена Берднікова, Валерій Костін «Structure features of surface layers in structural steel after laser-plasma alloying with 48(WC–W₂C) + 48Cr + 4Al powder»; Аліна Ващук, Максим Юрженко «Chemical Welding of Novel Epoxy Nanocomposites»; Роман Колісник, Максим Юрженко «Coatings for Improving Adhesion between Metal Mesh Heating Element and Polymer in Electrofusion Welding of Thermoplastics»; Ольга Мосійчок, Максим Юрженко «PLA Composites Filled with Ag Nanoparticles for 3D Printing of Products with Functional Properties»; Максим Ковальчук, Максим Юрженко, Ольга Мосійчок «Innovative Way of Joining of Dissimilar Materials».

У рамках конференції NAP-2021 було проведено ряд соціальних заходів: «Meet the Experts», «IEEE Young Professionals & Students»; «IEEE Women in Science & Engineering» та ряд інших.

У заключній промові Олександр Погребняк подякував учасникам конференції, що вони в сучасних умовах знайшли час і можливість взяти участь у конференції NAP-2021, та висловив думку, що конференція стала чудовою міжнародною платформою для привабливого та неформального обміну думками, новими ідеями та технологічними рішеннями, надала можливості для зміцнення існуючої співпраці та стимулювання нових партнерських відносин, тим самим прискорюючи застосування нанотехнологій для вирішення найгостріших наукових та суспільних потреб людства.

Матеріали конференції NAP-2021 будуть опубліковані на сайті IEEE XploreDigitalLibrary <https://ieeexplore.ieee.org/Xplore/home.jsp>.

*Валерій Костін,
Олена Берднікова*

Передплата 2022

Журнали	Вартість передплати на друковані версії журналів*, грн.			
	місяць	квартал	півроку	рік
«Автоматичне зварювання», видається з 1948 р., 12 випусків на рік. ISSN 0005-111X. Передплатний індекс 70031.	240	720	1440	2880
«Сучасна електрометалургія», видається з 1985 р., 4 випуски на рік. ISSN 2415-8445. Передплатний індекс 70693.	–	240	480	960
«Технічна діагностика та неруйнівний контроль», видається з 1989 р., 4 випуски на рік. ISSN 0235-3474. Передплатний індекс 74475.	–	240	480	960
«The Paton Welding Journal»**, видається з 2000 р., 12 випусків на рік. ISSN 0957-798X. Передплатний індекс 21971.	520	1560	3120	6240

*Вартість з урахуванням доставки рекомендованою бандероллю.

** Журнал «The Paton Welding Journal» містить статті, отримані від авторів з усього світу і вибірково переклади на англійську мову статей з журналів «Автоматичне зварювання», «Сучасна електрометалургія», «Технічна діагностика та неруйнівний контроль».

Передплату на журнали можна оформити по каталогах передплатних агентцій «УКРПОШТА», «Преса», «Прес Центр», «АС Медіа» та у видавництві. Передплата через видавництво з любого місяця на любой термін, в т.ч. на попередні періоди та окремі статті, починаючи з першого року видання.

Передплата на електронну версію журналів.

Вартість передплати на електронну версію журналів дорівнює вартості передплати на друковану версію. Випуски журналу надсилаються електронною поштою у форматі pdf або для IP-адреси комп'ютера передплатника надається доступ до відповідних архівів журналу.

Передплата через сайт видавництва:

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/as/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/sem/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/ukr/journals/tdnk/subscription>

<https://patonpublishinghouse.com/eng/journals/tpwj/subscription>

На сайті видавництва у 2022 р. доступні для вільного копіювання випуски журналів з 2007 по 2020 рр.