

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ ЦИРКОНИЕВЫХ СЛИТКОВ СПЛАВОВ Э110 И Э125 ДВОЙНОГО ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ПЕРЕПЛАВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РАДИОАКТИВНЫХ ИНДИКАТОРОВ

*В.М. Аржакова, С.Ф. Федотов, Л.Ф. Ермакова  
(ГНЦ РФ ВНИИНМ имени академика А.А. Бочвара, г. Москва, Россия)  
В.А. Котрехов, В.А. Дубровский, О.Ю.Бессонов (ОАО «ЧМЗ», г. Глазов, Россия)*

*Изучены формы жидкой ванны в процессе выплавки слитков, поведение примесей внедрения и замещения в слитках, определено структурное состояние слитка по высоте и диаметру.*

Структура циркониевых слитков, выплавленных двойным вакуумно-дуговым пере-плавом (ВДП) исследовалась с использованием радиоактивных индикаторов: перед выплавкой слитков очень небольшие количества W-185 и C-14 добавляли в шихтовые материалы. Они декорировали структуру слитков и сделали возможным изучить поведение примесей в процессе кристаллизации расплава, изменение структуры в зависимости от режимов плавления.

Радиоактивный индикатор, используемый для целей автордиографии, должен отвечать следующим требованиям [1,2]:

- быть химическим элементом, входящим в состав исследуемого сплава в качестве легирующего компонента или примеси, или аналогом этого элемента, чтобы не вносить искажения в кинетику кристаллизации и строение слитка;
- иметь мягкое альфа- или бета- излучение, так как пробег альфа- и бета- частиц в металле и фотоэмульсии относительно невелик;
- иметь максимальную энергию бета- излучения не превышающую 0,3-0,4 МэВ, так как применение изотопов с большей энергией требует «отсечения» бета-частиц из глубинных слоев путем изготовления тонких образцов (0,03-0,06 мм), а значит, они не применимы для изучения больших объемов металла;
- иметь ядерно-физические характеристики, позволяющие выполнить требования ра-

диационной безопасности при использовании изотопа в промышленных условиях в слитках больших размеров;

иметь значительный период полураспада, чтобы не приходилось естественную убыль изотопа в процессе исследования компенсировать повышением активности (допустимого количества изотопа), которая в практических условиях регламентируется нормативами радиационной безопасности для работающих на заводе;

иметь с точки зрения экономических соображений относительно низкую стоимость.

Элементы, входящие в исследуемые сплавы в качестве легирующих или контролируемых примесей, по разным причинам не могут быть использованы для автордиографии промышленных слитков: изотопы ниобий-95 и цирконий-95 - из-за сравнительно большой энергии излучения и трудности обеспечения радиационной безопасности в промышленных условиях из-за высокой токсичности изотопов. Ядерно-физические характеристики изотопов приведены в табл.1. Исходя из вышеуказанного, наиболее целесообразно для изучения формирования литой структуры циркониевых сплавов Э110 и Э125 использовать изотоп вольфрама- 185 и изотоп углерода- 14. Эти элементы входят в число естественных примесей сплава, имеют низкую энергию  $\beta$ -излучения длительный период полураспада.

Радиоактивный изотоп вольфрама декорирует формы роста тонкой структуры сплава и

поведение примесей замещения, в данном случае легирующих элементов: олова, ниобия и железа. Углерод декорирует макроструктуру слитка и поведение примесей внедрения кислорода, углерода, азота и кремния.

Таблица 1.

Ядерно-физические характеристики изотопов						
Радиоизотоп	Вид излучения	Пер. полураспада T	Выход распад		Макс. $\beta$ частиц, МэВ	Энерг. $\gamma$ -квант МэВ
			$\beta$ -частиц%	$\gamma$ -квант. %		
ниобий-95	$\beta$ - $\gamma$	35 дней	100	100	0,93	0,76
цирконий-95	$\beta$ - $\gamma$	65 дней	100	100	0,88	0,76

Удельные активности по изотопу углерода - 0,15 мКи/кг, а по вольфраму - 0,05 мКи/кг, являются достаточными для получения достоверных и качественных автордиограмм на всех стадиях исследования.

При этом мы не получаем картину распределения конкретного легирующего элемента - ниобия или олова в выявленных формах роста, но ее можно смоделировать, сравнивая равновесные коэффициенты распределения их и вольфрама в цирконии. Общее выражение для коэффициента распределения имеет вид:

$$K = C_5 / C_1,$$

где  $C_1$  - концентрация в жидкой фазе,

$C_5$  - концентрация в твердой фазе.

Равновесный коэффициент распределения  $K_0$  определяется термодинамическими свойствами основного компонента и примеси при скорости кристаллизации, равной или близкой к нулю, и характеризует изотермическое отношение концентрации двух фаз, находящихся в равновесии между собой [3]. Коэффициент распределения для конкретного процесса кристаллизации определяется следующими факторами:

- кинетикой процессов на границе раздела жидкой и твердой фаз;
- термодинамическими свойствами основного компонента и примеси взаимодействующих фаз (жидкой и твердой);
- полнотой массообмена в области, близкой к границе раздела фаз (диффузия и кон-

векция);

- формой границы раздела твердой и жидкой фаз.

Следовательно, моделирование на основе сравнения равновесных коэффициентов распределения вполне правомочно. Поэтому, сравним, например, равновесный коэффициент распределения при кристаллизации жидкого расплава ниобия и вольфрама:

$K_0$  ниобия  $< 1$  и  $K_0$  вольфрама  $< 1$ . Коэффициент распределения этих элементов при полиморфном превращении  $\beta \rightarrow \alpha$ - циркония:

$$K_{\text{ниобия}} < 1 \text{ и } K_{\text{вольфрама}} < 1.$$

Оба элемента имеют ОЦК решетку, оба  $\beta$  - стабилизаторы, атомный радиус ниобия - 145, вольфрама - 149, температура плавления ниобия - 2500°C, вольфрама - 3140°C.

Можно предположить, что внутрикристаллическая ликвация ниобия подобна вольфраму.

Изотоп вольфрама-185 использовали для изучения формирования литой структуры циркониевых сплавов, так как он растворим в цирконии, то есть является элементом замещения. Этот элемент входит в число естественных примесей сплава, имеет низкую энергию  $\beta$ -излучения, длительный период полураспада и позволяет выявить дендритное строение сплава, которое не выявляется при обычном травлении для получения макроструктуры. Изотоп вольфрама-185 вводили в сплав в виде многокомпонентной четверной лигатуры.

Для исследования поведения примесей внедрения (углерод и другие), образующих различные включения в циркониевых сплавах, использовали изотоп углерода-14. Изотоп углерода вводили в сплав в виде соединения циркония с углеродом.

Слитки выплавляли двойным дуговым переплавом /ВДП/ по различным технологическим схемам и режимам. Далее боковую поверхность слитков оплавливали электронным лучом.

Из полученных слитков вырезали продольные и поперечные темплеты. Контактным методом с темплетов получали рентгенограммы в натуральную величину, М 1:1.

Изучение радиограмм слитков позволило

показать зависимость коэффициентов формы жидкой ванны металла от высоты затвердевшей части слитка первого переплава, где коэффициент формы жидкой ванны металла (ж.в.м.) - отношение глубины ж.в.м. на 1/2 слитка к ее максимальной глубине по оси слитка (рис. 1,2).

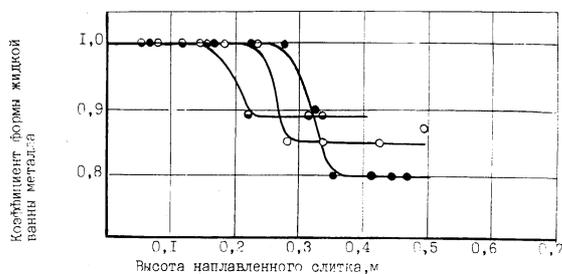


Рис. 1. Зависимость коэффициента формы жидкой ванны от высоты наплавленного слитка

Стационарная ж.в.м. формируется на расстоянии 300 мм от донной части слитка и представляет собой сложную в сечении форму, состоящую из параболической нижней части и трапециевидальной верхней части, высота которой составляет около половины глубины ж.в.м. (рис. 3).

Исследования показывают, что форма ж.в.м. (нижней части) в осевом сечении достаточно точно описывается уравнением [3]:

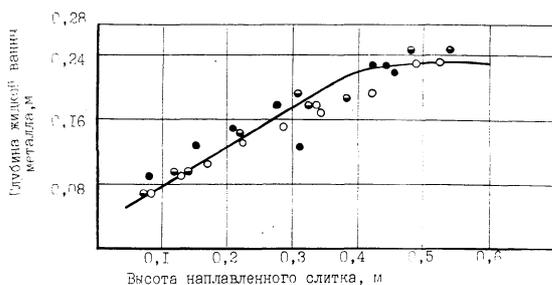


Рис. 2. Зависимость глубины жидкой ванны металла от высоты наплавленного слитка.

$$Y = kx^2,$$

где  $Y$  - глубина сечения ж.в.Ме,  $x$  - диаметр сечения на данной глубине,  $k=0,0017$ . Исходя из вышеизложенного, масса стационарной ж.в.Ме составляет 115..120 кг.

Таким образом, при первом переплаве объем ж.в.Ме превысил в 3,2...3,4 раза объем одной порции шихты (одного брикета), при

этом достигается удовлетворительная однородность слитка.

Слитки второго переплава выплавляли в кристаллизатор диаметром 450 мм, массой 1,2 т (см. табл.2).

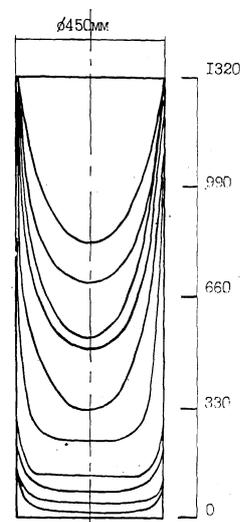


Рис. 3. Изменение формы и глубины жидкой ванны металла в процессе наплавления слитка второго переплава

Таблица 2  
Объем и масса стационарной ж.в.Ме.

Наименование	Объем, м <sup>3</sup>	Масса, кг
Конус. часть ж.в.м.	12400	77
Параб. часть ж.в.м.	6100	38
ж.в.м.	18500	115
Брикет	5740	31

Было определено расположение зон с различным типом кристаллизации и различные структурные области слитка: тонкая ячеистая, ячеистая, ячеисто-дендритная, переходящая в дендритную (рис.4). Для исследования поведения примесей внедрения (углерод и другие), образующих различные включения в циркониевых сплавах, использовали изотоп углерода-14. Изотоп углерода вводили в сплав в виде соединения циркония с углеродом.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенной работы изучены формы жидкой ванны в процессе выплавки слитков, поведение примесей внедрения и замещения в слитках, определено структур-

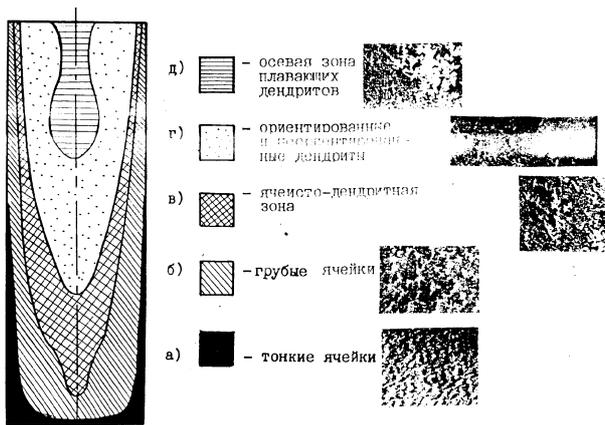


Рис. 4. Расположение в слитке зон с различным типом кристаллизации, фрагменты авторыдиограмм и макроструктуры  
ное состояние слитка по высоте и диаметру.

Определена зависимость коэффициента формы жидкой ванны и ее глубины от высоты наплавленного слитка.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Бокштейн С.З., Гинзбург С.С., Кишкин С.Т., Морозов Л.М. Электронно-микроскопическая авторыдиография в металлургии. М.: Металлургия, 1978.
2. Аржакова В.М. и др. Доклад «Производство слитков циркониевых сплавов в России»// Индийско-российская конференция, г.Хайдерабад, 17.08. - 21.08.1998.
3. Морозов Е.И., Курапов В.Н. Слитки титановых сплавов. М.: Металлургия, 1970.