

ВЫПЛАВКА СПЛАВА КТЦ-110 В ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ГАРНИСАЖНОЙ УСТАНОВКЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПУШКИ ВЫСОКОВОЛЬТНОГО ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА

С.Д. Лавриненко, С.В. Ладохин, Н.Н. Пилипенко, П.Н. Вьюгов,
Т.В. Лапушук*, А.А. Дробышевская, В.Д. Вирич, Н.П. Вьюгов, И.Г. Танцюра*
*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*
E-mail: pvjugov@kipt.kharkov.ua;

**Физико-технологический институт металлов и сплавов НАНУ, Киев, Украина*

Представлены результаты выплавки слитков сплава Zr1Nb на основе кальциетермического циркония с применением электронной газоразрядной пушки ПЭГ-300. Исследован химический состав слитков, макро- и микроструктуры, твёрдость и микротвёрдость. Обсуждаются условия применения электромагнитного перемешивания расплава при выплавке слитков сплавов циркония. Даны рекомендации по применению электронной газоразрядной пушки и системы электромагнитного перемешивания при выплавке слитков.

В мире существуют три технологии получения циркония: магнезиетермическая, электролитическая и кальциетермическая [1-4]. В настоящее время все западные фирмы получают цирконий по магнезиетермической технологии. В России же цирконий получают по электролитической технологии. Получаемый цирконий по качеству не уступает магнезиетермическому. Но поскольку в мире дорожает электроэнергия, то и получаемый цирконий становится дороже. Поэтому в России также ведутся работы по переходу на магнезиетермическую технологию.

В Украине ранее использовали кальциетермическую технологию, которая позволяла получать цирконий с содержанием кислорода ~ 0,1 мас. %.

В настоящее время ведутся работы по замене кальциетермической технологии на магнезиетермическую. Это объясняется разными причинами, одна из которых отсутствие в Украине производства чистого кальция как восстановителя тетрафорида циркония. Поскольку цирконий является очень активным металлом, то в процессе восстановления все примеси, находящиеся в тетрафорида циркония и кальция, переходят в цирконий. Получаемая циркониевая губка в процессе магнезиетермического восстановления хлорида циркония, хотя и подвергается высокотемпературному отжигу, но содержит некоторое количество магния и других примесей, которые могут оказывать отрицательное влияние на сплавы циркония, получаемые из губки.

Цирконий и его сплавы обладают в отличие от других конструкционных материалов (черных и нержавеющей сталей, цветных металлов) рядом важных особенностей. Это, прежде всего, способностью к активному поглощению газов – кислорода, азота и водорода. Кроме того, цирконий чувствителен к примесям внедрения, таких как кислород, азот, углерод, а также ко многим металлическим примесям. Указанные примеси являются не только сопутствующими в технологических процессах получения металлов и сплавов, но и постоянно сопровождающим окружением в технологии получения изделий

из сплавов, особенно таких ответственных, как трубы для тепловыделяющих элементов.

Активное растворение газов (кислорода и азота) и образование интерметаллических соединений при получении сплавов ведут к резкому упрочнению металла и могут приводить к равномерному или локальному понижению коррозионной стойкости. Все эти вопросы были и есть постоянным предметом исследований, начиная от первых периодов использования циркония, как реакторного материала и актуальны в настоящее время [5-9].

Ввиду сложности оценки влияния примесей в циркониевых сплавах на последующие рабочие характеристики, проблему решают, прежде всего, путем разработки технологий и использования металлов высокой чистоты как базы для создания сплавов.

Заключительная стадия получения слитков сплавов циркония – двойная или тройная вакуумно-дуговая плавка, в результате чего достигается равномерное распределение легирующих элементов и примесей по всему (диаметру и высоте) слитка.

В настоящее время широкое применение приобрела электронно-лучевая плавка [10]. Она применяется для рафинирования металлов, получения слитков тугоплавких металлов и сплавов на их основе, а также для переплава титановой губки.

Цель данной работы – выплавка слитков сплава на основе кальциетермического циркония методом электронно-лучевой плавки пушкой с высоковольтным тлеющим разрядом (ВТР) и холодным катодом и сравнение свойств полученных сплавов со свойствами сплавов, полученных методом вакуумно-дуговой плавки.

При выполнении работы использовалось технологическое оборудование ФТИМС НАН Украины: установка на базе печи ХЭЛП-1, пушка ВТР с холодным катодом, загрузочное устройство для подачи шихты в тигель, гарнисажный тигель с системой электромагнитного перемешивания (ЭМП), кристаллизатор с системой ЭМП.

Установка электронно-лучевой плавки на базе печи ХЭЛП-1. Сплавы выплавлялись на установке, принципиальная схема которой показана на рис. 1. Тигель оснащен системой электромагнитного перемешивания расплава, имеет в донной части отверстие для слива жидкого металла. Тигель для приема слитого металла также оснащен системой ЭМП, которая включается по мере необходимости.

Установка электронно-лучевой плавки создана на базе печи ХЭЛП и размещена на технологическом участке ФТИМС НАН Украины. В принципе она представляет собой плавильный агрегат многоцелевого назначения. Анализ возможных вариантов ее конструктивного исполнения и примеры технологического использования приведены в [10].

Характеристики установки, используемой в настоящей работе, и ее технические данные приведены в табл. 1.

Установка состоит из плавильной и литейной камер, загрузочного устройства, вакуумной системы на базе бустерного насоса НВБМ-5.

Внутри плавильной камеры размещены тигель с системой ЭМП и загрузочное устройство с толкателем и желобом, по которому шихтовые материалы поступают в тигель. На камере установлены электронно-лучевая пушка ВТР, блок управления лучом, устройство подачи в пушку рабочего газа и две смотровые системы. В литейной камере располагаются

литейные формы, водоохлаждаемый кристаллизатор с системой ЭМП, центробежное устройство с медной формой для литья трубных заготовок. Использование той или иной формы определяется решаемой технологической задачей.

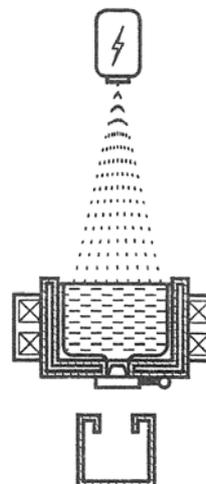


Рис. 1. Принципиальная схема электронно-лучевой тигельной плавки. Плавка в тигель со сливным отверстием в днище и с системой ЭМП расплава

Технические характеристики установки на базе печи ХЭЛП-1

Таблица 1

Наименование характеристики, единица измерения	Показатели
Объем плавильной камеры, м ³	1,7
Максимальная мощность нагрева, кВт	180
Ускоряющее напряжение, кВ	30
Рабочее давление в плавильной камере, Па	0,13...1,3
Шихта	Кусковая или расходуемая заготовка
Тип плавильного тигля	Гарнисажный с системой ЭМП
Максимальная масса расплава (по Zr), кг	30
Способ получения отливок	Стационарное и центробежное литье
Режим работы	Периодический
Количество плавков без разгерметизации установки	1
Габариты (длина × ширина × высота)	4,5 × 3,0 × 4,2

При проведении опытных плавков использовалась электронная газоразрядная пушка ПЭГ-300, разработанная ФТИМС НАН Украины. Основные показатели пушки: мощность – 300 кВт; анодное напряжение – 30 кВ; расход газа (водорода) – 6 л/мин; расход охлаждающей воды – 0,5 м³/ч. Пушка была опробована не только в институте, но и в промышленных условиях на некоторых предприятиях. Конструкция пушки является оригинальной разработкой и защищена патентами Украины [11-14]. Отметим, что во ФТИМС разработана еще одна оригинальная конструкция пушки ВТР, которая отличается тем, что ее лучевод выполнен в виде колена [14]. Эта пушка предназначена для плавки весьма газонасыщенных материалов (например, губчатых).

Использование загрузочного устройства для подачи шихты в тигель необходимо для того, чтобы в

ходе проведения опытных плавков возникала потребность в дополнительной подаче переплавляемых материалов в тигель, поскольку в ряде случаев не удается разместить в тигле всю массу садки.

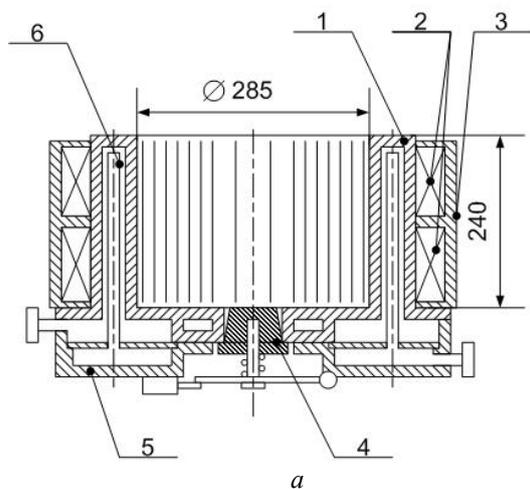
Это особенно характерно для плавки алюмотермического ниобия, когда введение в тигель сразу всей садки не позволяет провести ее расплавление. Загрузочное устройство, используемое в настоящий момент на установке, выполнено в виде желоба с толкателем.

Желоб сделан из меди и разрабатывался с таким расчетом, чтобы на нем можно было осуществлять прогрев подаваемой на переплав шихты электронным лучом.

Для проведения экспериментальных плавков и получения литых заготовок был использован гарнисажный тигель, оснащенный системой ЭМП. Схема и общий вид тигля показаны на рис. 2. Тигель имеет

следующие размеры рабочего пространства: диаметр – 285 мм, высота – 240 мм. Слив расплава осуществляется через отверстие в днище.

Тигель состоит из медного разрезного стакана, в теле которого имеются 24 разреза и каналы охлаждения. Подающий и сливной коллекторы объединены и конструктивно выполнены в виде фланца с двумя полостями для подачи и слива воды. Вода поступает в вертикальный канал охлаждения диаметром 15 мм, обратно возвращается по трубке диаметром 10 мм в сливной коллектор. Система ЭМП состоит из магнитной системы, включающей магнитопровод, собранный из трансформаторного железа, и двух индукторов, выполненных из медной профилированной трубки диаметром 12 мм по 9 витков в каждом. Питание системы ЭМП осуществляется через понижающий трансформатор частотой 50 Гц и напряжением 15...24 В (ток 500...1200 А).



Дно тигля выполнено из меди в виде фланца, в центре которого имеется отверстие диаметром 90 мм; диаметр отверстия выбран с учетом возможности проведения электронного луча к прибыльной части формы. Дно тигля имеет самостоятельную систему охлаждения.

Для получения заготовок с равноосной и мелкозернистой структурой был изготовлен разрезной кристаллизатор с системой ЭМП. Кристаллизатор выполнен из меди в виде цилиндрической емкости диаметром 156 мм, высотой 290 мм и толщиной стенки 30 мм. Емкость имеет 8 сквозных разрезов по высоте в месте установки системы ЭМП, которая состоит из 3 катушек по 12 витков в каждой. Система ЭМП, как и в рассмотренных выше тиглях, питается от источника промышленной частоты. Параметры электропитания: напряжение – 10...15 В, сила тока – 400...800 А.



Рис. 2. Схема (а) и общий вид (б) тигля со сливом расплава через отверстие в днище:
1 – водоохлаждаемая емкость; 2 – катушки; 3 – магнитопровод; 4 – пробка сливного отверстия;
5 – сливной коллектор; б – канал охлаждения

Всего проведены три опытные плавки для получения трубных заготовок из сплава Zr1Nb на основе кальциетермического циркония с использованием пушки ВТР. Заготовки получали литьем в стационарную медную водоохлаждаемую форму и в аналогичную форму, но с наложением электромагнитных полей на расплав, и центробежным.

Ниже кратко рассматривается процесс плавки, состоящий из подготовки шихты к плавке и собственно проведения плавки.

Подготовка шихты. Для приготовления сплава Zr1Nb использовали комбинированную шихту, состоящую из циркония марки КТЦ-100, йодидного циркония и технически чистого ниобия. Массу шихты рассчитывали на выплавку сплава в количестве 30 кг, что необходимо для получения трубных заготовок по техническим условиям.

Йодидный цирконий используется для снижения в сплаве кислорода до необходимого уровня, поскольку в настоящее время исходный цирконий КТЦ-100 имеет повышенное содержание кислорода. Указанные материалы применяются соответственно в виде порезанного на куски слитка циркония КТЦ-100 электронно-лучевой плавки и прутков

йодидного циркония, а ниобий – обычно в виде порошка. Порошок ниобия засыпается в циркониевые трубки диаметром 12 мм, концы которых зачеканиваются. Строгих требований к дисперсности или гранулометрическому составу порошка не выдвигается, так как материал подлежит плавлению и вводу в расплав в жидком виде.

Завалка в тигель йодидного циркония и циркония КТЦ-100 проводится одновременно, так как экспериментально было установлено, что порядок завалки этих материалов заметно не сказывается на проведении процесса. Основное требование при этом – обеспечение максимально возможной плотности укладки материалов, чтобы исключить необходимость дополнительной завалки шихты в ходе плавки, поскольку эта операция сопровождается увеличением длительности плавки. Рекомендуемая плотность укладки (отношение объема шихты к объему тигля) около 0,8, т. е. аналогична той, которую обычно осуществляют при вакуумной индукционной плавке [14].

Трубки с порошком ниобия размещают на манипуляторе над тиглем, вне зоны обогрева электронным лучом, чтобы в дальнейшем при проведении

плавки ввести их с помощью манипулятора под электронный луч для расплавления и ввода ниобия в расплав в виде капель. В случае использования для легирования вместо порошка ниобия кусковых материалов их введение в расплав можно проводить путем подачи в ванну из бункера в твердом виде. Однако и в этом случае более целесообразным является ввод легирующего элемента путем его расплавления электронным лучом.

Проведение плавки. Плавки проводили по режимам со ступенчатым повышением мощности и возможно быстрым выходом на максимальную мощность электронно-лучевого нагрева (рис. 3). Такие режимы в настоящее время являются общепринятыми для электронно-лучевой гарнисажной плавки (ЭЛГП) и применяются при плавке практически всех металлов и сплавов, за исключением, возможно, плавки меди [1]. Значения максимальной мощности нагрева обеспечивали с учетом результатов

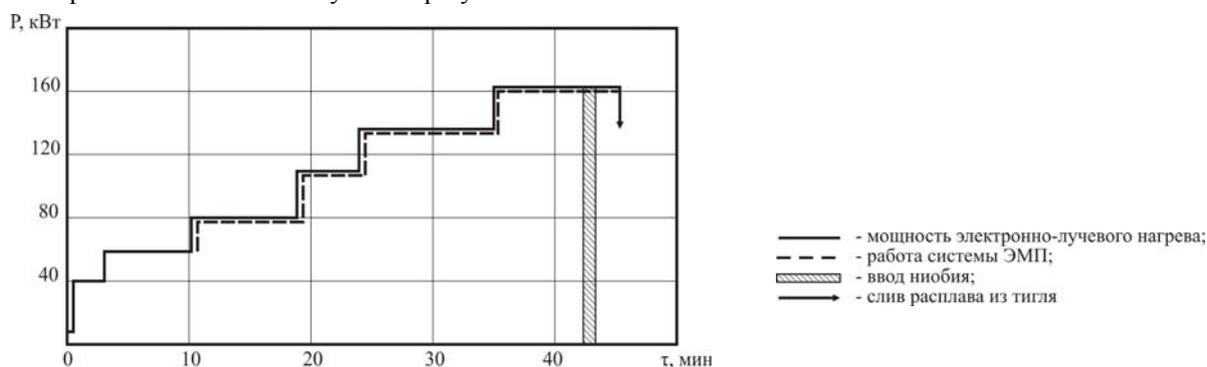


Рис. 3. Режим проведения плавки сплава Zr1Nb на установке ХЭЛП-1

На начальной стадии плавки перемешивание расплава проводилось с направлением потока на поверхности ванны от центра к стенке тигля, на заключительной – от стенки к центру. Ориентировочно скорость потока на поверхности ванны на заключительной стадии плавки составляет 0,4 м/с. Перемешивание расплава от стенки к центру необходимо для реализации слива жидкого металла в кристаллизатор за счет расплавления гарнисажа, который образуется на водоохлаждаемом затворе, закрывающем сливное отверстие в днище тигля. На такой установке электронно-лучевой плавки были выплавлены слитки сплава типа Zr1Nb: №1 – сплав Zr1Nb, кристаллизация которого осуществлялась в изложнице, снабженной системой электромагнитного перемешивания; №2 – сплав Zr1Nb, кристаллизация которого проходила без наложения полей ЭМП; №3 – слиток сплава Zr1Nb, полученный методом центробежного литья. Исходным материалом для выплавки сплавов служил кальциетермический цирконий, химический состав которого приведен в табл. 2.

После слива расплавленного металла через отверстие в дне кристаллизатора электронный луч через это отверстие мог попадать на поверхность слитого металла в изложнице и подогревать слиток сверху или выводить усадочную раковину. Слитки были обточены по боковой поверхности, низу и немного по верху.

выполненных в расчетов [5]. Установленное оптимальное время плавки составляет ~ 45 мин.

Начальное давление остаточных газов в плавильной камере обычно 0,13 Па; натекание воздуха – не более 1,3 (л·Па)/с. В процессе плавки давление в камере, как правило, снижалось до 0,013 Па, что объясняется высокой газопоглощающей способностью пара циркония.

Процесс начинали с обогрева и дегазации шихты. Обычно ограничивающим фактором повышения мощности в ходе плавки при ЭЛГП является степень разрежения в плавильных камерах, т. е. производительность вакуумных систем установок.

ЭМП включалось после прогрева шихты, ее плавления и наведения ванны расплава в зоне фокального пятна. Установленные оптимальные параметры электропитания системы ЭМП: напряжение 20 В, сила тока 800...1200 А; частота 50 Гц.

От выплавленных слитков отрезались темплеты (сверху, снизу и из середины слитка) для измерения твердости, микротвердости и изучения микроструктуры. Также была измерена твердость на поверхности слитков.

Твердость слитков сплава Zr1Nb измерялась с помощью твердомера динамического, малогабаритного типа ТДМ-1, предназначенного для экспрессного неразрушающего измерения и контроля твердости конструкционных, углеродистых и нержавеющей сталей, а также сплавов из цветных металлов по методам Роквелла, Бринелля, Виккерса и т. д. на плоских и выпуклых поверхностях с радиусом кривизны не менее 15 мм, под различными углами, и с параметром шероховатости не более Ra 2,5 по ГОСТ 2789-73.

Эти измерения служили дополнительным контролем равномерности распределения легирующего элемента и примесей по объему слитка. Измерения твердости показали, что у выплавленных слитков твердость значительно выше, чем у слитков сплавов Э110 или Zr1Nb, выплавленных методом дуговой плавки (1530...1610 МПа) [1, 2]. Это можно объяснить тем, что в электронную пушку наравне с водородом добавляли кислород, хорошо поглощающийся цирконием или его сплавами.

Химический состав циркония, полученного по разным технологиям

Элемент	Массовая доля примесей, %							
	Йодидный		Электролитический		Кальциетермический		Магниетермический	
	ТУ 95.46-82 не более	Факт	ТУ 95.166-83 не более	Факт	ТУ 95.2185-90 не более	Факт	ASTM- В-350	Цирк. укр.
Азот	$5 \cdot 10^{-3}$	$<3 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$6,5 \cdot 10^{-3}$	$6 \cdot 10^{-3}$
Алюминий	$5 \cdot 10^{-3}$	$3,5 \cdot 10^{-3}$	$8 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$<2,6 \cdot 10^{-3}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$
Бериллий	$1 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$<3,1 \cdot 10^{-4}$	–	$1 \cdot 10^{-5}$
Бор	$5 \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-5}$
Водород	–	–	–	–	–	–	$2,5 \cdot 10^{-3}$	–
Вольфрам	–	–	–	–	–	–	$1 \cdot 10^{-2}$	–
Гафний	$5 \cdot 10^{-2}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$3,3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$<5 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$4 \cdot 10^{-2}$
Железо	$3 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-2}$	$1,5 \cdot 10^{-1}$	$6 \cdot 10^{-2}$
Кадмий	$5 \cdot 10^{-5}$	–	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$<3 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-4}$
Калий	–	–	–	–	$4 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	–	$1 \cdot 10^{-3}$
Кальций	$2 \cdot 10^{-2}$	–	$3 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$<5 \cdot 10^{-3}$	–	$4 \cdot 10^{-4}$
Кислород	$5 \cdot 10^{-2}$	$1 \dots 4 \cdot 10^{-2}$	$6 \cdot 10^{-2}$	$5,4 \cdot 10^{-2}$	$1,4 \cdot 10^{-1}$	$\leq 1,4 \cdot 10^{-1}$	$9 \dots 1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-1}$
Кобальт	–	–	–	–	–	–	$2 \cdot 10^{-3}$	–
Кремний	$8 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Литий	$2 \cdot 10^{-4}$	–	$2 \cdot 10^{-4}$	–	$2 \cdot 10^{-4}$	$<1 \cdot 10^{-4}$	–	$1 \cdot 10^{-5}$
Магний	–	$<3 \cdot 10^{-3}$	–	–	–	–	$2 \cdot 10^{-3}$	$2,5 \cdot 10^{-3}$
Марганец	$1 \cdot 10^{-3}$	–	$2 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-3}$	$<6 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$
Медь	$3 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-4}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Молибден	$5 \cdot 10^{-3}$	–	$5 \cdot 10^{-3}$	–	$5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-3}$
Никель	$2 \cdot 10^{-2}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$5,4 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-3}$
Олово	–	–	–	–	–	–	$5 \cdot 10^{-3}$	–
Свинец	$5 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$<5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$<1,2 \cdot 10^{-3}$	–	$1 \cdot 10^{-4}$
Титан	$5 \cdot 10^{-3}$	$<1 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$7 \cdot 10^{-3}$	$<3 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$
Углерод	$8 \cdot 10^{-3}$	$<8 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$1,7 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$2,7 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$
Уран	–	–	–	–	–	–	$3,5 \cdot 10^{-4}$	–
Фтор	–	$<3 \cdot 10^{-3}$	–	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	–	$3 \cdot 10^{-3}$
Хлор	–	–	–	$2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$	$<2 \cdot 10^{-3}$	–	$2 \cdot 10^{-3}$
Хром	$2 \cdot 10^{-2}$	$<3 \cdot 10^{-3}$	$2 \cdot 10^{-2}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$<2 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-2}$	$2 \cdot 10^{-2}$

Твердость слитка №1 составила 3520...3580 МПа, №2 – 3890...3950 МПа и №3 – 3920...3970 МПа. Эти величины значительно выше, чем твердость слитков сплавов Э110 или Zr1Nb на основе кальциетермического циркония. Сравнивая величины твердости слитков №1-3, видим, что у слитка №1 самая низкая твердость; это говорит о том, что условия выплавки его были самые лучшие.

Для измерения твердости, микротвердости, изучения микроструктуры, а также определения химического состава слитков отрезались темплеты толщиной 20...25 мм.

При вырезке темплета из середины слитка №1 (кристаллизация в условиях ЭМП) в центре его была обнаружена область пористого сплава (рис. 4). Эта область может образоваться, по нашим предположениям, следующим образом: после того, как расплавленный сплав слили в кристаллизатор, снабженный системой ЭМП, он начинает кристаллизоваться по всей поверхности (боковой, верхней и нижней). Система ЭМП продолжает перемешивать состав все в меньшем объеме. Объем закристаллизованного металла меньше, чем жидкого. В конце кристалли-

зации из-за недостатка металла происходит деформация, создающая пористость. Это, своего рода, усадочная раковина, которая образуется при кристаллизации.

При отрезании темплета от верха слитка №2 была обнаружена полость размером 6×10×14 мм (рис. 5). Это также усадочная раковина.

В табл. 3 приведены результаты спектрального анализа стружки от средней части слитков №1-3. Сравнивая химический состав этих слитков с химическим составом сплава Э110 (ТУ 95.166-98), выпускаемого Чепецким механическим заводом, видим, что по некоторым примесям наши сплавы, полученные электронно-лучевой плавкой, не согласуются с данными ТУ на сплав Э110. Если в сплаве, закристаллизованном в условиях ЭМП, содержание гафния соответствует условиям ТУ на российский сплав, то в случае сплава, закристаллизованного без ЭМП, содержание гафния вообще не допустимо в цирконии. В слитке, полученном центробежным литьем, содержание гафния соответствует днепродзержинскому цирконю (содержание гафния < 0,01 мас.%).

Олово присутствует во всех сплавах в количествах, недопустимых как для сплава Э110, так и для сплава Zr1Nb. Видимо, при составлении сплава

использован сплав циркалой в виде кусков, которые были добавлены в навески исследуемых сплавов.

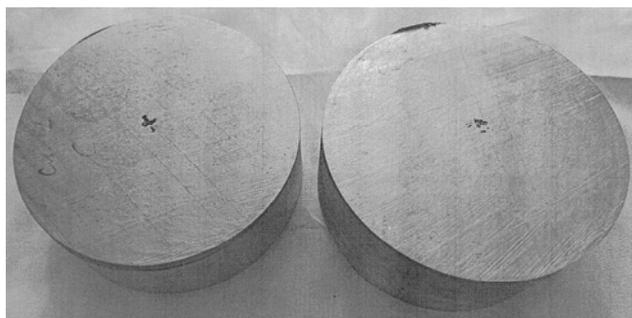


Рис. 4. Общий вид пористой части слитка, закристаллизованного в условиях ЭМП

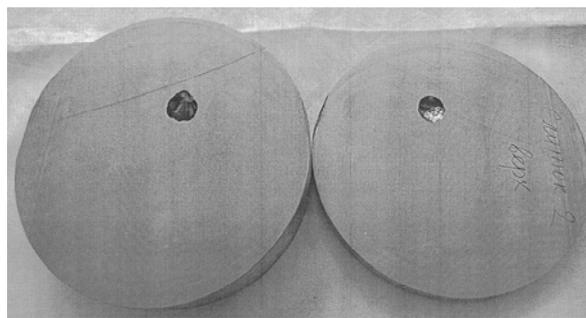


Рис. 5. Вид усадочной раковины в слитке, закристаллизованном без ЭМП

Таблица 3

Химический состав сплавов

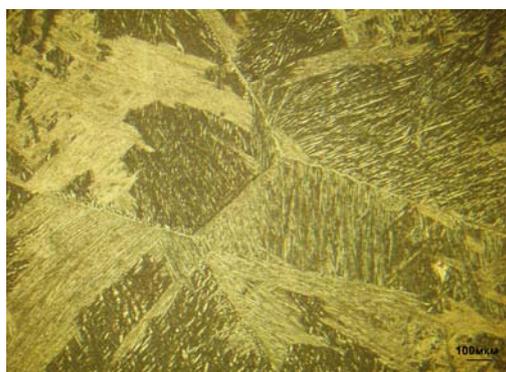
Элемент	Примеси, мас.%						Сплав Э110
	Слиток №1		Слиток №2		Слиток №3		
	Центр	Край	Центр	Край	Центр	Край	
Nb	1,03	0,96	0,92	0,99	1,08	0,96	0,9...1,1
Hf	0,025	0,026	0,09	0,086	0,0075	0,0061	0,05
Cd	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	0,00003
Si	0,0016	0,0014	0,011	0,0077	0,007	0,0075	0,02
Al	0,0002	0,00067	0,00012	0,00007	0,00002	0,00003	0,008
Ni	0,0021	0,0022	0,006	0,0038	0,012	0,011	0,02
Cu	0,021	0,031	0,0019	0,0014	0,04	0,0014	0,005
Ca	0,00009	0,0005	0,00008	0,000075	0,00014	0,00012	0,03
Mn	0,00015	0,0006	0,00026	0,00022	0,0008	0,0002	0,002
Pb	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,005
Ti	0,0093	0,0097	0,0041	0,0035	0,0015	0,00095	0,005
B	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	0,00005
Be	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	0,003
Fe	0,05	0,14	0,02	0,028	0,06	0,03	0,05
Cr	0,0005	0,0005	0,00017	0,00013	0,0006	0,0003	0,02
O	0,08	0,082	0,09	0,08	0,095	0,09	0,1
C	0,01	0,01	0,025	0,03	0,025	0,017	0,02
N	0,0006	0,00055	0,001	0,00085	0,001	0,00095	0,006
F	0,00015	0,0001	0,00018	0,00032	0,0002	0,0002	0,003
Mo	0,001	0,001	0,0023	0,0018	0,001	0,001	0,005
Li	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	<0,00001	0,0002
K	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,004
Cl	0,0001	0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,003
Sn	0,37	0,35	0,09	0,1	0,38	0,42	0,05

Исследовались микро- и макроструктуры всех трёх слитков (рис. 6). Как видно, они практически не отличаются и являются типичными для таких сплавов: характерная игольчатая структура (корзинка); зёрна крупные, имеющие чёткую, чистую границу. Средний размер зерен 1400 мкм. Сравнивая

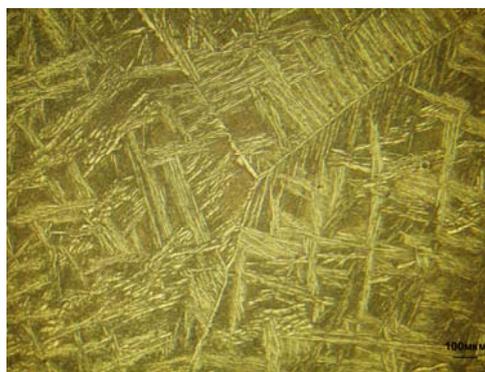
структуры исследуемых слитков со структурами КТЦ-110 и Э110, можно сделать вывод, что последние имеют ту же игольчатую форму. Но структура КТЦ-110 точнее повторяет структуру исследуемых слитков.

Микротвёрдость, измеренная с помощью прибора ПМТ-3 при нагрузке 100 г, слитка №1 составляет 2140 МПа, слитка №2 – 2380 МПа; слитка №3 – 2380 МПа, сплава КТЦ-110 – 1600 МПа; сплава Э110 – 1600 МПа.

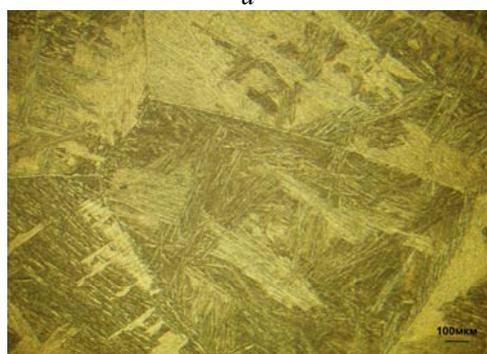
Твёрдость сплавов, измеренная на темплетях, вырезанных из середины слитков, примерно одинакова и равна 2770 МПа для всех слитков сплава Zr1Nb.



а



б



в



г



д

Рис. 6. Микро- и макроструктуры слитков №1 (а), 2 (б) и 3 (в) сплавов Zr1Nb, КТЦ-110 (г) и Э110 (д)

ВЫВОДЫ

При выплавке циркониевых сплавов не рекомендуется использовать электронную пушку с холодным катодом, в которой плазма создается водородом с добавкой кислорода. Кислород, который попадает в плавильное пространство камеры, контактирует с поверхностью расплавленного циркония или его сплавов, очень хорошо поглощается цирконием и его сплавами. Удалить кислород из циркония или его сплавов невозможно.

Электромагнитное перемешивание лучше применять при рафинировании составляющих циркониевых сплавов методом электронно-лучевой плавки. В этом случае должна использоваться обычная электронная пушка.

Электронно-лучевая плавка циркониевых сплавов нежелательна, потому, что нагрев металла осуществляется электронным пучком, который тормо-

зась на поверхности циркония выделяет энергию, нагревающую металл (цирконий) за счет теплопроводности. Так как пучок электронов имеет диаметр порядка нескольких миллиметров (10...20), то в месте его контакта с поверхностью металла температура значительно выше температуры плавления циркония (1825 °С) и даже для ниобия, имеющего относительно низкую упругость пара, и может происходить испарение ниобия.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. А.С. Займовский, А.В. Никулина, Н.Г. Решетников. *Циркониевые сплавы в ядерной технике*. М.: «Энергоатомиздат», 1994.
2. Д. Дуглас. *Металловедение циркония* / Пер. с англ. / Под ред. А.С. Займовского. М.: «Атомиздат», 1975.
3. Б. Ластман, Ф. Керзе. *Металлургия циркония* / Пер. с англ. М.: Изд-во иностр. лит., 1959.

4. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, С.Д. Лавриненко, Н.Н. Пилипенко, А.Ф. Болков, А.М. Лахов, К.А. Линдт, А.П. Мухачев, В.И. Попов. Электронно-лучевая плавка титана, циркония и гафния // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2002, №6, с. 95-99.

5. Ю.Ф. Коровин, В.Г. Чупринко, К.А. Линдт и др. Производство циркония и гафния на ПО ПХЗ для удовлетворения потребностей атомной энергетики Украины // *ВАНТ. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1994, в. 2(62), 3(63), с. 114-124.

6. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, С.Д. Лавриненко, К.А. Линдт и др. *Цирконий и его сплавы: технология производства, области применения*. Харьков: ННЦ ХФТИ, 1998, 98 с.

7. В.М. Ажажа, А.Ф. Болков, Б.В. Борц и др. Вакуумно-дуговой способ получения трубной заготовки из сплава Zr1%Nb // *Труды XVI Международной конференции по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению*, 6-11 сентября 2004, Алушта, Крым, с. 200-201.

8. В.М. Ажажа, А.Ф. Болков, Б.В. Борц и др. Циркониевый сплав для атомной энергетики Украины // *Международная конференция «Современное материаловедение: достижения и проблемы»*, Киев, Украина, 26-30 сентября 2005 г.: Тезисы докладов, с. 387-388.

9. В.М. Ажажа, Б.В. Борц, І.М. Бутенко и др. Виробництво партії трубних заготовок трекс-труб та виготовлення дослідної партії твельних труб зі сплаву Zr1Nb із вітчизняної сировини // *Наука та інновації*. 2006, т. 2, с. 18-30.

10. *Электронно-лучевая плавка в литейном производстве* / Под ред. С.В. Ладохина. Киев: Изд-во «Сталь», 2007, 626 с.

11. Патент України 90536, МПК H01J 37/06. *Газорозрядна електронна гармата* / С.В. Ладохін, А.С. Гладков, В.Б. Чернявський, Т.В. Лапшук, В.Г. Шмігдін, Л.А. Кравчук. Опубл. 11.05.2010. Бюл. №9.

12. Патент України на корисну модель 74113, МПК H01J 37/06. *Газорозрядна електронна гармата* / В.Б. Чернявський, С.В. Ладохін, В.А. Семенець, Т.В. Лапшук, О.В. Крещук, Ю.В. Мочалов. Опубл. 25.10.2012. Бюл. №20.

13. Патент України 93625, МПК H01J 37/06. *Газорозрядна електронна гармата* / В.Б. Чернявський, С.В. Ладохін, В.А. Семенець, О.В. Крещук, Т.В. Лапшук. Опубл. 25.02.2011. Бюл. №4.

14. А.С. Гладков. *Особливості електронно-променевої гарнісажної плавки сплаву Zr1Nb і розробка технології виготовлення трубних заготовок*: Автореф. дис. ... канд. техн. наук. Київ, 2009, 20 с.

Статья поступила в редакцию 02.12.2013 г.

ВИПЛАВКА СПЛАВУ КТЦ-110 В ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВІЙ ГАРНІСАЖНОЇ УСТАНОВЦІ З ВИКОРИСТАННЯМ ПУШКИ ВИСОКОВОЛЬТНОГО ТЛЮЧОГО РОЗРЯДУ

С.Д. Лавриненко, С.В. Ладохин, М.М. Пилипенко, П.М. В'югов, Т.В. Лапшук, А.О. Дробишевська, В.Д. Вірич, М.П. В'югов, І.Г. Танцюра

Представлено результати виплавки злитків сплаву Zr1Nb на основі кальцістермічного цирконію із застосуванням електронної газорозрядної пушки ПЕГ-300. Досліджено хімічний склад злитків, макро- і мікроструктури, твердість і мікротвердість. Обговорюються умови застосування електромагнітного перемішування розплаву при виплавці злитків сплавів цирконію. Дано рекомендації щодо застосування електронної газорозрядної пушки і системи електромагнітного перемішування при виплавці злитків.

MELTING OF ALLOY CTZ-110 IN THE ELECTRON-BEAM SCULL INSTALLATION WITH THE USE GUN OF HIGH-VOLTAGE GLOW DISCHARGE

S.D. Lavrinenko, S.V. Ladokhin, M.M. Pylypenko, P.N. Vjugov, T.V. Lapshuk, A.A. Drobyshevskaya, V.D. Virich, N.P. Vjugov, I.G. Tantsyura

The results of melting alloy ingots Zr1Nb on the basis of the calcium-thermal zirconium using electron gas discharge gun GEG-300 are presented in this paper. Chemical composition, macro- and microstructure, hardness and microhardness of the ingots were investigated. Conditions of application of electromagnetic stirring of the melt at the melting of zirconium alloy ingots are discussed. Recommendations on the use of electron gas discharge gun and the electromagnetic mixing at the melting of ingots are given.