

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона

ЄРОХІН
Олексій Геннадійович

УДК 669.187.526

**ОТРИМАННЯ МІКРОЛЕГОВАНИХ КИСНЕМ ТА КРЕМНІЄМ ТИТАНОВИХ
СПЛАВІВ МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ПЛАВКИ**

05.16.02 - Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів

АВТОРЕФЕРАТ
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук



Київ – 2023

Дисертацією є рукопис

Робота виконана в Інституті електрозварювання ім. Є.О.Патона НАН України, м. Київ.

Науковий керівник:

доктор технічних наук, старший науковий співробітник
Березос Володимир Олександрович
провідний науковий співробітник відділу металургії та зварювання титанових сплавів Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України

Офіційні опоненти:

доктор технічних наук, старший науковий співробітник
Демчишин Анатолій Васильович
провідний науковий співробітник відділу фізики міцності і пластичності матеріалів Інституту проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України

кандидат технічних наук **Ворон Михайло Михайлович**

заступник завідувача відділу процесів плавки та рафінування сплавів Фізико-технологічного інституту металів та сплавів НАН України

Захист відбудеться «06» липня 2023 р. о 10⁰⁰ годині на засіданні докторської ради Д 26.182.01 при Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України за адресою: вул. Казимира Малевича, 11, м. Київ, 03150

З дисертацією можна ознайомитись в бібліотеці Інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України за адресою: вул. Казимира Малевича, 11, м. Київ, 03150

Автореферат розіслано «05» червня 2023 р.

Вчений секретар
докторської ради Д 26.182.01
д.т.н.



Олег МАХНЕНКО

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність роботи. Титановий потенціал країни дозволяє проводити масове виробництво напівфабрикатів титанових сплавів та виробів з технічного титану різних марок. Технологія електронно-променевої плавки (ЕПП) з проміжною ємністю за останні роки за рахунок технологічних інновацій з практичним поєднанням зусиль значно розширила асортимент сплавів на основі титану. На теперішній час практично не поступається технології виробництва методом вакуумно-дугової плавки (ВДП), що традиційно використовується за кордоном.

Доскональне вивчення кожного сплаву, поведінку кожного елемента в сплаві при ЕПП – це фундаментальні роботи вчених, які ведуть ще з минулого століття і по теперішній час. Розробка математичної моделі випаровування елементів в титанових сплавах надала можливість отримання прогнозованого хімічного складу зливку при ЕПП, з врахуванням залежності від швидкості плавки. Також модернізація технологічного устаткування – це проекти, що дозволили застосування ЕПП в промислових об'єктах.

Розвиток технології ЕПП для титанових сплавів дозволить підтримати повний ланцюговий цикл виробництва продукції, починаючи з переробки титанових руд до виробництва напівфабрикатів. Також вітчизняна продукція дозволить не тільки відмовитись від імпорту, а й налагодити власний експорт готової продукції. Розвиток досліджень технології ЕПП, дозволить зменшити вартість виробництва, та надати технології масового промислового значення.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Робота проводилася в Інституті електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України відповідно до планів науково-дослідних робіт в рамках таких тем: «Створення нових жароміцних сплавів на основі титану і технології їх виробництва методом ЕПП» №ДР 0106U011957 (2007-2009); «Дослідження особливостей пошарової кристалізації металу і розробка електронно-променевої технології одержання прогресивних конструкційних матеріалів на основі титану» №ДР 0107U003294 (2007-2011); «Розробка технології одержання крупногабаритних злиwkів інтерметалідів на основі алюмініду титану методом електронно-променевої плавки» №ДР 0117U001262 (2017-2021); «Розробка технологічних основ виплавки методом електронно-променевої плавки жароміцних титанових сплавів нового покоління та дослідження їх структури, механічних властивостей і здатності до зварювання. №ДР 0121U108380 (2021-2023); «Дослідження впливу електронно-променевого плавлення на формування комплексу експлуатаційних характеристик сплавів титану медичного призначення та розробка технології їх одержання методом ЕПП» №ДР 0122U000879 (2022-2022).

Мета і завдання роботи. Метою роботи є встановлення закономірностей поведінки мікролегуючих елементів в умовах електронно-променевого нагріву, та розробка технології мікролегування злиwkів сплавів титану при ЕПП з проміжною ємністю.

Відповідно до зазначеної мети були поставлені наступні **основні задачі**:

- методами математичного моделювання дослідити вплив електронно-променевого нагріву на поведінку мікролегуючих елементів при одержанні злиwkів сплавів титану методом ЕПП;

- встановити залежності впливу технологічних параметрів на процеси мікролегування зливок сплавів титану, що виплавляються методом ЕПП;
- дослідити процеси випаровування хімічних елементів під час ЕПП сплавів титану легованих кремнієм;
- дослідити закономірності формування структури при одержанні мікролегованих зливок сплавів титану методом ЕПП;
- визначити технологічні режими та розробити технологію мікролегування зливок сплавів титану під час ЕПП;
- дослідити якість мікролегованих титанових сплавів, одержаних методом ЕПП, та виготовлених з цих зливок напівфабрикатів;
- визначити вплив електронно-променевого опалення на формування поверхні мікролегованих зливок сплавів титану одержаних методом ЕПП.

Об'єктом дослідження є: процеси, що протікають при формуванні зливок мікролегованих сплавів на основі титану, що виплавляються методом ЕПП з проміжною ємністю.

Предметом досліджень є: закономірності структуроутворення при ЕПП з проміжною ємністю; напівфабрикати мікролегованих титанових сплавів, отриманих методом ЕПП.

Методи дослідження: для розв'язання поставлених задач і одержання основних результатів дисертаційної роботи використовували методи математичного моделювання процесів розчинення та випаровування елементів при ЕПП з проміжною ємністю, експериментальні дослідження здійснювали в заводських умовах на сучасних електронно-променевих установках із застосуванням методів газового, спектрального і хімічного аналізів, металографічних та механічних досліджень виплавленого металу.

Наукова новизна отриманих результатів.

1. Вперше методами математичного моделювання встановлено закономірності розчинення частинок діоксиду титану в розплаві титану, а саме: лінійна швидкість розчинення діоксиду титану знаходиться в межах 7...25 мкм/с, а підвищення температури розплаву на 100 К зменшує тривалість повного розчинення частинки в 3.5 рази.
2. Вперше встановлено закономірності випаровування легуючих елементів з титанового сплаву ВТ9, який мікролеговано кремнієм на рівні 0.20...0.35 %, під час електронно-променевого плавлення зливка діаметром 600 мм: втрати алюмінію випаровуванням збільшуються від 0.5 % при швидкості плавки більше 700 кг/год до 3.0 % при швидкості плавки менше 100 кг/год та лінійно зростають при підвищенні концентрації алюмінію в початковій шихті з коефіцієнтом пропорційності 0.10...0.15; концентрація кремнію під час електронно-променевого плавлення практично не змінюється; вміст в зливку сплаву ВТ9 молібдену та цирконію при швидкостях плавки до 300 кг/год збільшується в порівнянні з їх концентрацією в вихідній шихті на 0.05 – 0.2 %, що пов'язано з відносно великими втратами алюмінію на випаровування при таких швидкостях плавки.
3. Вперше показано, що в металі зливка титанового сплаву ВТ9, отриманого

методом електронно-променевого плавлення, кремній знаходиться у вигляді твердого розчину, а його мікроструктура має двофазну $\alpha+\beta$ - структуру, де первинні β -зерна мають оторочку α -фази товщиною 5–10 мкм, а в об'ємі зерна пластини α -фази утворюють колонії, ширина яких складає 50–300 мкм, товщина α -пластин становить 1,5–6 мкм; в проміжках між α -пластинами розташована β -фаза завтовшки 0,3–1,5 мкм.

Практичне значення отриманих результатів:

1. Вперше в світовій практиці отримано зливок титану діаметром 1100 мм, який мікролеговано киснем на рівні 0.30+/-0.1 %, та маса якого складає більше 12 тон.
2. Розроблено електронно-променеву технологію отримання великих (діаметром 600 мм) та надвеликих (діаметром 1100 мм) злиwkів титану з регульованим вмістом кисню та масою 5...6 та 11...13 тон відповідно.
3. Розроблено технологію отримання злиwkів жароміцного титанового сплаву ВТ9 методом електронно-променевого плавлення з проміжною ємністю, яка забезпечує високу якість металу як за хімічним складом так і за структурою.
4. Розроблено електронно-променеву технологію оплавлення бічної поверхні злиwkів титану діаметром до 1100 мм та жароміцного титанового сплаву ВТ9 діаметром до 600 мм, яка забезпечує підвищення техніко-економічних показників технології.

Особистий внесок здобувача:

В наукових працях, опублікованих із співавторами, автору дисертації належать: розрахунки технологічних режимів та розробка технології ЕПП мікролегованих титанових сплавів [1, 15, 18]; визначення схем шихтування [28] та проведені дослідні плавки з подальшим виготовленням та дослідженням напівфабрикатів [12, 16]; розглянуті отримання перспективних напівфабрикатів отриманих методом ЕПП [2, 6, 20]; дослідження рафінування при ЕПП мікролегуючих елементів [3]; за допомогою математичної моделі проведені розрахунки процесів розчинення та випаровування [4, 19]; розроблення технології та дослідження електронно-променевого оплавлення [5, 24]; розробка технології ЕПП різноманітних сплавів на основі нікелю та титану [7, 8, 22,]; дослідження особливостей отримання алюмінідів титану при ЕПП [13, 17, 21, 23, 25]; проведена розробка, виплавка та дослідження фізико-механічних властивостей новітніх високоміцних титанових сплавів [9-11, 27], розробка технологій для розширення продукції виготовлених за допомогою ЕПП та ЕПО [14, 26, 29].

Автор брав безпосередню участь у впровадженні результатів досліджень в промислове виробництво злиwkів сплавів титану на Державному підприємстві «Науково-виробничий центр «Титан» інституту електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України.

Апробація результатів дисертації. Міжнародна конференція «Ti-2014 в СНД» (травень, 2014), VIII міжнародна конференція «Променеві технології в зварюванні та обробці матеріалів» (Одеса, вересень, 2017), міжнародна конференція «Титан-2018. Виробництво і застосування в Україні » (Київ, червень, 2018).

Публікації. Основні результати дисертаційної роботи опубліковано в 29 наукових працях, із них 19 – у фахових наукових періодичних виданнях України та

закордоном, 1 наукова праця проіндексована у міжнародних науково-метричних базах Scopus та Web of Science, 19 праць задовольняють вимоги МОН України щодо публікації результатів дисертаційних робіт у фахових наукових виданнях, 7 – матеріали наукових конференцій. Отримано 3 патенти України на винахід.

Структура та обсяг роботи. Дисертація складається з анотації, вступу, чотирьох розділів, висновків, списку використаних джерел із 136 найменувань, містить 56 рисунків, 17 таблиць. Повний обсяг дисертації складає 149 сторінок, основний зміст викладено на 120 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обґрунтовано актуальність роботи, сформульовано мету та завдання досліджень, відзначено наукову новизну та практичну цінність отриманих результатів. Надано інформацію про особистий внесок здобувача, про кількість публікацій та апробації результатів та наведено відомості про структуру та обсяг дисертації.

У першому розділі розглянуті властивості та області застосування сплавів на основі титану. Викладено загальні відомості про властивості, класифікацію сплавів на основі титану. Вивчено та проаналізовано роботи по дослідженню впливу легуючих елементів на властивості титанових сплавів при ЕПП. Вивчено умови та особливості мікролегуювання. Проведено аналіз переваг, недоліків та особливостей поведінки мікролегуючих елементів при виплавці титанових сплавів різними видами переплаву.

Другий розділ присвячений розгляду обладнання на якому проводились дослідні експерименти. Описані основні методики проведення експериментальних плавок та подальших досліджень вибраних матеріалів.

З метою розробки технології одержання мікролегованих сплавів на основі титану, для проведення дослідних плавок були використані: титан марки Grade 2 та Grade 3 та жароміцний титановий сплав ВТ9. Хімічний склад сплавів наведено в таблиці 1.

Таблиця 1 - Хімічний склад сплавів на основі титана.

Сплав	Al	Mo	Zr	Si	C	Fe	O	N	H	Ін.
Grade2	-	-	-	-	<0.08	<0.30	<0.25	<0.05	<0.015	<0.04
Grade3	-	-	-	-	<0.08	<0.30	<0.35	<0.05	<0.015	<0.40
ВТ9	5.8-7.0	2.8-3.8	1.0-2.0	0.2-0.35	0.10	<0.25	<0.15	<0.05	<0.015	<0.30

Аналіз вмісту легуючих елементів в зливках одержаних сплавів проводився методом індуктивно зв'язаної плазми/оптичної емісійної спектроскопії на ІСР-спектроскопі. Для визначення вмісту кисню, азоту визначали на приладах RO-316, TN-114 фірми LECO (США). Для контролю дефектів в зливках різного роду походження застосовували дефектоскоп УД4-76.

У третьому розділі розкрито повний процес одержання сплавів титану мікролегованих киснем методом ЕПП.

Процес мікролегування киснем сплавів титану проводився шляхом додавання порошку діоксиду титану. Але температура конгруентного плавлення діоксиду титану з вмістом кисню 40% (ваг.) складає 1870°C.

Для визначення закономірностей розчинення частинок діоксиду титану в розплав титану скористаємося математичною моделлю розчинення кисневмісних тугоплавких включень титану в розплав титану. Вважатимемо, що частка діоксиду титану, поміщена в розплав титану, має форму кулі радіуса R_{in} , а її температура дорівнює температурі розплаву T_{in} . У цьому випадку рівняння дифузії кисню у включенні у сферичній системі координат матиме вигляд:

$$\frac{\partial C_o}{\partial \tau} = \frac{1}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} (D_o r^2 \frac{\partial C_o}{\partial r}), \quad (1)$$

де r - поточний радіус, в межах від 0 до R_{in} , м; $C_o = C_o(r, \tau)$ - концентрація кисню у включенні, %; $D_o = D_o(C_o)$ - коефіцієнт дифузії кисню у твердій частинці, м²/с; τ - час з моменту початку процесу розчинення, с.

Гранична умова у центрі частинки визначається умовами симетричності:

$$\left. \frac{\partial C_o}{\partial r} \right|_{r=0} = 0. \quad (2)$$

Так як після проходження прикордонного дифузійного шару в розплав атоми кисню відносяться в об'єм рідкого металу конвективними потоками, то гранична умова на поверхні включення матиме вигляд:

$$-D_o \left. \frac{\partial C_o}{\partial r} \right|_{r=R_m} = \beta_o (C|_{r=R_m} - LC_o^L) \quad (3)$$

де β_o - коефіцієнт масопередачі кисню у розплав титану, м/с; L - рівноважний коефіцієнт розподілу кисню між твердою та рідкою фазами; C_o^L - концентрація кисню в об'ємі розплаву, %. У першому наближенні рівноважний коефіцієнт розподілу кисню між фазами L можна прийняти рівним 1.5 і вважати постійним.

Початковий розподіл концентрації кисню в об'ємі включення приймемо постійним:

$$C_o(r, 0) = 40\% \quad (4)$$

Для чисельного розв'язання математичної моделі (1) – (4) скористаємося кінцево-різницеvim методом Кранка-Ніколсона. Апроксимацію рівняння (1) проведемо за неявним шеститочковим шаблоном, який забезпечує безумовну стійкість і збіжність чисельного рішення.

Дослідження динаміки розподілу кисню в об'ємі включення з допомогою математичної моделі, показало, що характер розчинення частки діоксиду титану істотно залежить від температури розплаву. При температурі 2000 К по всьому об'єму включення, за винятком вузького шару на межі розділу фаз, концентрація кисню постійна, а в приповерхневому шарі товщиною близько 100 мкм спостерігається різке зменшення вмісту кисню від його вихідного вмісту до концентрації, відповідної лінії АС1 (лінії ліквідус) при даній температурі (рисунок 1), причому зниження концентрації кисню з 40% до 12-13% відбувається в підшарі завтовшки всього 2-3 мкм. З часом зовнішні шари включення (з низьким вмістом кисню) розчиняються, а

градієнт концентрації приблизно постійної форми, у міру розчинення частинки, переміщається до центру включення разом із поверхнею розділу фаз.

При температурі 1950 К розподіл кисню в об'ємі включення має такий же характер, що і при 2000 К, проте розчинення частки не відбувається аж до зниження концентрації кисню в центрі частки до 10%, після чого частка впродовж 20 с розчиняється (рисунок 2).

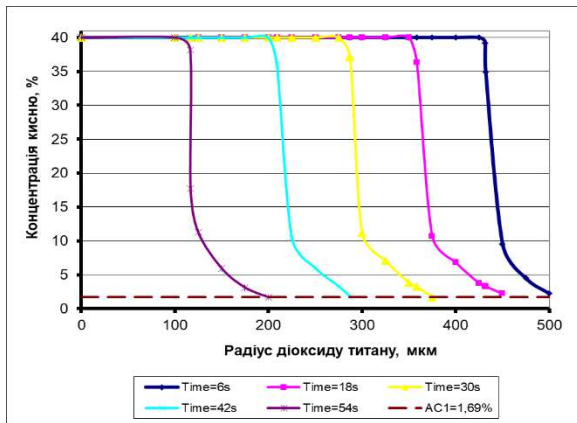


Рисунок 1 - Розподіл концентрації кисню в частинці діоксиду титану в залежності від часу при температурі 2000 К.

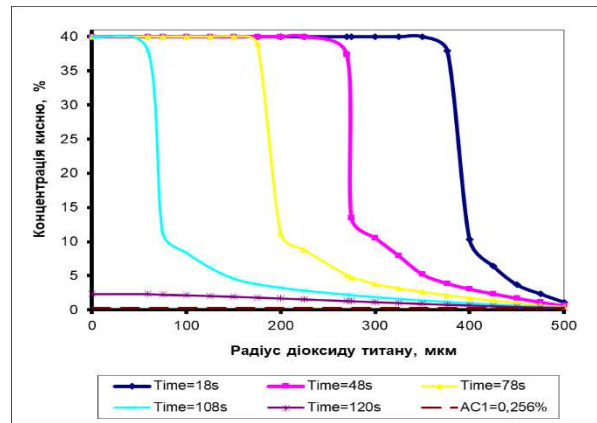


Рисунок 2 - Розподіл концентрації кисню в частинці діоксиду титану в залежності від часу при температурі 1950 К.

Аналіз залежності радіусу частинки діоксиду титану від часу перебування в розплаві (рисунок 3) показує, що при температурі 2000 К частинка діоксиду титану розчиняється практично з постійною швидкістю (швидкість переміщення міжфазної поверхні становить 7.1-7.5 мкм/с), і лише на останньому етапі швидкість розчинення збільшується до 22 мкм/с. При температурі 1950 °С на початковому етапі розчинення розміри частинки діоксиду титану залишаються практично незмінними, а потім розчиняється частинка з середньою швидкістю до 25 мкм/с.

Вплив температури рідкого титану на час розчинення частинок діоксиду титану дуже суттєвий, і зі зростанням температури час існування включення у розплаві різко скорочується (рисунок 4). Так, наприклад, для частинки TiO_2 діаметром 1 мм збільшення перегріву розплаву на 100 К (з 1950 К до 2050 К) зменшує тривалість розчинення включення майже вчетверо - з 2,5 хвилин до 41 секунди.

Час існування включення TiO_2 в рідкому титані істотно залежить від його лінійних розмірів (рисунок 5), причому ступінь цієї залежності зростає при зниженні температури. Якщо при температурі розплаву 2000-2050 К збільшення або зменшення діаметра включення в два рази відповідно збільшує або зменшує час розчинення в 2.5 рази, то при температурі розплаву 1950 К збільшення або зменшення діаметра включення в два рази відповідно збільшує або зменшує час розчинення в 3.5 рази.

Концентрація кисню в розплаві титану на час розчинення включення впливає незначно (рисунок 6), за винятком випадку невеликого перегріву розплаву вище температури плавлення титану. В останньому випадку рівноважна концентрація кисню на поверхні твердої частки може наблизитися, або навіть перевершувати,

рівноважну концентрацію кисню лінії АС1 діаграми стану системи титан-кисень (лінія «ліквідус»). При цьому час розчинення включення значно зростає, процес розчинення включення може навіть зупинитися.

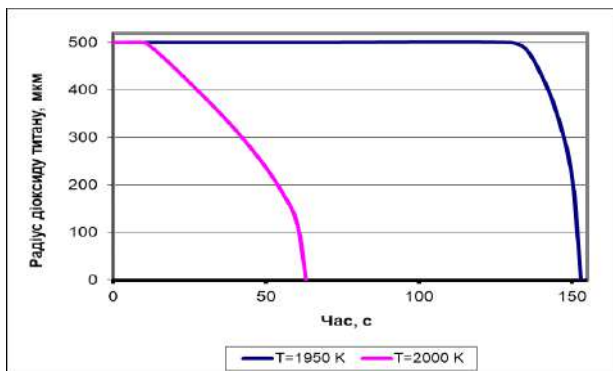


Рисунок 3 - Залежність радіусу частинки діоксиду титану від часу перебування у розплаві

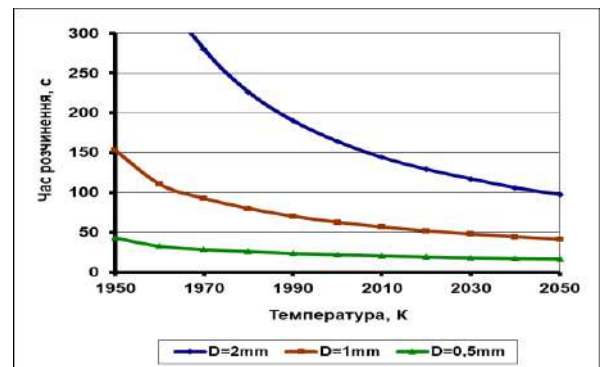


Рисунок 4 - Залежність часу розчинення частинки діоксиду титану від температури при різних розмірах включення

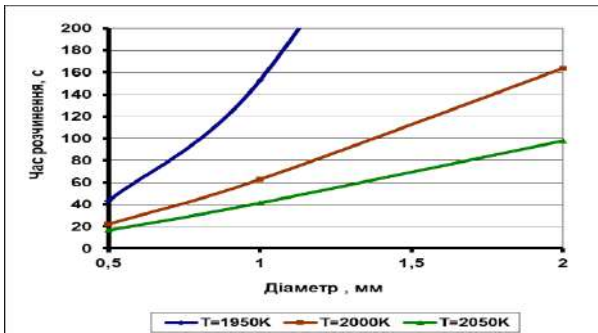


Рисунок 5 - Залежність часу розчинення частки діоксиду титану від діаметра при різних температурах

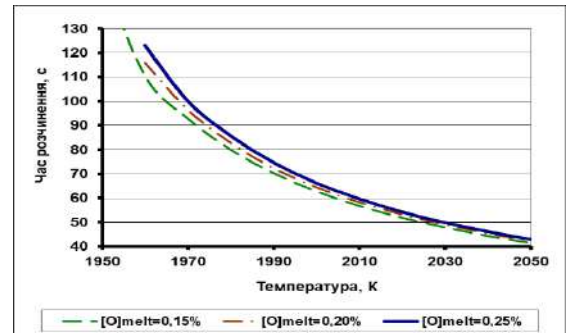


Рисунок 6 - Залежність часу розчинення частки діоксиду титану від температури при різних концентраціях кисню в розплаві

Таким чином, встановлені закономірності розчинення частинки діоксиду титану в рідкому титані дозволяють зробити висновок про те, що для забезпечення повного засвоєння кисню в процесі плавки з вихідної шихти, легованої порошком діоксиду титану, необхідно підвищувати температуру розплаву, зменшувати фракційний склад порошку TiO_2 і не допускати його агрегування у частинки більшого розміру.

З метою отримання рівномірного регламентованого вмісту кисню в отримуваних зливках титану марки Grade2 та Grade3 було запропоновано спосіб формування шихтової заготовки, який базується на тому, що рівномірно по довжині вихідної шихтової заготовки у якості легуючого елементу наноситься вододисперсійна емульсія порошку TiO_2 (рисунок 7), з подальшою сушкою шихтової заготовки (рисунок 8).

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

$$M[TiO_2] = K \times (M_{злв} \times [O]_{зад} \% - M_{заг} \times [O]_{заг} \%) \quad (5)$$

де $M[TiO_2]$ – маса порошку TiO_2 для приготування його вододисперсійної емульсії;

$K = 0,025$ – коефіцієнт пропорційності, який враховує відсоток кисню в порошку TiO_2 ;

$M_{злив}$ – маса зливка;

$[O]_{зад}\%$ - заданий відсоток кисню в зливку;

$M_{заг}$ – маса шихтової заготовки;

$[O]_{заг}\%$ - відсоток кисню в шихтовій заготовці.

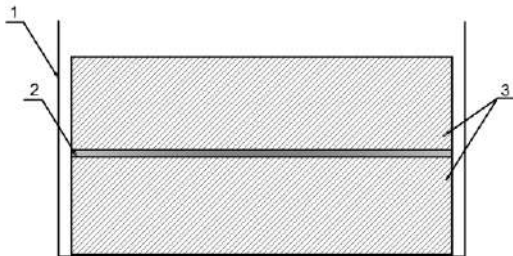


Рисунок 7 - Схема поперечного перерізу шихтової заготовки: 1- невитратний короб; 2 - шар порошку TiO_2 ; 3 – шихтова заготовка.

Рисунок 8 – Сушка шихтової заготовки з додаванням діоксидом титану для плавки титану марки Grade 3

Взявши за основу раніше проведені розрахунки та враховуючи геометрію проміжної ємності електронно-променевої установки UE-5810 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 $\varnothing 600$ мм до $0,14$ кВт/см², та до $0,11$ кВт/см² для зливка $\varnothing 1100$ мм. При цьому швидкість плавки становила 270 кг/год для зливка $\varnothing 600$ мм та 275 кг/год $\varnothing 1100$ мм (рисунок 9). В результаті проведених плавок були отримані - партія зливків титану марки Grade 2 $\varnothing 600$ мм та зливков з титану марки Grade 3 $\varnothing 1100$ мм та довжиною до 3 м (рисунок 10).

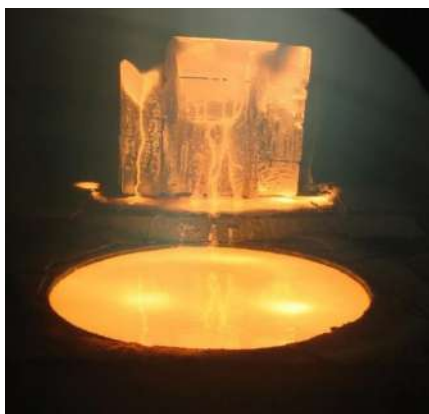


Рисунок 9 - Процес плавки зливка $\varnothing 1100$ мм титану марки Grade 3



Рисунок 10 - Зовнішній вигляд зливка титану марки Grade 3 $\varnothing 1100$ мм після ЕПП

Дослідження хімічного складу отриманих запропонованим способом зливків показало (таблиця 2), що вміст домішкових елементів відповідає вимогам стандартів для титану марки Grade 2 та Grade 3. Аналіз результатів дослідження хімічного складу зливків з регламентованим вмістом кисню, показав, що запропонований спосіб

легування порошком діоксиду титану та метод розрахунку необхідної його кількості дозволяє чітко забезпечувати необхідний рівень кисню в металі зливоків при умові точного дотримання режимів плавки.

Таблиця 2 - Хімічний склад металу зливоків Ø600мм титану марки Grade 2 та Ø1100мм титану марки Grade 3 отриманих методом ЕПП

Сплав	Частина зливка	Вміст, %.					
		С	Fe	О	N	H	Ін.
Grade 2	Верх	0,01	0,10	0,13	0,01	0,002	0,11
	Середина	0,02	0,09	0,14	0,02	0,002	0,13
	Низ	0,01	0,11	0,16	0,01	0,002	0,14
Grade 3	Верх	0,01	0,08	0,28	0,01	0,002	0,11
	Середина	0,01	0,10	0,29	0,01	0,002	0,12
	Низ	0,01	0,11	0,30	0,01	0,002	0,10
ASTM B977-13		≤0,08	≤0,30	≤0,35	≤0,05	≤0,003	≤0,40



Рисунок 11 - Зовнішній вигляд зливка титану марки Grade3 Ø1100мм після механічної обробки.



Рисунок 12 - Макроструктура зливка Ø1100 мм Grade 3

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 зливоків не більше ніж $\pm 0,02\%$.

Для подальшої деформаційної обробки поверхневий шар отриманого методом ЕПП великогабаритного зливка титану марки Grade 3 діаметром 1100 мм був видалений на глибину до 10 мм шляхом механічної обробки (рисунок 11).

Аналіз макроструктури зливка Ø1100 мм показав, що отриманий метал щільний, однорідний, з відсутністю зон по перетину зливка, що по-різному травляться (рисунок 12). Істотної різниці в структурі центральної зони зливка і периферійної зони не спостерігається, характерної для зливоків ВДП сегрегації легуючих елементів не виявлено. Макроструктура металу на досліджуваному темплеті характеризується кристалами близькими до рівновісних розміром від 25 до 50 мм.

Таким чином технологія ЕПП з проміжною ємністю дає можливість отримувати великогабаритні зливки титану та його сплавів, які відповідають всім вимогам, що пред'являються промисловістю до

якості їх металу, та дозволяє організувати в Україні конкурентоспроможне виробництво таких зливків.

У четвертому розділі проведено вивчення особливостей процесів випаровування легуючих компонентів зі зливків мікролегованих сплавів титану в умовах вакууму та дії електронно-променевого нагрівання. Розроблено технологію одержання зливків мікролегованих кремнієм титанового сплаву методом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю.

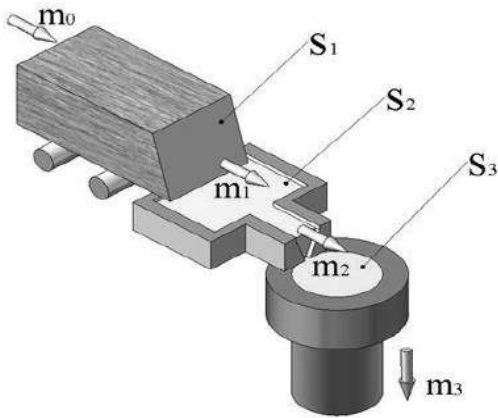


Рисунок 13 - Схема ЕПП з проміжною ємністю.

Характерною особливістю технології ЕПП є те, що в процесі плавки взаємодія рідкого металу з вакуумом відбувається на трьох стадіях - на торці витратної заготовки, в проміжній ємності і кристалізаторі (рисунок 13).

При цьому час перенесення рідкого металу з торця витратної заготовки в проміжну ємність і з проміжної ємності в кристалізатор незначні і на процеси випаровування практично не впливають.

Математична модель процесів випаровування при ЕПП будується на основі рівнянь матеріального балансу алюмінію, титану та інших легуючих елементів для кожної стадії плавлення, при цьому зв'язки між стадіями замінюють масопотоками.

Рівняння матеріального балансу алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану для рідкого металу на торці витратної заготовки має вигляд:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_1} \rho[Al]_1 dV &= m_0[Al]_0 - S_1 \pi_1^{Al} - m_1[Al]_1; \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_1} \rho[Mo]_1 dV &= m_0[Mo]_0 - S_1 \pi_1^{Mo} - m_1[Mo]_1, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_1} \rho[Zr]_1 dV &= m_0[Zr]_0 - S_1 \pi_1^{Zr} - m_1[Zr]_1 \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_1} \rho[Si]_1 dV &= m_0[Si]_0 - S_1 \pi_1^{Si} - m_1[Si]_1, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_1} \rho[Ti]_1 dV &= m_0[Ti]_0 - S_1 \pi_1^{Ti} - m_1[Ti]_1, \end{aligned} \quad (6)$$

де V_1 – об'єм рідкого металу на торці заготовки, m^3 ; ρ – щільність розплаву, $кг/м^3$; S_1 – площа рідкого металу на торці заготовки, $м^2$; π_1^{Al} , π_1^{Mo} , π_1^{Zr} , π_1^{Si} , π_1^{Ti} – питомі потоки алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану через міжфазну поверхню в парову фазу, $кг/(с \cdot м^2)$; m_1 – масова швидкість надходження розплаву з торця заготовки в проміжну ємність, $кг/с$.

Записавши рівняння матеріального балансу алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану для рідкого металу в проміжній ємності, отримуємо:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_2} \rho[Al]_2 dV &= m_1[Al]_1 - S_2 \pi_2^{Al} - m_2[Al]_2; \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_2} \rho[Mo]_2 dV &= m_1[Mo]_1 - S_2 \pi_2^{Mo} - m_2[Mo]_2, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_2} \rho[Zr]_2 dV &= m_1[Zr]_1 - S_2 \pi_2^{Zr} - m_2[Zr]_2 \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_2} \rho[Si]_2 dV &= m_1[Si]_1 - S_2 \pi_2^{Si} - m_2[Si]_2, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_2} \rho[Ti]_2 dV &= m_1[Ti]_1 - S_2 \pi_2^{Ti} - m_2[Ti]_2, \end{aligned} \quad (7)$$

де V_2 – об’єм рідкого металу в проміжній ємності, m^3 ; S_2 – площа вільної поверхні рідкого металу в проміжній ємності, m^2 ; π_2^{Al} , π_2^{Mo} , π_2^{Zr} , π_2^{Si} , π_2^{Ti} – питомі потоки алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану з проміжної ємності в парову фазу, $кг/(с \cdot m^2)$; m_2 – масова швидкості надходження розплаву з проміжної ємності в кристалізатор, $кг/с$.

Для розплаву в кристалізаторі рівняння матеріального балансу алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану, з урахуванням затвердіння розплаву на фронті кристалізації, матимуть вигляд:

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_3} \rho[Al]_3 dV &= m_2[Al]_2 - S_3 \pi_3^{Al} - m_3[Al]_3; \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_3} \rho[Mo]_3 dV &= m_2[Mo]_2 - S_3 \pi_3^{Mo} - m_3[Mo]_3, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_3} \rho[Zr]_3 dV &= m_2[Zr]_2 - S_3 \pi_3^{Zr} - m_3[Zr]_3, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_3} \rho[Si]_3 dV &= m_2[Si]_2 - S_3 \pi_3^{Si} - m_3[Si]_3, \\ \frac{\partial}{\partial \tau} \int_{V_3} \rho[Ti]_3 dV &= m_2[Ti]_2 - S_3 \pi_3^{Ti} - m_3[Ti]_3, \end{aligned} \quad (8)$$

де V_3 – об’єм рідкого металу в кристалізаторі, m^3 ; S_3 – площа вільної поверхні рідкого металу в кристалізаторі, m^2 ; π_3^{Al} , π_3^{Mo} , π_3^{Zr} , π_3^{Si} , π_3^{Ti} – питомі потоки алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану з кристалізатора в парову фазу, $кг/(с \cdot m^2)$; m_3 – масова швидкість твердіння розплаву в кристалізаторі, $кг/с$.

Математична модель процесів випаровування компонентів сплаву ВТ9 при електронно-променевої плавці з проміжною ємністю має наступний вигляд:

$$\begin{aligned} m_{j-1}[Al]_{j-1} &= (S_j \rho_{Ti} \beta_j^{Al} + m_j)[Al]_j; \\ m_{j-1}[Mo]_{j-1} &= (S_j k_j^{Mo} + m_j)[Mo]_j; \\ m_{j-1}[Zr]_{j-1} &= (S_j k_j^{Zr} + m_j)[Zr]_j; \\ m_{j-1}[Si]_{j-1} &= (S_j k_j^{Si} + m_j)[Si]_j; \\ m_{j-1}[Ti]_{j-1} &= (S_j k_j^{Ti} + m_j)[Ti]_j; \\ m_{j-1} &= m_j + S_j (\rho_{Ti} \beta_j^{Al} [Al]_j + k_j^{Mo} [Mo]_j + \\ &\quad + k_j^{Zr} [Zr]_j + k_j^{Si} [Si]_j + k_j^{Ti} [Ti]_j); \end{aligned} \quad (9)$$

де $j = 1, 2, 3$ – стадії процесу випаровування при ЕПП.

В цілому, математична модель являє собою систему нелінійних алгебраїчних рівнянь, яку вирішували чисельними методами.

Отримана математична модель (9) встановлює залежність концентрації алюмінію, молібдену, цирконію, кремнію та титану в отриманому методом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю зливку сплаву ВТ9, від швидкості плавки, концентрації легуючих елементів в витратній заготовці і температури розплаву.. Дана модель дозволяє прогнозувати хімічний склад виплавлених зливок титанового сплаву ВТ9 і може бути використана для отримання зливок з необхідним хімічним складом.

Для перевірки адекватності математичної моделі на електронно-променевої установці УЕ5812 було проведено експериментальну плавку зливку титанового сплаву ВТ9 в кристалізатор $\varnothing 600$ мм. Масова швидкість плавки складала 510 $кг/год$, потужність електронно-променевого нагріву поверхні розплаву в кристалізаторі

дорівнювала 205 кВт, потужність електронно-променевого нагріву поверхні розплаву в проміжній ємності та на торці вихідної заготовки – 515 кВт.

За допомогою побудованої математичної моделі процесів випаровування при електронно-променевому плавленні титанового сплаву ВТ9 для вищенаведених режимів плавлення було визначено розрахунковий вміст легуючих елементів в зливку сплаву ВТ9 Ø 600 мм. При розрахунках по математичній моделі (9), зважаючи на високу потужність електронно-променевого нагріву при ЕПП, було прийнято, що перегрів вільної поверхні розплаву в проміжній ємності та кристалізаторі вище температури плавлення титану складає 100 К.

Аналіз хімічного складу отриманого зливка показав, що побудована математична модель описує процес випаровування легуючих елементів з титанового сплаву ВТ9 при ЕПП з досить високим ступенем точності (таблиця 3). Відносна похибка розрахункових результатів від експериментальних даних при електронно-променевій плавці зливків сплаву ВТ9 складала: 4% (відн.) для алюмінію; менше 1% (відн.) для молібдену, 9% (відн.) для цирконію і 3% (відн.) для кремнію.

Таблиця 3 - Фактичний і розрахунковий хімічний склад зливку титанового сплаву ВТ9

Характеристика металу	Вміст елементів, мас.%				
	Al	Mo	Zr	Si	Ti
Вихідна шихта	7.30	3.50	1.36	0.30	Залишок
Зливок ЕПП (експер.)	6.13	3.57	1.27	0.29	
Зливок ЕПП (розрах.)	6.36	3.55	1.38	0.30	

Для аналізу впливу технологічних параметрів електронно-променевої плавки і хімічного складу початкової шихти на хімічний склад зливків, що виплавляються, за допомогою математичної моделі (13) були визначені залежності вмісту легуючих елементів в зливку титанового сплаву ВТ9 діаметром 600 мм від швидкості плавки при різному хімічному складі вихідної шихти $[Al]_0$, $[Mo]_0$, $[Zr]_0$, $[Si]_0$, (рисунок 14 – 17).

Вивчення отриманих результатів розрахунків показує, що втрати легуючих елементів на випаровування залежать від їх фізико-хімічних властивостей: якщо вміст алюмінію та кремнію в процесі плавлення зменшується (рисунок 14, 15), то вміст молібдену і цирконію навпаки – збільшується (рисунок 16, 17), у порівнянні з вмістом цих елементів в початковій шихті. Така поведінка легуючих елементів в процесі плавки пояснюється тим, що пружність пари алюмінію та кремнію при заданій температурі вища за пружність пари титану, тоді як пружність пари молібдену та цирконію менша за пружність пари титану. Як наслідок, згідно закону Ленгмюра, швидкість випаровування титану менша за швидкість випаровування алюмінію та кремнію та більша за швидкість випаровування молібдену і цирконію. Тому концентрація алюмінію та кремнію в зливку ЕПП відповідно зменшується у порівнянні з їх концентрацією в початковій шихті, а концентрація молібдену та цирконію - збільшується.

Для оптимізації процесу ЕПП титанового сплаву ВТ9 критично важливим є вивчення поведінки такого легуючого елементу, як алюміній. Це обумовлено втратами алюмінію при ЕПП та значним впливом алюмінію на структуру та механічні властивості титанових сплавів.

Залежність вмісту алюмінію в зливку ЕПП від швидкості плавки має нелінійний характер. При фіксованому складі вихідної шихти при невеликих швидкостях плавки до (300 кг/год) втрати алюмінію на випаровування досить суттєві та сильно залежать від швидкості плавки (рисунок 14). Так, наприклад, при вмісті алюмінію в початковій шихті 7% зменшення швидкості плавки з 300 до 100 кг/год призводить к збільшенню втрат алюмінію на випаровування з 1.25% до 3%, тобто в 2.4 рази. При швидкостях плавки понад 300 кг/год втрати алюмінію на випаровування значно менші, а їх залежність від швидкості плавки доволі слабка. При збільшенні швидкості плавки з 400 до 600 кг/год втрати алюмінію на випаровування зменшуються з 0.96% до 0.66%, тобто в 1.5 рази.

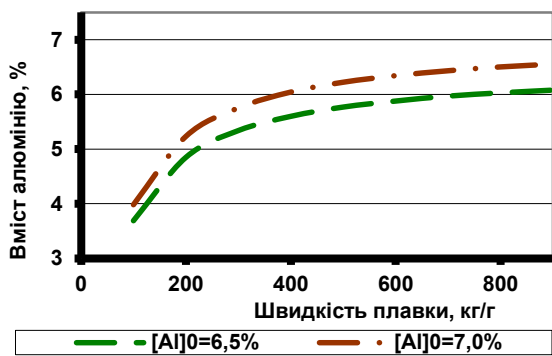


Рисунок 14 - Залежності вмісту алюмінію в зливку сплаву ВТ9 від швидкості плавки при різному вмісті алюмінію в початковій шихті.

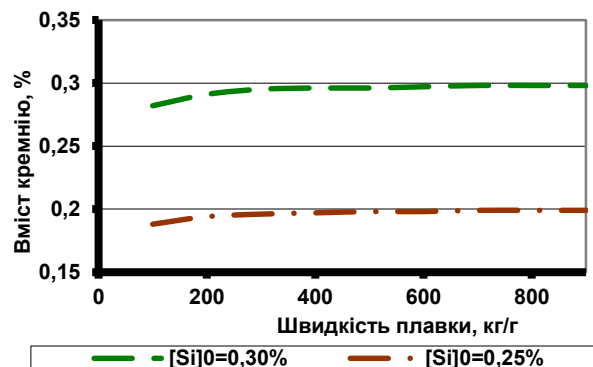


Рисунок 15 - Залежності вмісту кремнію в зливку сплаву ВТ9 від швидкості плавки при різному вмісті кремнію в початковій шихті.

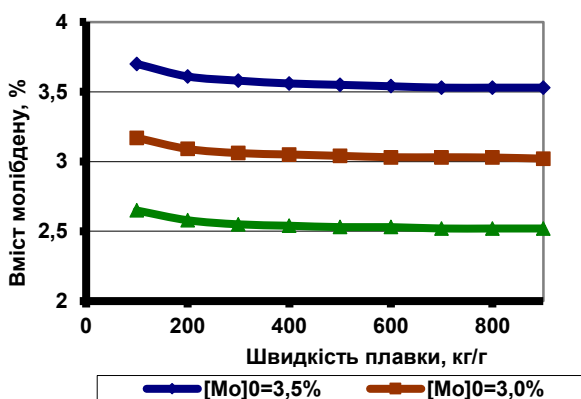


Рисунок 16 - Залежності вмісту молібдену в зливку сплаву ВТ9 від швидкості плавки при різному вмісті молібдену в початковій шихті.

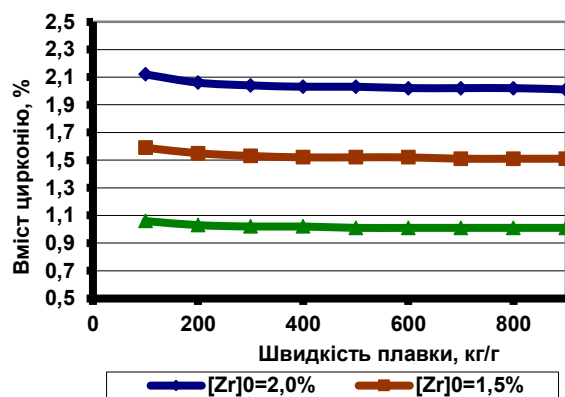


Рисунок 17 - Залежності вмісту цирконію в зливку сплаву ВТ9 від швидкості плавки при різному вмісті цирконію в початковій шихті.

Слід зазначити, що втрати алюмінію випаровуванням сильно залежать від швидкості плавки, тобто часу знаходження титану в рідкому стані, коли алюміній інтенсивно випаровується з розплаву (рисунок 18).

Не зважаючи на відносно слабку залежність втрат алюмінію випаровуванням від концентрації алюмінію в початковій шихті (рисунок 18), детальний аналіз залежності цих втрат від вмісту алюмінію в початковій шихті показав (рисунок 19), що чим більше вміст алюмінію в початковій шихті, тим більші втрати алюмінію на випаровування.

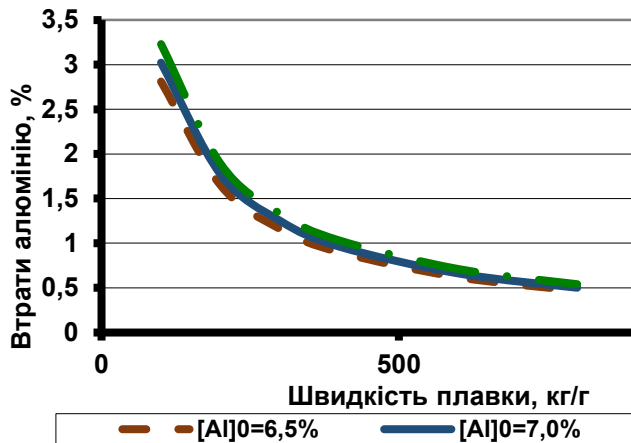


Рисунок 18 - Втрати алюмінію випаровуванням в залежності від швидкості плавки при різній концентрації алюмінію в початковій шихті.

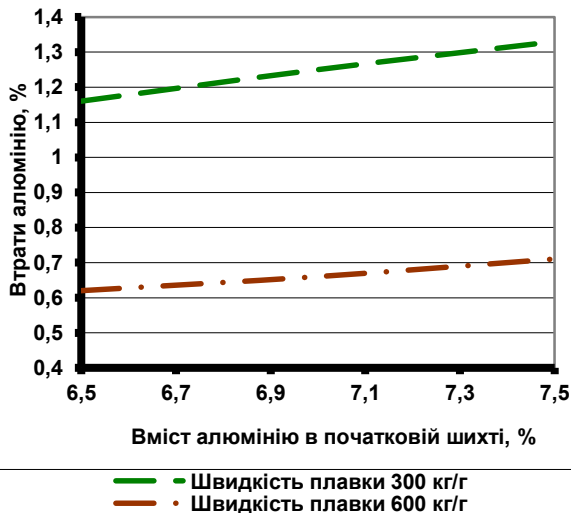


Рисунок 19 - Втрати алюмінію випаровуванням в залежності від вмісту алюмінію в початковій шихті

Аналіз втрат алюмінію на випаровування на кожній стадії електронно-променевої плавки (рисунок 20) показав, що в залежності від швидкості плавки відносні втрати алюмінію випаровуванням складають на торці заготовки, що витрачається, приблизно 20-25% від загальних втрат алюмінію в процесі ЕПП, відносні втрати алюмінію випаровуванням в проміжній ємності складають 39-40% від загальних втрат алюмінію, а в кристалізаторі – 34-39%.

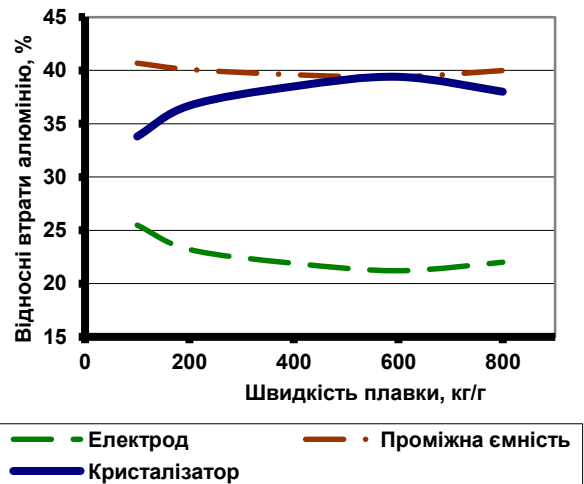


Рисунок 20 - Відносні втрати алюмінію випаровуванням на торці електроду, що витрачається, в проміжній ємності та кристалізаторі в залежності від швидкості плавки

Такий розподіл втрат алюмінію між стадіями плавки слабо залежить від швидкості плавки і обумовлюється, в першу чергу, площею вільної поверхні розплаву

на кожній стадії плавки, з якій відбувається випаровування алюмінію. Даний факт необхідно враховувати при проектуванні технологічного оснащення для виплавки зливок методом ЕПШ.

Таким чином, за результатами проведених розрахунків встановлено, що для забезпечення заданого хімічного складу зливка сплаву ВТ9 Ø600 мм та його високої якості необхідно плавку проводити з швидкістю 400 - 800 кг/год та додавати до початкової шихти алюміній в кількості на 0.75% більше від цільового значення концентрації алюмінію в зливку.

Були проведені роботи по виплавці зливку з титанового сплаву ВТ9 і отримано зливок круглого перетину Ø600 мм довжиною 1500 мм. Результати аналізу хімічного складу металу отриманих зливок показали, що розподіл легуючих елементів по довжині злитків рівномірний, а їх вміст відповідає марочному складу (таблиця 4).

Таблиця 4 - Розподіл легуючих елементів по довжині зливка титанового сплаву ВТ9

Марка сплаву	Частина зливка	Вміст, мас. %						
		Al	Mo	Fe	Zr	Si	O	N
ВТ9	Верхня	6,06	3,63	0,21	1,69	0,32	0,11	0,012
	Середня	6,13	3,68	0,14	1,64	0,32		
	Нижня	6,64	3,21	0,22	1,67	0,31		
ОСТ1 90013-81		5,8-7,0	2,8-3,8	≤0,25	1,0-2,0	0,20-0,35	<0,15	<0,05

З метою перевірки ефективності застосування електронно-променевого оплавлення поверхневого шару зливок жароміцного титанового сплаву на виробничих потужностях ДП «НВЦ «Титан» ІЕЗ ім. Є. О. Патона НАН України» були проведені комплексні дослідницькі роботи з виплавки партії зливок діаметром 600 мм та довжиною до 2 м, та оплавлення їх бокової поверхні електронним променем.

Результати досліджень масової концентрації легуючих елементів у металі оплавленого шару зливок жароміцного титанового сплаву ВТ9 показали, що їх вміст відповідає марочному складу, спостерігається зниження вмісту алюмінію, легуючого елементу з пружністю пари вище, ніж у основи сплаву, і підвищення вмісту молібдену, цирконію, легуючих елементів з пружністю пари нижче, ніж у основи сплаву (таблиця 5).

Таблиця 5 - Масова концентрація легуючих елементів у металі оплавленого шару зливок жароміцного титанового сплаву ВТ9

Місце відбору проб	Вміст, мас. %						
	Al	Mo	Fe	Zr	Si	O	N
Основа	6,64	3,63	0,21	1,64	0,32	0,11	0,012
Оплавлений шар	6,13	3,68	0,20	1,69	0,32	0,13	0,016
ОСТ1 90013-81	5,8 - 7,0	2,8 - 3,8	≤0,25	1,0 - 2,0	0,20 - 0,35	<0,15	<0,05



Рисунок 21 -
Макроструктура зливка
Ø600 мм ВТ9 з оплавленою

Експериментальна оцінка глибини проплавлення поверхневого шару зливоків за вказаними вище режимами проводилася на поперечних темплетях і становила до 8 мм (рисунок 21). При цьому бічна поверхня зливоків мала рівний мікрорельєф, дзеркальний вигляд із характерним вакуумним травленням, без тріщин, розривів та незлитин.

Дослідження мікроструктури зразків показало, що оплавлений шар складається з ділянок з одиничними α -пластинами, проміжки між якими займають дисперсні частинки. У металі оплавленого шару присутні також ділянки структури, де α -пластини зібрані в колонії різних розмірів, а дисперсні частинки знаходяться в проміжках між паралельними пластинами (рисунок 22).

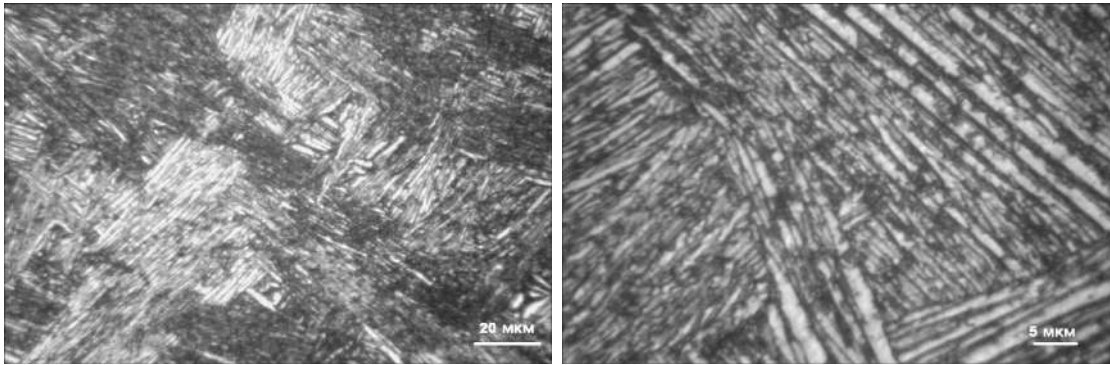


Рисунок 22 - Мікроструктура металу оплавленого шару зливка

З метою дослідження якості металу зливоків жароміцних сплавів титану отриманих методом ЕПП, були проведені роботи по виготовленню кованих прутків Ø300 мм із зливка Ø600 мм сплаву ВТ9.

Для подальших досліджень з трьох темплетів методом електроіскрового різання було виготовлено зразки для визначення механічних характеристик та температури поліморфного перетворення титанового сплаву ВТ9. Експериментально визначена температура поліморфного перетворення ($T_{пп}$) для даних зразків титанового сплаву ВТ9 склала $T_{пп} = 950^{\circ}\text{C}$.

Механічні властивості визначали при температурах 20°C та 500°C після проведення вищенаведеної термічної обробки. Випробування на відповідність вимогам стандартів включали в себе випробування на розтяг, ударну в'язкість, твердість (таблиця 6).

Проведені механічні іспити зразків після термічної обробки показали повну відповідність механічних характеристик напівфабрикатів з титанового сплаву ВТ9, отриманого методом ЕПП, вимогам стандартів.

Таблиця 6 – Механічні властивості зразків деформованого напівфабрикату титанового сплаву ВТ9 після додаткової термообробки

Сплав	σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	КСУ, Дж/см ²	Твердість, НВ
ВТ9	1068-1146	7-12	16-29	23-30	321
ОСТ1.90107-73	932-1177	>6	>14	>29	269-363

ВИСНОВКИ

1. Проведені розрахунки в рамках математичної моделі процесу розчинення кисневмісних тугоплавких включень титану в розплаві титану при ЕПП дозволили встановити, що вплив температури рідкого титану на час розчинення частинок діоксиду титану дуже суттєвий, і зі зростанням температури час існування включення у розплаві різко скорочується. Так, для частинки TiO_2 діаметром 1 мм збільшення перегріву розплаву на 100 К (з 1950 К до 2050 К) зменшує тривалість розчинення включення майже вчетверо - з 2,5 хвилин до 41 секунди.
2. Встановлено закономірності розчинення частинки діоксиду титану в рідкому титані, які показали, що для забезпечення повного засвоєння кисню в процесі плавки з вихідної шихти, легованої порошком діоксиду титану, необхідно підвищувати температуру розплаву, зменшувати фракційний склад порошку TiO_2 і не допускати його агрегування у частинки більшого розміру.
3. Методами математичного моделювання були визначено залежності вмісту легуючих елементів в зливку титанового сплаву ВТ9 мікролегованого кремнієм. Показано, що втрати легуючих елементів на випаровування залежать від їх фізико-хімічних властивостей: якщо вміст алюмінію та кремнію в процесі плавлення зменшується то вміст молібдену і цирконію навпаки – збільшується, у порівнянні з вмістом цих елементів в початковій шихті.
4. За результатами проведених розрахунків встановлено, що для забезпечення заданого хімічного складу зливка сплаву ВТ9 $\varnothing 600$ мм та його високої якості необхідно плавку проводити з швидкістю 400 - 800 кг/год та додавати до початкової шихти алюміній в кількості на 0.75% більше від цільового значення концентрації алюмінію в зливку.
5. З використанням отриманих методом математичних моделювань даних ведення процесу ЕПП відпрацьовано технологічні режими та одержано зливки $\varnothing 600$ мм сплаву ВТ9 та $\varnothing 1100$ мм титану марок Grade 2 і Grade 3. Базуючись на одержаних результатах розроблено технологію отримання методом ЕПП злиwkів сплавів титану мікролегованих киснем та кремнієм та показано, що зливки отримані за технологією ЕПП із застосуванням прийомів мікролегування, характеризуються високою однорідністю як за хімічним складом, так і за структурою, та відсутністю дефектів у вигляді пор та неметалевих включень.
6. Визначено масову концентрацію легуючих елементів у металі оплавленого шару злиwkів $\varnothing 600$ мм жароміцного титанового сплаву ВТ9 та показано, що в процесі оплавлення відбувається зниження вмісту алюмінію, яке не перевищує 10% його відносного вмісту в складі сплаву, а також незначне підвищення вмісту молібдену та цирконію.

7. Відпрацьовано технологічні режими та вперше в світовій практиці проведено оплавлення бічної поверхні зливків титану марки Grade 2 і Grade 3 Ø1100 мм, що дозволяє підвищити вихід придатного на 4-8% маси зливка.
8. Відпрацьовано режими гарячої деформаційної обробки сплаву титану VT9 мікролегованого кремнієм, які дозволили одержати достатньо високі показники міцності при достатньо високих показниках пластичності.
9. Розроблена технологія впроваджена в промислове виробництво зливків діаметром від 600 мм до 1100 мм та довжиною до 4 метрів мікролегованих киснем та кремнієм титанових сплавів, які постачаються як вітчизняним заводам, так і за кордон.

ОСНОВНІ ПУБЛІКАЦІЇ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

Статті у наукових фахових виданнях, які індексуються у міжнародних наукометричних базах Scopus та Web of Science

1. Akhonin S., Pikulin O., Berezos V., Severyn A., **Erokhin O.**, Kryzhanovskyi V. Determination the Structure and Properties of heat-resistant titanium alloys VT3-1 and VT9 obtained by the electron beam melting Eastern-European Journal of Enterprise Technologies, 5 (12 (119)), 6–12. doi: <https://doi.org/10.15587/1729-4061.2022.265014>

Статті у наукових фахових виданнях

2. Патон Б.Е., Тригуб Н.П., Жук Г.В., Березос В.А., **Ерохин А.Г.** Перспективы производства титановых труб для нефтегазовой промышленности способом ЭЛПЕ Современная электрометаллургия. - 2008г. - №4. – С. 10-13.
3. Березос В.А., **Ерохин А.Г.** Рафинирование кремния методом электронно-лучевой плавки Современная электрометаллургия. - 2009г. - №3. – С. 29-31.
4. С.В. Ахонин, А.Ю. Северин, В.А. Березос, **А.Г. Ерохин** Математическое моделирование процессов испарения при выплавке слитков многокомпонентных титановых сплавов в электронно-лучевой установке с промежуточной емкостью Современная электрометаллургия. - 2013г. - №4. . С. 34–39.
5. С. В. Ахонин, В. А. Березос, А. Н. Пикулин, Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Электронно-лучевое оплавление поверхности слитков сплавов титана Современная электрометаллургия. - 2014г. - №2. С. 21–25.
6. Ахонин С.В., Березос В.А., Крыжановский В.А., Пикулин А.Н., **Ерохин А.Г.** Получение трубных заготовок из титанового сплава VT14 методом ЭЛП. Современная электрометаллургия. - 2014г. - №3. С. 21–25.
7. Ахонин С.В., Березос В.О., Пикулин А.Н., Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Электронно-лучевая плавка жаропрочных сплавов на основе никеля. Современная электрометаллургия. - 2015г. - №4. – С. 9-13.
8. Ахонин С.В., Северин А.Ю., Березос В.О., Пикулин О.М., **Ерохин А.Г.** Особенности выплавки слитков титанового сплава VT19 в электронно-лучевой установке с промежуточной емкостью Современная электрометаллургия. - 2016г. - №2. С. 23–27.
9. Ахонин С.В., Селин Р.В., Березос В.А., Пикулин А.Н., Северин А.Ю. **Ерохин А.Г.** Разработка нового высокопрочного титанового сплава Современная электрометаллургия. - 2016г. - №4. С. 22–27.

10. Ахонин С.В., Березос В.А., Пикулин А.Н., Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Электронно-лучевая плавка нового высокопрочного титанового сплава Т120 Современная электрометаллургия. - 2017г. - №1. С. 15–21.
 11. Ахонин С.В., Белоус В.Ю., Северин А.Ю., Березос В.А., Пикулин А.Н., **Ерохин А.Г.** Структура и свойства нового высокопрочного титанового сплава Т120, полученного способом ЭЛП после деформационной и термической обработки. Современная электрометаллургия. - 2017г. - №2. С. 11–16.
 12. Ахонин С.В., Северин А.Ю., Белоус В.Ю., Березос В.А., Пикулин А.Н., **Ерохин А.Г.** Структура и свойства титанового сплава ВТ19, полученного способом электронно-лучевой плавки, после термомеханической обработки. Современная электрометаллургия. - 2017г. - №3. С. 19–24.
 13. Ахонин С.В., Березос В.А., Пикулин А.Н., Северин А.Ю., Шваб С.Л. **А.Г.Ерохин** Особенности получения крупных слитков алюминидов титана в электронно-лучевых установках Современная электрометаллургия. - 2018г. - №3. С. 8–15.
 14. С.В. Ахонин, В.А. Березос, А.Н. Пикулин, А.Ю. Северин, **А.Г. Ерохин** Формирование расходуемых электродов из брикетированного губчатого титана в электронно-лучевой установке. Сучасна електрометалургія. –2019. –№4. –С. 25-31. DOI: <http://dx.doi.org/10.15407/sem2019.04.04>
 15. С.В. Ахонін, О.М. Пікулін, В.О. Березос, А.Ю. Северин, **О.Г. Єрохін** Виробництво зливків титану з регламентованим вмістом кисню способом електронно-променевої плавки Сучасна електрометалургія. –2021. –№3. –С. 13-18. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2021.03.03>
 16. С.В. Ахонін, А.Ю. Северин, В.О. Березос, О.М. Пікулін, В.А. Крижановський **О.Г. Єрохін** Дослідження якості деформованих напівфабрикатів титанового сплаву ВТ9, отриманого способом електронно-променевої плавки Сучасна електрометалургія. –2021. –№4. –С. 20-24. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2021.04.03>
 17. С.В. Ахонін, А.Ю. Северин, В.О. Березос, О.М. Пікулін, **О.Г. Єрохін** Отримання зливків алюмініду титану Ti–28Al–7Nb–2Mo–2Cr способом електронно-променевої плавки Сучасна електрометалургія. –2022. –№1. –С. 11-15. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2022.01.01>
 18. Виробництво великогабаритних зливків титану методом електронно-променевої плавки./ С.В. Ахонін, О.М. Пікулін, В.О. Березос, А.Ю. Северин, **О.Г. Єрохін** // Сучасна електрометалургія. –2022. –№2. –С. 13-18. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2021.02.02>
 19. Математичне моделювання процесу розчини частинок діоксиду титану в розплаві титану / С.В. Ахонін, **О.Г. Єрохін** // Сучасна електрометалургія. –2022. –№3. –С. 5-10. DOI: <https://doi.org/10.37434/sem2022.03.01>
- Праці, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації**
20. Ахонин С.В., Березос В.А., **Ерохин А.Г.**, Корнийчук В.Д., Крыжановский В.А. Получение труб из слитков титановых сплавов, выплавленных методом ЭЛП Сб. трудов Межд. конф. «Титан-2014 в СНГ». – Россия, г. Нижний Новгород, 25-28 мая 2014г. –С. 25–30.

21. Ахонин С.В., Северин А.Ю., Березос В.А., Пикулин А.Н., **Ерохин А.Г.** Особенности получения слитков на основе алюминидов титана в электронно-лучевых установках Титан 2016: виробництво та використання в авіабудуванні: зб. тез IV Міжнар. наук.-практ. конф., 3 - 4 листоп. 2016 р., м. Запоріжжя / АТ "Мотор Січ" [та ін.]. - Запоріжжя : Мотор Січ, 2016. - 151 с
 22. Ахонин С.В., Березос В.А., Пикулин А.Н., Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Получение высокопрочных сплавов титана методом электронно-лучевой плавки. Сб. трудов восьмой международной конференции «Лучевые технологии в сварке и обработке материалов», 11-15 сентября 2017 г., Одесса, Украина. Киев: Международная Ассоциация «Сварка», 11-18.
 23. Ахонин С.В., Северин А.Ю., Березос В.А., Пикулин А.Н., **Ерохин А.Г.** Получение слитков интерметаллидных сплавов в электронно-лучевых установках. Сб. трудов восьмой международной конференции «Лучевые технологии в сварке и обработке материалов», 11-15 сентября 2017 г., Одесса, Украина. Киев: Международная Ассоциация «Сварка», 24-27.
 24. Ахонин С.В., Пикулин А.Н., Березос В.А., Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Электронно-лучевое оплавление слитков высокопрочных $\alpha+\beta$ и псевдо- β - сплавов титана. Сб. трудов восьмой международной конференции «Лучевые технологии в сварке и обработке материалов», 11-15 сентября 2017 г., Одесса, Украина. Киев: Международная Ассоциация «Сварка», 19-23.
 25. С.В.Ахонин А.Ю.Северин В.А.Березос А.Н.Пикулин **А.Г.Ерохин** Особенности получения крупных слитков алюминидов титана в электронно-лучевых установках Сб. трудов международной конференции «Титан—2018. Производство и применение в Украине», 11-13 июня 2018 г., Киев, Украина. Киев: Международная Ассоциация «Сварка», 24-27.
 26. Ахонин С.В., Пикулин А.Н., Березос В.А., Северин А.Ю., **Ерохин А.Г.** Электронно-лучевая обработка поверхности сварных наборных электродов из брикетов губчатого титана Сб. трудов международной конференции «Титан—2018. Производство и применение в Украине», 11-13 июня 2018 г., Киев, Украина. Киев: Международная Ассоциация «Сварка», 22-24.
- Публікації, які додатково відображають результати дисертації***
27. Ахонін С.В., Березос В.О., Білоус В.Ю., Пікулін О.М., Петриченко І.К., Селін Р.В., **Єрохін О.Г.** Високоміцний титановий сплав Патент №106916, Україна, заявл. 21.12.2012; Опубл. Бюл. №12 від 25.06.2016р
 28. Ахонін С.В., Пікулін О.М. Березос В.О., Северин А.Ю., **Єрохін О.Г.** Спосіб одержання зливків сплавів на основі титану Патент України 118388, С22В9/22. –№а 2017 01708, Зареєстровано 23.02.2017 р.; Опубл. Бюл. №1 від 10.01.2019.
 29. Ахонін С.В., Пікулін О.М. Березос В.О., Северин А.Ю., **Єрохін О.Г.** Спосіб отримання лігатур для виробництва алюмінієвих та титанових сплавів Патент України 151056, С22С 1/02. №и 2021 05727, Зареєстровано 02.06.2022 р.; Опубл. Бюл. №22 від 01.06.2022.

АНОТАЦІЯ

Єрохін О.Г. **Отримання мікролегованих киснем та кремнієм титанових сплавів методом електронно-променевої плавки.** – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.02 – «Металургія чорних і кольорових металів та спеціальних сплавів» (з технічних наук). – Інститут електрозварювання ім. Є.О.Патона НАН України, Київ, 2023.

Дисертаційна робота присвячена вирішенню важливої науково-технічної задачі, що полягає у розвитку теорії і практики одержання якісних зливок мікролегованих титанових сплавів методом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю.

Методами математичного моделювання досліджено процеси випаровування хімічних елементів під час ЕПП сплавів на основі титану. На основі проведених розрахунків в рамках математичних моделей, визначено технологічні режими та розроблено технологію ЕПП зливок мікролегованого титану, що забезпечує високу якість одержуваного металу. Проведено роботи з одержання напівфабрикатів та показано високу якість титанових сплавів, одержаних за розробленою технологією ЕПП.

Проведено вивчення особливостей процесів розчинення оксидів титану в розплаві титану в умовах вакууму та дії електронно-променевого нагрівання. Проведено дослідження якості зливок, структури та механічних властивостей мікролегованого киснем титану одержаних методом електронно-променевої плавки. Розроблено технологію одержання зливок мікролегованих киснем методом ЕПП з проміжною ємністю. На прикладі одержання титану марки Grade2 та Grade3, було розроблену технологію отримання великогабаритних зливок мікролегованих киснем методом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю.

Проведено вивчення особливостей процесів випаровування легуючих компонентів зі зливок мікролегованих сплавів титану в умовах вакууму та дії електронно-променевого нагрівання. Розроблено технологію одержання зливок мікролегованих кремнієм сплавів титану методом електронно-променевої плавки з проміжною ємністю. Проведено дослідження якості зливок, структури та механічних властивостей сплаву титану ВТ9, одержаного методом ЕПП з проміжною ємністю та показано, що ця технологія дозволяє отримати якісні зливки як за хімічним складом, так і за структурою. Показано, що глибина проплавлення поверхневого шару зливок жароміцного титанового сплаву, оброблених за технологією електронно-променевого оплавлення сягає до 10 мм, а поверхня зливок має високу якість, дзеркального вигляду із характерним вакуумним травленням, рівного мікрорельєфу без тріщин, розривів та незлитин. Дослідження механічних властивостей напівфабрикатів, виготовлених із зливок жароміцного титанового сплаву ВТ9 виплавленого методом ЕПП показали, що вони відповідають усім вимогам нормативних стандартів, що висуваються промисловістю до якості металу жароміцних титанових сплавів.

Практичне значення отриманих результатів дисертаційного дослідження полягає у тому, що розроблено нову перспективну технологію, застосування якої для виробництва вітчизняних напівфабрикатів жароміцних сплавів на основі титану

дозволить відмовитись від імпорту вартісних іноземних напівфабрикатів, та забезпечить розширення їх застосування підприємствами України. Крім того, впровадження розробленої технології ЕПП для одержання великогабаритних зливків з регламентованим вмістом кисню, відкриває можливість створення виробництва напівфабрикатів для виготовлення деталей потужних енергетичних установок. Також розроблена технологія електронно-променевого оплавлення бічної поверхні (ЕПО) великогабаритних зливків, дозволить суттєво підвищити вихід придатного.

Ключові слова: електронно-променева плавка, математичне моделювання, проміжна ємність, мікролегований, зливок, жароміцний титановий сплав, оксид титану, електронно-променеве оплавлення, вакуумне травлення, випаровування, легуючі компоненти, хімічний склад, структура, механічні властивості.

ABSTRACT

Yerokhin O.H. **Production of microalloyed titanium alloys with oxygen and silicon by electron beam melting.** – Qualifying scientific work as a manuscript.

Ph.D. Thesis in Engineering Science by specialty 05.16.02 - "Metallurgy of ferrous and non-ferrous metals and special property alloys" (in engineering and industrial technology sciences). – E.O. Paton Electric Welding Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, 2023.

Ph.D. Thesis is devoted to the solution of an important scientific and technical problem, lying in the development of the theory and practice for high-quality ingots of microalloyed titanium alloys production by the method of electron beam melting with an intermediate capacity.

By the method of mathematical modelling application, the processes of chemical elements evaporation during Electron Beam Melting (EBM) of titanium-based alloys have been researched. On the basis of calculations carried out within the framework of mathematical models, technical regimes have been determined and Electron Beam Melting (EBM) technology for microalloyed titanium ingots has been developed that ensures a high quality metal produced. Work has been carried out on the production of semi-finished products and the high quality of titanium alloys produced by the developed electron beam technology has been demonstrated.

The peculiarities of titanium oxides dissolution processes in the titanium melt under vacuum conditions and the effect of electron beam heating have been studied. Study of ingots quality, structure and mechanical properties of titanium microalloyed with oxygen produced by the electron beam melting method have been carried out. The technology for producing ingots micro-alloyed with oxygen by application of Electron Beam Melting (EBM) method with an intermediate capacity has been developed. Exemplified by production of Grade 2 and Grade 3 titanium, the technology for producing large-sized ingots microalloyed with oxygen by the application of electron beam melting method with an intermediate capacity has been developed.

Study of alloying components evaporation process features from ingots of microalloyed titanium alloys under vacuum conditions and the effect of electron beam heating has been carried out. Technology for producing ingots of titanium alloys microalloyed with silicon by the application of electron beam melting method with an

intermediate capacity has been developed. The study of the ingots quality, structure and mechanical properties of the BT9 titanium alloy produced by the application of Electron Beam Melting (EBM) method with an intermediate capacity has been carried out and it has been demonstrated that this technology allows producing high-quality ingots both in terms of chemical composition and structure. It has been demonstrated that the penetration depth of the surface layer of heat-resistant titanium alloy ingots processed by electron beam melting technology reaches up to 10 mm, and the surface of the ingots has a high quality, mirror-like appearance with characteristic vacuum etching, smooth microrelief without cracks, breaks and interruptions. Research of mechanical properties of semi-finished products made from ingots of heat-resistant BT 9 titanium alloy melted by the application of Electron Beam Melting (EBM) method revealed that they meet all the requirements of the regulatory standards made by the industry for the metal quality of heat-resistant titanium alloys.

Practical significance of the results obtained for Ph. D. Thesis research lies in the fact that a new promising technology has been developed, application of which for producing domestic semi-finished heat-resistant alloys based on titanium will allow to abandon the import of valuable foreign semi-finished products, and ensure the expansion of their use by Ukrainian enterprises. Furthermore, implementation of the developed Electron Beam Melting (EBM) technology for producing large-sized ingots with a regulated oxygen content opens up an opportunity for creating production of semi-finished products to manufacture the parts of powerful power plants. The developed Electron Beam Melting of the side surface technology of large-sized ingots will significantly increase the yield of usable material.

Key words: electron beam melting, mathematical modelling, intermediate capacity, microalloyed, ingot, heat-resistant titanium alloy, titanium oxide, vacuum etching, evaporation, alloying components, chemical composition, structure, mechanical properties.