



УДК 669.187.826

## ПРОИЗВОДСТВО СПОСОБОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЕРЕПЛАВА БЕЗДЕФЕКТНЫХ СЛИТКОВ ТИТАНА С РЕГЛАМЕНТИРОВАННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ КИСЛОРОДА

В. И. Костенко, М. П. Кругленко,  
А. Н. Калинюк, П. А. Пап

Проведены экспериментальные исследования по растворению диоксида титана при выплавке слитков способом электронно-лучевого переплава с промежуточной емкостью. Подобран режим плавки для установки ТИКО-15, при котором происходит полное растворение диоксида титана, введенного в шихту. Данная технология обеспечивает получение бездефектных слитков с заранее заданными интервалом концентраций кислорода и значением кислородного эквивалента.

Experimental investigations were carried out on dissolution of titanium dioxide in melting of ingots by electron beam cold hearth remelting. The condition of melting was selected for installation ТИКО-15, at which the complete dissolution of titanium dioxide, added to flux, occurs. This technology provides the producing of defect-free ingots with a preset interval of oxygen concentrations and value of oxygen equivalent.

**Ключевые слова:** электронно-лучевой переплав; бездефектные слитки; кислородный эквивалент; гомогенизирующий расплав; технология легирования кислородом; макроликвация

Одной из основных задач при производстве слитков нелегированного титана является исключение возможности образования в них газонасыщенных зон, которые из-за значительно большей твердости являются концентраторами напряжения и источниками зарождения усталостных трещин [1]. При электронно-лучевом переплаве (ЭЛП) только титановой губки данная задача решается путем применения промежуточной емкости [2].

Однако в настоящее время многим потребителям требуется титан с заранее заданным интервалом концентраций примесей, поскольку ограничение минимума и максимума их содержания обеспечивает получение необходимых служебных свойств ( $\sigma_B$ ,  $\sigma_T$ ,  $\delta$ ,  $\psi$ ) в определенном интервале для полуфабрикатов и готовых изделий, что обуславливает необходимость легирования исходной шихты дополнительным количеством кислорода в виде диоксида титана. Так, по стандартам корпорации «ВСМПО-АВИСМА» для некоторых марок нелегированного титана Grl-1, Grl-2, Grl-4 л, Grl-5 тр распределение кислорода в слитках не должно иметь отклонение более чем на 0,01... 0,02 мас. % от заданного. По

международным стандартам ASTM В348-05, кроме определенного содержания кислорода, необходимо также обеспечить заданное значение кислородного эквивалента  $O_E$ , рассчитанного по формуле  $O_E = \% O + 2,5 \% N + 0,7 \% C + 0,6 \% Fe$  в пределах 0,17... 0,21 %. Без применения технологии легирования кислородом данные задачи практически нерешаемы.

При введении в шихту дополнительно диоксида титана следует исследовать процессы растворения вводимого порошка диоксида титана и гомогенизации расплава в промежуточной емкости при ЭЛП. Поскольку диапазоны в концентрациях кислорода и его эквивалента очень узкие, то приходится учитывать и макроликвацию элементов, входящих в расчет кислородного эквивалента.

На предприятии «Стратегия БМ» разработана технология легирования титановых слитков кислородом на установке электронно-лучевого переплава с промежуточной емкостью ТИКО-15 (рис. 1), которая заключается в следующем. В качестве переплавляемого сырья (расходуемая шихтовая заготовка) используют брикеты губчатого титана, лом. После загрузки шихтовой заготовки в установку и ее вакуумирования до уровня остаточного давления, необходимого для устойчивой работы электронно-лучевых пушек ( $1 \cdot 10^{-1} \dots 1 \cdot 10^{-2}$  Па), заготовку

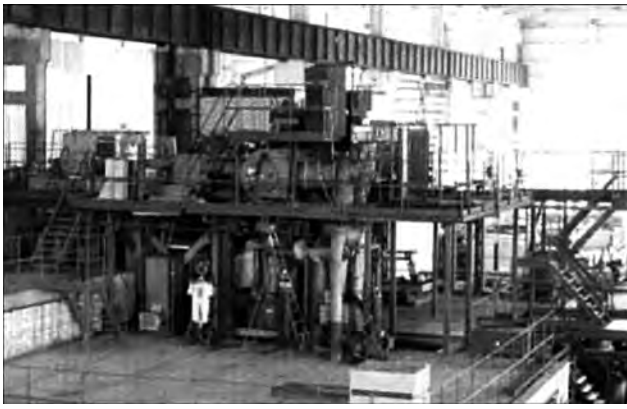


Рис. 1. Электронно-лучевая установка ТИКО-15

сплавляют в промежуточную емкость до ее заполнения, а затем периодически сливают жидкий металл в кристаллизатор. Первыми порциями слива формируется затравка будущего слитка. Затем, на достигнутом технологическом режиме, выплавляется слиток необходимой высоты. Для получения заданной концентрации кислорода в слитке в шихту с учетом уже имеющегося кислорода добавляют необходимое количество диоксида титана, который наносится на поверхность брикетов слоем не более 0,5 мм.

Температура плавления диоксида титана (1870 °С) выше, чем температура расплава, которой можно достичь, перегревая металл (температура плавления титана 1670 °С). Поэтому диоксид титана не плавится, а растворяется и для этого необходимо время тем большее, чем толще его слой.

При растворении диоксида титана в расплаве появляются обогащенные кислородом зоны [2]. Согласно диаграмме состояния титан-кислород [3] титан с повышенным содержанием кислорода имеет более высокую температуру плавления, чем чистый титан (рис. 2). И если расплав не успеет гомогенизироваться перед сливом в кристаллизатор, то обогащенный кислородом металл может затвердеть перед фронтом кристаллизации, поскольку температура его затвердевания выше и сформировать зону повышенной твердости в слитке. При этом могут образовываться и микропоры.

Следует также отметить, что при затвердевании концентрация кислорода в твердой фазе еще больше увеличивается, поскольку коэффициент распределения  $k_0 = C_{\text{ТВ}}/C_{\text{Ж}}$  больше единицы:  $k_0 \approx 1,5$  при массовых долях кислорода менее 3,2 %, а при больших —  $k_0 \approx 2,5$  [4].

Таким образом, в кристаллизатор должен сливаться только гомогенизированный расплав. Поэтому необходимо, чтобы время растворения  $\tau_{\text{раст}}$  порции диоксида титана и гомогенизации расплава  $\tau_{\text{гом}}$  было меньше, чем время  $\tau$  нахождения расплавленного металла в промежуточной емкости. Время  $\tau$  в свою очередь зависит от геометрии промежуточной емкости, а также скорости плавки.

Необходимую скорость плавки для данной установки определяли экспериментально по отсутствию

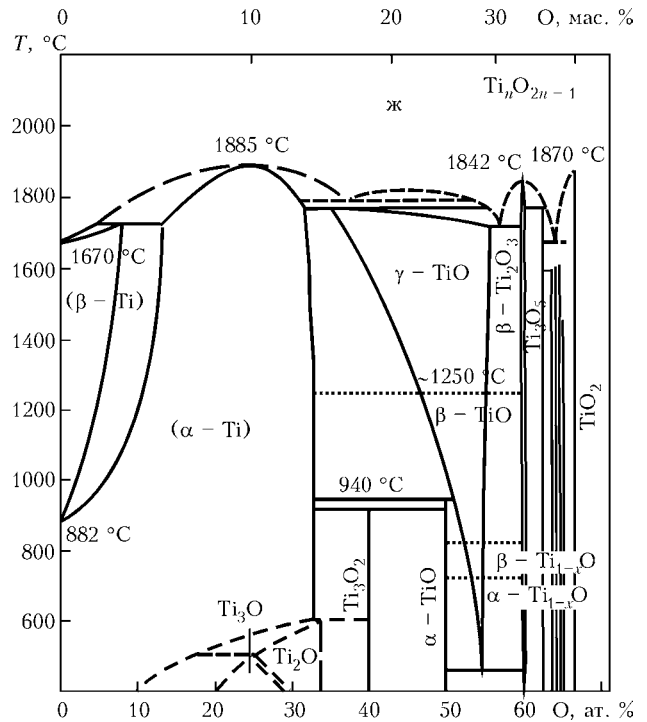


Рис. 2. Диаграмма состояния системы титан-кислород

обогащенных кислородом зон в выплавленных слитках. Так, например, при скорости плавки 11 кг/мин дефекты в слитке методом УЗК не обнаружены вследствие незначительного отличия в плотности и отсутствия дефектов в виде пор, трещин, а также из-за большого диаметра слитка (630 мм). Но после проката металла в насыщенных кислородом участках образовались микротрещины и микропоры из-за их значительно большей твердости [1].

Исследования дефектных зон прокатанного металла проводили в лабораториях корпорации «ВСМПО-АВИСМА». Микротвердость основного металла составила 1870... 2160 МПа, тогда как микротвердость в дефектной зоне — 5550... 6450 МПа. Микроанализ содержания кислорода показал, что в зоне дефекта металл имеет повышенное содержание кислорода (2,2... 2,6 мас. %), тогда как в основном металле его массовая доля составляет 0,13 %. Микроструктура металла такого обогащенного кислородом дефекта в слитке титана приведена на рис. 3.

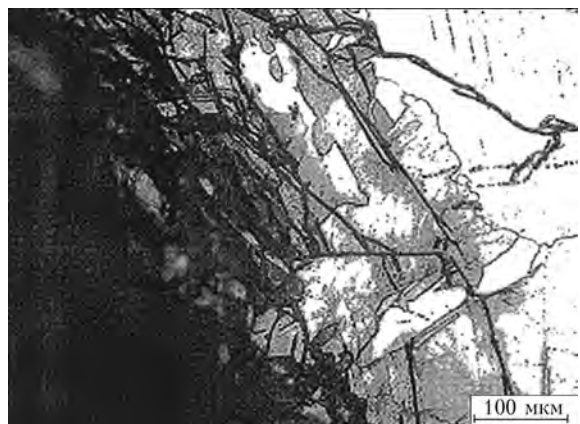


Рис. 3. Микроструктура дефекта

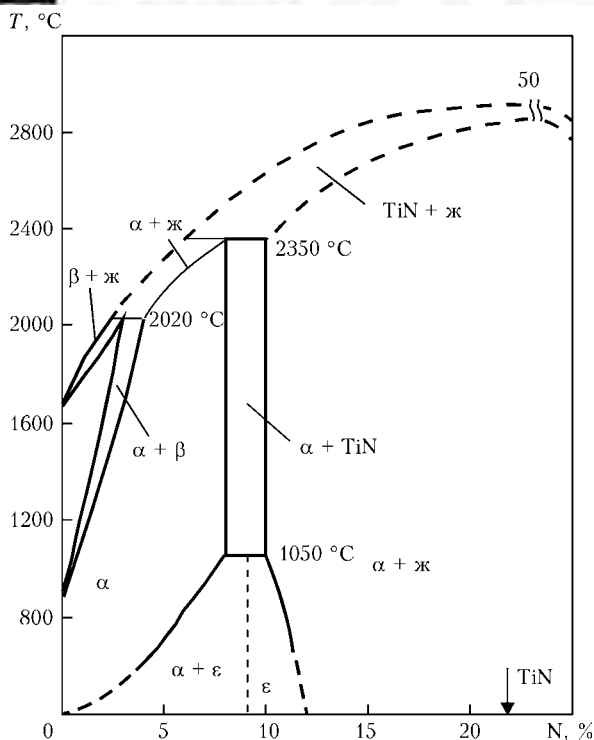


Рис. 4. Диаграмма состояния системы титан-азот

После уменьшения скорости плавки до 7,5 кг/мин дефекты не обнаруживались ни в литом металле, ни после проката. Таким образом, путем ограничения скорости плавки можно получить титановые слитки без дефектов и с наперед заданным уровнем кислорода при условии добавления в исходную шихту необходимого количества диоксида титана. Путем варьирования в исходной шихте содержания азота, углерода и железа можно получить слитки титана с заданным кислородным эквивалентом.

Следует отметить, что при ЭЛП титана макроликвация кислорода зафиксирована только в узких переходных зонах в начале и в конце плавки и не проявляется поперек слитка [5]. Поэтому при добавлении  $TiO_2$  в шихту следует учитывать, что кислород в переходной зоне в начале плавки имеет завышенное значение, а в конце плавки — заниженное.

При необходимости получения слитков с регламентированным кислородным эквивалентом нужно учитывать также макроликвацию других элементов, входящих в формулу для расчета. И если вопрос о макроликвации железа при ЭЛП изучали в работе [6], то об азоте ранее нигде не упоминалось. Это связано в первую очередь с тем, что азот считается очень вредной примесью и его допустимые концентрации очень низки, как правило, они составляют менее 0,015 мас. %. Однако в формулу для расчета кислородного эквивалента азот входит с наибольшим коэффициентом — 2,5, поскольку является наиболее сильным упрочнителем и его влияние оказывается существенным.

Если рассмотреть диаграмму состояния титан-азот (рис. 4), то при малых концентрациях коэффициент распределения азота больше единицы, как и у кислорода, и составляет  $k_0 \approx 1,9$ . Поэтому мак-

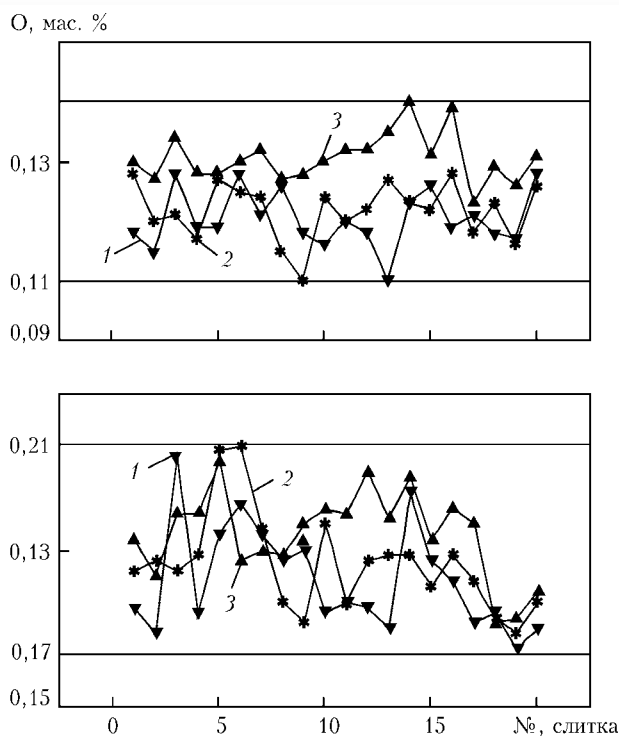


Рис. 5. Концентрация кислорода в слитках, легированных на уровень 0,11... 0,14 % (а), и кислородного эквивалента в них (б): 1 — литник; 2 — середина; 3 — донник

роликвация у азота должна проявляться при ЭЛП, подобно макроликвации кислорода, т. е. концентрация азота в переходной зоне в начале плавки должна быть завышена, а в конце — занижена [5]. Для экспериментальной проверки этого после выплавки слитка из однородной шихты по азоту провели более детальный газовый анализ в лаборатории Института электросварки им. Е. О. Патона. Отобрано четыре пробы с центральной части слитка и по пять проб с донной и головной частями слитка. Средние концентрации азота в слитке следующие, мас. %: 0,0098 — в центральной; 0,0124 — донной; 0,0081 — головной частях слитка.

Средние массовые доли кислорода в слитках следующие, %: 0,100 — в центральной; 0,112 — донной; 0,093 головной частях.

Таким образом, макроликвация по азоту составила всего 0,004 мас. %. Однако с учетом множителя 2,5 при расчете кислородного коэффициента получаем 0,01 мас. %, что является существенным на фоне допустимых 0,04 мас. %.

В качестве примера рассмотрим результаты серии опытно-промышленных плавок на электронно-лучевой установке ТИКО-15 слитков титана диаметром 610 мм с целевым содержанием кислорода 0,11... 0,14 и кислородного эквивалента 0,17... 0,21 мас. %. В качестве исходной шихты использовали брикетированный губчатый титан с содержанием кислорода 0,05... 0,08 мас. % и дополнительным легированием порошком  $TiO_2$  в количестве, необходимом для получения заданного содержания кислорода в слитке. При этом шихтовку проводили с учетом наличия в губчатом титане примесей углерода, железа, азота путем подбора комбинаций их содержания с целью



получения заданного кислородного эквивалента. Распределение кислорода и кислородного эквивалента по длине всех выплавленных слитков представлено на рис. 5. Как видно из графиков, разброс значений содержания кислорода и кислородного эквивалента не выходит за рамки заданного, что свидетельствует о хорошей технологической стабильности и предсказуемости процесса плавки.

Таким образом, разработана технология получения бездефектных слитков титана с регламентированным содержанием кислорода способом электронно-лучевой плавки с промежуточной емкостью. Экспериментально определена скорость плавки для данной установки, при которой полностью растворяются частицы диоксида титана и гомогенизируется расплав в промежуточной емкости, а в выплавленных слитках отсутствуют обогащенные кислородом дефекты. Выплавлена промышленная партия слитков с заданными массовой долей кислорода, а также кислородным эквивалентом.

1. *Nitride inclusions in titanium ingots* / J. L. Henry, S. D. Hill, J. L. Schaller, T. T. Campbell // *Metal. Trans.* — 1973. — № 4. — P. 1859–1864.
2. *Электронно-лучевая плавка титана* / Б. Е. Патон, Н. П. Тригуб, С. В. Ахонин, Г. В. Жук. — Киев: Наук. думка, 2006. — 248 с.
3. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов. — М.: Металлургиздат, 1962. — Том 2. — 1488 с.
4. *Mitchell A., Kawakami A. Segregation and Solidification in Titanium Alloys* // *Ti-2007 Science and Technology (Kyoto, 3–7 June, 2007)*. — Kyoto: The Japan Institute of Metals, 2007. — P. 173–176.
5. *Макросегрегация кислорода при кристаллизации слитков титана* / А. И. Амелин, В. И. Костенко, М. П. Кругленко, П. А. Пап. // *Современ. электрометаллургия*. — 2009. — № 4. — С. 29–32.
6. *Макросегрегация железа и кислорода при затвердевании слитков титана* / А. И. Амелин, В. И. Костенко, М. П. Кругленко, П. А. Пап. // *Титан*. — 2010. — № 1. — С. 15–20.

ООО «СТРАТЕГИЯ БМ», Киев

Поступила 21.12.2011

## НОВАЯ КНИГА

*Welding and Allied Processes.*

*A series of books and monographs on welding, cutting, surfacing, brazing, coating deposition and other processes of metal treatment.*

*Edited by Prof. B.E. Paton, E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine.*

### **Electron Beam Melting of Titanium, Zirconium and Their Alloys**

**B.E. Paton, M.P. Trygub and S.V. Akhonin**

The book considers peculiarities of metallurgical production of titanium and zirconium ingots by the electron beam melting method. Mechanisms and patterns of behaviour of impurities, non-metallic inclusions and alloying elements during the process of electron beam melting of titanium and zirconium are detailed. Optimal technological parameters for melting of high-reactivity metals are suggested, providing high quality, technical and economic indices of this metallurgical process. Quality characteristics of the resulting ingots, including their chemical composition, micro- and macrostructure, as well as some mechanical properties of metal in the cast and wrought states, are given. Flow diagrams of melting and glazing of surfaces of the ingot are presented, and specific features of designs of electron beam units are described.

The book is meant for scientists, engineers and technicians, as well as for students of metallurgical departments of institutes of higher education.

*Заказы на книгу (216 стр., формат 165×240 мм, твердый переплет)  
просьба направлять в редакцию журнала*

