

ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ ЗЛИВКІВ ЦИРКОНІЄВОГО СПЛАВУ СИСТЕМИ Zr–Nb–Ti, ВИПЛАВЛЕНИХ СПОСОБОМ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ПЕРЕПЛАВУ З ВИТРАТНИМ ЕЛЕКТРОДОМ

О.Є. Капустян, Т.О. Акритова

Національний університет «Запорізька політехніка».

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

Досліджено хімічний склад зливків цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti, виплавлених способом однократного вакуумно-дугового переplаву в мідний кристалізатор витратних електродів, що попередньо отримували способом вакуумно-дугового переplаву з невитратним електродом у вакуумній дуговій гарнісажній печі. Оцінено вміст основних легуючих елементів та кисню. Встановлені коефіцієнти переходу елементів шихти при вакуумно-дуговому переplаві з витратним електродом. Встановлено, що вміст основних легуючих елементів в зливках відповідає їх розрахунковому складу. Досліджено хімічний склад зливків сплаву системи Zr–Nb–Ti та показано, що матеріал характеризується досить високою однорідністю по всій структурі зливка без ознак зональної ліквідації. Дослідження металу зливка методом ультразвукової дефектоскопії сплаву показало відсутність внутрішніх дефектів структури. Таким чином, комплексна технологія є ефективним способом отримання зливків цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti, усуває недоліки інших чинних технологій та забезпечує отримання якісних зливків. Бібліогр. 16, табл. 1, рис. 4.

Ключові слова: вакуумно-дуговий переplав; цирконієвий сплав; зливки; хімічний склад; коефіцієнт переходу; якість; технологія

Вступ. Досвід технологічного розвитку промислово розвинених країн показує, що функціональні матеріали відіграють велику роль у забезпеченні конкурентоспроможності промислових виробів. Функціональні матеріали знаходять застосування у різних галузях і зокрема у медицині. Ці матеріали мають цілком певні фізичні та хімічні властивості, які найчастіше реалізуються у вузькому діапазоні хімічного складу та параметрів структури. Широко поширені медичні сплави на кобальто-хромовій основі з підвищеними корозійною стійкістю та параметрами експлуатаційних характеристик [1]. Найбільше застосування в медицині знайшли функціональні матеріали на базі титану з ефектом пам'яті форми [2], в яких, з практичної точки зору, цікава така основна функціональна властивість, як оборотна деформація величини межі плинності [3]. Останнім часом до цих характеристик додався модуль нормальної пружності і у світі йде розробка та вдосконалення низькомодульних сплавів [4, 5]. При цьому на заміну сплавів на основі титану приходять сплави на основі цирконію [6]. Застосування сплавів такого типу у медицині пов'язане з можливістю забезпечення високої хімічної сумісності та підвищеного рівня механічної сумісності [7].

За своїми металургійними, теплофізичними й термодинамічними характеристиками титан відрізняється від цирконію. Це очікувано впливає на їх поведінку при виробництві зливків. Тому при ви-

робництві таких сплавів рекомендують використовувати лігатури, фізичні властивості яких близькі до властивостей цирконію. Відсутність комплексної лігатури для сплаву системи Zr–Nb–Ti вимагає ретельного вибору і підготовки вихідних шихтових компонентів, схем та режимів переplаву.

Складність металургійного виробництва зливків та подальшої деформаційної обробки є гальмівним фактором для широкого розповсюдження функціональних матеріалів [8, 9]. Тому розробка технології виробництва та підвищення якості зливків низькомодульних цирконієвих сплавів є актуальним завданням.

В роботі [10] показано, що з найбільш поширених методів, з урахуванням специфіки шихтових матеріалів, а також отримання зливка низькомодульного цирконієвого сплаву, найбільш перспективною є схема, що включає вакуумно-дуговий переplав (ВДП) з попереднім отриманням витратного електрода з різнофракційної та різнокомпонентної шихти. До недоліків ВДП відноситься: необхідність отримання витратного електрода, що вимагає потужного коштовного обладнання для підготовки та пресування шихти; обмежений діапазон регулювання швидкості переplаву і, як наслідок, часу існування ванни рідкого металу, що при легуванні тугоплавкими елементами такими як Nb, останні можуть не досягати повного розчи-

О.Є. Капустян — <http://orcid.org/0000-0002-8979-8076>, Т.О. Акритова — <https://orcid.org/0000-0002-7632-0807>

нення в об'ємі рідкої ванни й вплаваються у вже твердий метал на дні ванни.

Є відомості [11], що за хімічним складом, якістю поверхні, внутрішньою структурою та механічними властивостями цирконієвий сплав, отриманий способом подвійного ВДП, має переваги перед сплавом, отриманим способом ЕПП. Однак причини та фактори, за рахунок чого досягаються вказані переваги, в роботі не наведено. Отримання більш дрібнозернистої та однорідної структури у зливках ВДП покращує технологічні властивості при деформаційній обробці та полегшує досягнення високих показників механічних властивостей напівфабрикатів [12].

Однократний перепад з невитратним електродом у гарнісажній печі дозволяє отримувати заданий хімічний склад по всьому перетину зливків, але не забезпечує необхідний рівень однорідності для виробництва напівфабрикатів із цирконієвих сплавів подальшою гарячою деформацією [13]. Це обумовлено рядом причин.

По-перше, сплав системи Zr–Nb–Ti характеризується наявністю значного вмісту легуючих компонентів (близько 40 %), фізичні властивості яких істотно відрізняються. Введення цих компонентів у сплав в чистому вигляді може провокувати їх розподіл при плавленні в металевій ванні з подальшим формуванням хімічної неоднорідності. Це призводить до неоднакової температури поліморфного перетворення різних зон, нерівномірному їх зміцненню і, як наслідок, неоднорідності механічних властивостей сплаву. В свою чергу це може бути основною причиною розтріскування зливка при куванні.

По-друге, висока активність цирконію та титану призводить до можливості протікання фізико-хімічних процесів взаємодії з газами атмосфери навіть у твердому стані. Тому оксиди та нітриди можуть утворюватися на всіх етапах технологічної переробки і зокрема при деформаційній обробці, що включає нагрів до високих температур, і при термічній обробці між операційними переходами з метою зняття залишкових напружень. Це призводить до посилення взаємодії поверхні металу з атмосферою і може супроводжуватися утворенням в ній крихких структурних складових. При наявності хімічної неоднорідності це призводить до ще більш нерівномірного зміцнення і неоднорідності механічних властивостей сплаву.

Дане дослідження є продовженням раніше виконаних робіт і показує результати плавлення комбінованим способом (ВДП з невитратним електродом у вакуумній дуговій гарнісажній печі та наступний ВДП в мідний кристалізатор електрода, що витрачається) низькомодульного сплаву системи Zr–Nb–Ti. Досліджували хімічний склад зливків та оцінювали їх гомогенність з метою подальшого порівняння зі сплавом, отриманим способом ЕПП.

Матеріали та методики досліджень. Дослідження проводили на зливках зі сплаву системи Zr–Nb–Ti діаметром 120 мм та висотою 100 мм, отриманих способом ВДП з витратним електродом за технологічною схемою, яка розроблена в НДЦ «Титан Запоріжжя» НУ «Запорізька політехніка» [14]. Цей сплав можна застосовувати як для лиття, так і для подальшої деформації. Електроди виготовляли шляхом з'єднання зливків, отриманих способом перепаду з невитратним електродом у гарнісажній печі за технологічною схемою НДЦ «Титан Запоріжжя». Як вихідні шихтові матеріали використовували цирконій КТЦ-100, ніобій НБШ 1 і титанову губку ТГ-90 [10]. Хімічний склад витратних електродів, мас. %: 59,95 Zr; 20,95 Nb; 18,98 Ti; 0,12 O.

Для дослідження наявності в зливках зі сплаву цирконію внутрішніх дефектів у вигляді неметалевих включень, пор і несущільностей використовували метод ультразвукової дефектоскопії. Дослідження проводили за допомогою ультразвукового дефектоскопа УД4-Т «Томографік» ехоімпульсним методом при контактному варіанті контролю на базі ТОВ «Запорізький титано-магнієвий комбінат» (рис. 1). При контролі зливка використовували перетворювач ультразвуковий П111-5К6 ПЭП частотою 5 МГц.

З метою оцінки якості зливків сплаву Zr–Nb–Ti та можливостей використання комплексної технології для отримання заготовок імплантатів проводився кількісний елементний аналіз в різних частинах зливка (верхньої, середньої та нижньої). Для цього зливки розрізали посередині у поперечному напрямі та механічно обробляли до шорсткості поверхні не більше Ra 2,5 за ГОСТ 2789–73. Для кількісної оцінки однорідності хімічний склад визначали в центрі, на половині радіуса і від краю зливків в кожній частині (рис. 2). Для аналізу вмісту кисню вирізали зразки діаметром 4...5 мм та висотою 0,5...1,5 мм. Механічну обробку зливка здійснювали: токарну — на токарно-гвинторізнному верстаті 16К20, різання — на горизонтально-фрезерному верстаті моделі 6Р81.

Визначення елементного складу зразків методом рентгеноспектрального мікроаналізу



Рис. 1. Дефектоскоп ультразвуковий УД4-Т «Томографік»

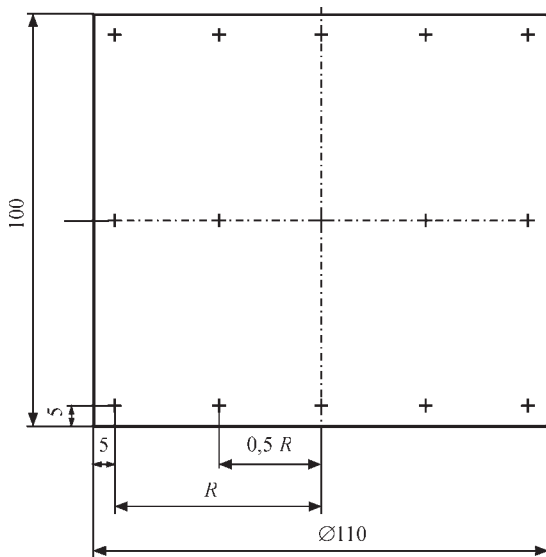


Рис. 2. Схема аналізу хімічного складу дослідних зразків: + — місця визначення

проводили на базі аналітичного комплексу, що складався з електронного растрового мікроскопа JSM-IT300LV (Jeol, Japan), укомплектованого рентгенівським енергодисперсійним спектрометром (ЕДС) X-Max 80 (Oxford Instruments, United Kingdom) для аналізу елементів (від берилію до урану) із зображенням усього знайденого спектра в режимі реального часу. Енергетична роздільна здатність по енергії на лініях спектру MnK_{α} $E = 123$ еВ, діаметр електронного зонда — 4 мкм. Дослідження проводили при прискорювальній напрузі 15 кВ, діаметр зони збудження рентгенівських променів становив близько 2 мкм. Хімічний склад було визначено за нестандартними методами розрахунку основних параметрів, а саме: з розрахунку поправки коефіцієнта відбивання електронів зонда, поглинання характерного рентгенівського випромінювання та флуоресценції. Вміст елемента втілення (кисню), що є важливим для механічних та спеціальних властивостей спла-



Рис. 3. Зовнішній вигляд зливка сплаву системи Zr–Nb–Ti після виплавки

ву (пластичності та модуля пружності) визначали відповідно за допомогою газоаналізатора моделі TC-500 (LECO, США) з використанням методу відновного плавлення зразка в інертному газі.

Результати експериментів та їх аналіз. В результаті плавок отримано чотири зливки дослідного сплаву діаметром 120 мм, висотою 105 мм. Усі поверхні зливок були ретельно оглянуті. Візуальний огляд показав, що бокова поверхня отриманого зливка гладка, чиста, підвищена концентрація домішкових елементів на поверхні у вигляді окисненого шару відсутня. Середня глибина поверхневих дефектів типу «груба поверхня» становила не більше 2 мм, дефекти у вигляді розривів, тріщин або несплавень по всій поверхні зливка в стаціонарний період плавки відсутні (рис. 3).

Спочатку на токарному верстаті шляхом торцювання видаляли голівну з усадковою раковиною (до 3,0 мм) і донну (до 2,0 мм) частину зливок. При обточуванні видаляли шар до 5 мм, після чого зливки механічно обробляли й аналізували розподіл елементів за перетином. Стружку збирали, щоб після хімічного очищення та сушки повторно використовувати як вихідний матеріал для виплавки заготовок.

При дослідженні зливок методом ультразвукової дефектоскопії встановлено, що внутрішня структура зливок щільна, несущільностей, усадочних раковин, пористості та великих неметалевих включень не виявлено.

Результати дослідження хімічного складу зливок сплаву Zr–Nb–Ti, одержаних способом комбінованого плавлення, представлені в таблиці.

Згідно з аналізом хімічного складу металу однозначно встановлено, що цирконій, ніобій, титан і кисень по висоті та перетину розглянутого зливка розподілені рівномірно, без ознак зональної ліквідації. Характерної для зливок ВДП сегрегації легуючих елементів [16] не встановлено, зливки характеризуються високою однорідністю хімічного складу. За основними компонентами склад зливка витримано в межах від 0,54 до 1,13 мас. %. Максимальне відхилення їх вмісту складає, мас. %: Zr — 1,13; Nb — 0,54; Ti — 0,84. Відхилення у вмісті елементів різних частин зливка пояснюється нестационарними режимами на початку і в кінці плавки та знаходиться в межах похибки аналізу. Показано, що середній склад зливок відповідає марочному складу прутків ZTNB-5 згідно ТУ У 24.4-43658421-001:2020.

Зливки характеризуються високою повторюваністю та рівномірністю концентрації кисню по висоті, що змінювалася в межах 0,003 %. Така різниця концентрацій порівняна з помилкою аналізу (ДСТУ 8920:2019). Для даних зливок вміст контрольованої домішки (кисню) визначається головним чином якістю сировини. Підвищений вміст кисню

Розподіл основних легуючих елементів і домішок в зливках цирконієвого сплаву Zr–Nb–Ti, мас. %

Частина зливка	Місце відбору проб	Zr	Nb	Ti	O
Верх	0R	60,88	20,62	18,4	0,0945
	0,5R	60,00	20,71	19,19	
	R	59,84	21,04	19,02	
	Середнє	60,24	20,79	18,87	
Середина	0R	59,75	21,16	18,99	0,0968
	0,5R	60,06	20,95	18,89	
	R	59,75	21,14	19,01	
	Середнє	59,85	21,07	18,98	
Низ	0R	60,50	21,05	18,35	0,0993
	0,5R	60,21	20,91	18,78	
	R	60,55	20,82	18,53	
	Середнє	60,42	20,93	18,55	
Середнє	–	60,17	20,93	18,80	0,0969
ТУ У 24.4-43658421-001:2020 [1]		60,0...65,0	18,0...21,0	18,0...21,0	*

Примітка: 0R — вісь зливка; 0,5R — середина радіусу; R — периферійна зона (5 мм від поверхні зливка) (див. рис. 2); наведено усереднений склад елементів за результатами п'яти вимірювань для кожної з чотирьох плавок; * — допускається наявність не більше 0,4 % бора.

спостерігається в нижній частині зливка. Це можна пояснити тим, що в початковий період плавки відбувається випаровування вологи зі стін плавильної камери, поверхні кристалізатора і т.п. В результаті в плавильній камері підвищується концентрація парів води, які частково потрапляють в стовп електричної дуги та розкладаються на водень і кисень. Останні активно взаємодіють з розплавленим металом. Зменшення вмісту кисню від нижньої до верхньої частини від 0,0993 до 0,0945 % викликано ймовірним зниженням його концентрації в атмосфері печі через взаємодію з металом і вакуумуванням камери. Привертає на себе увагу те, що в виплавлених зливках концентрація кисню, що є шкідливою домішкою, підвищилася в середньому на 0,01 % у порівнянні з вихідною концентрацією у витратних електродах, що можна пояснити натіканням при плавці. Верхня концентрація кисню практично узгоджується з даними, що отримані в зливках цирконієвого сплаву Zr1Nb після двійного ВДП (O ≤ 0,93 %) [11]. Кількість кисню в сплаві залежить від вихідного вмісту кисню в витратному електроді, а в роботі в якості шихти використовували прутки йодидного цирконію, в яких концентрація кисню в три рази нижче, ніж у сплаві КТЦ-100, що використовувався у цих дослідженнях [10].

Однорідний склад і незначна сегрегація в різних місцях зливка показують, що технологічна схема процесу одержання злиwkів є цілком обґрунтованою.

Порівняння даних хімічного складу витратних електродів і таблиці дозволило встановити, що хімічний склад злиwkів відповідав вимогам поставленого завдання, та розрахувати коефіцієнти переходу елементів лігатури: Zr — 1,00; Nb — 0,998; Ti — 0,995.

Аналіз результатів металографічних досліджень (рис. 4) дозволив встановити, що структура отриманого сплаву є дрібнодисперсною, дефектів

металургійного характеру та різниці в мікроструктурі по перетину зливка не виявлено.

Застосування способу комплексного ВДП дозволило ефективно покращити хімічний склад злиwkів цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti та отримати злиwkи сплавів цієї системи однорідні за хімічним складом по їх висоті й перетину. При першому ВДП відбулося попереднє усереднення хімічного складу та очищення сплаву від легколетючих і неметалевих домішок. Другий ВДП забезпечив гомогенність легуючих компонентів по висоті та перетину зливка, більш однорідну структуру й подальше очищення від неметалевих домішок.

Розроблено та випробувано нову технологічну схему виробництва злиwkів цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti для імплантатів способом ВДП із попереднім отриманням витратного електрода способом ВДП з невитратним електродом у вакуумній дуговій гарнісажній печі.

Отримано сплав заданого складу типу Zr–Nb–Ti. Якість виплавлених злиwkів висока та відповідає за хімічним складом сплаву, заявленому в патен-

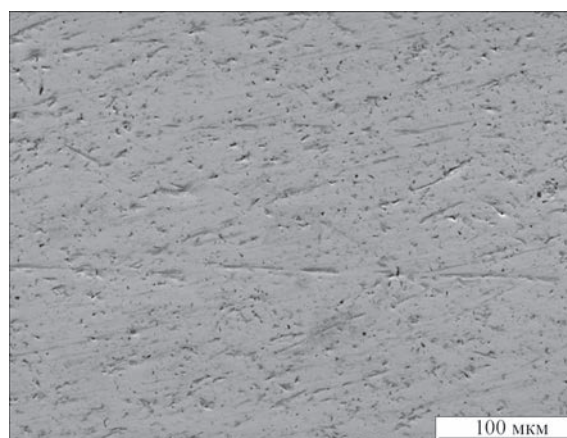


Рис. 4. Мікроструктура дослідного зливка, отриманого способом ВДП

ті [6]. Вони можуть бути піддані деформаційній обробці з метою отримання напівфабрикатів — слябів, листів, прутків зі спеціальними властивостями. Однорідний хімічний склад з незначною сегрегацією показує, що технологія процесу виплавки зливка є цілком обґрунтованою.

Показано, що ВДП з витратним електродом дозволяє отримувати хімічно однорідні зливки сплавів цирконію. Дані хімічного аналізу показують достатню рівномірність розподілу легуючих елементів (титану, ніобію) та кисню, тобто сплав є гомогенним. Таким чином показана перспективність використання комбінованого способу для отримання злиwkів цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti.

Отримані результати можуть бути використані для подальшого виготовлення заготовок зі злиwkів цирконієвих сплавів. Продовження науково-дослідних робіт та дослідно-промислових експериментів йтиме у напрямі підвищення якості вихідних злиwkів ВДП, режимів деформації та термічної обробки здобутих з них напівфабрикатів. Тому подальші роботи будуть спрямовані на вивчення закономірностей розподілу хімічних елементів, структуроутворення злиwkів після деформаційної обробки (кування, катання, волочіння), відпрацювання режимів деформаційної обробки та дослідження фізико-механічних та корозійних властивостей металу після кожної стадії технологічного передулу.

Висновки

1. Виконано контрольні плавлення за комбінованою технологією способом вакуумно-дугового переplаву із попереднім отриманням витратного електрода способом ВДП з невитратним електродом у вакуумній дуговій гарнісажній печі, які підтвердили повторюваність процесу отримання злиwkів заданого хімічного складу на основі цирконію. Хімічний аналіз показав достатню рівномірність розподілу титану, ніобію та кисню по висоті та поперечному перерізу злиwkів, тобто сплав є гомогенним. Це говорить про якість отриманих зразків. Відхилення вмісту елементів є незначним і типовим для формування злиwkів. Оцінка переходу елементів сплаву дозволила встановити коефіцієнти переходу для Zr (1,00), Nb (0,998), Ti (0,995).

2. Способом вакуумно-дугового переplаву литих витратних електродів отримані зливки цирконієвого сплаву з якісною боковою поверхнею по всій висоті. Проведено дослідження якості злиwkів діаметром 120 мм методом ультразвукової дефектоскопії. Дефектів структури у внутрішньому об'ємі злиwkів не виявлено.

3. Однорідний хімічний склад з незначною сегрегацією показує, що технологія процесу виплавки зливка є цілком обґрунтованою. Це повинно забезпечити високий рівень, рівномірність та повторюва-

ність експлуатаційних властивостей напівфабрикатів, що виготовляються з литих заготовок. Отримані способом вакуумно-дугового плавлення із попереднім виготовленням витратного електрода способом вакуумно-дугового переplаву з невитратним електродом у вакуумній дуговій гарнісажній печі зливки дослідного цирконієвого сплаву системи Zr–Nb–Ti можна рекомендувати для виробництва деформованих напівфабрикатів зі спеціальними властивостями за ТУ У 24.4-43658421-001:2020.

Список літератури

- Максюта І.І., Квасницкая Ю.Г., Лашнева В.В. (2011) Технологические процессы получения высококачественных медицинских сплавов на кобальто-хромовой основе. *Современная электрометаллургия*, 3, 46–50.
- Гюнтер В.Э., Ходоренко В.Н., Ясенчук Ю.Ф. (2006) *Никелид титана. Медицинский материал нового поколения*. Томск, МИЦ.
- Костин В.А., Григоренко Г.М. (2019) Компьютерное моделирование структурных превращений в сплавах с эффектом памяти формы. *Современная электрометаллургия*, 2, 50–58.
- Shun Guo, Qingkun Meng, Xingting Zhao et al. (2015) Design and fabrication of metastable β -type titanium alloy with ultralow elastic modulus and high strength. *Scientific Reports*, 5, 14688.
- Гриб С.В., Илларионов А.Г., Попов А.А., Ивасишин О.М. (2014) Разработка и исследование структуры, физико-механических свойств низкомолекулярных сплавов системы Ti–Zr–Nb. *Физика металлов и металловедение*, 115(6), 638–647.
- Ивасишин О.М., Скиба І.О., Карасевська О.П., Марковський П.Є. (2013) *Біосумісний сплав із низьким модулем пружності на основі системи цирконій–титан (варіанти)*. Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України. Україна, Пат. 102455.
- Капустян О.Є., Овчинников О.В., Волчок І.П. (2020) Дослідження можливості застосування Zr–Ti–Nb сплавів замість титанового сплаву Ti–6Al–4V для виробів біомедичного призначення. *Вісник ХНАДУ*, 9(1), 15–22.
- Березос В.А., Тригуб Н.П. (2011) Получение сплавов с эффектом памяти формы на основе титана способом электронно-лучевой плавки с промежуточной емкостью. *Современная электрометаллургия*, 4, 6–8.
- Северин А.Ю., Березос В.А., Пикулин А.Н. (2015) Деформационная обработка сплава Ti–Ni с эффектом памяти формы, полученного способом электронно-лучевой плавки. *Там же*, 1, 18–20.
- Овчинников О.В., Капустян О.Є. (2020) Технології виплавки злиwkів цирконієвого сплаву способом вакуумно-дугового переplаву з невитратним електродом у гарнісажній печі. *Сучасна електрометаллургия*, 4, 32–38.
- Ажажа В.М., Болков А.Ф., Борц Б.В. и др. (2005) Вакуумно-дуговой способ получения трубной заготовки из сплава Zr1%Nb. *Вопросы атомной науки и техники. Серия: физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*, 5, 110–114.
- Пилипенко Н.Н. (2009) Конструкционные материалы для элементов оборудования ядерно-энергетических установок. *Вісник Харківського університету. Серія фізична «Ядра, частинки, поля»*, 42(2), 44–50.
- Капустян О.Є., Овчинникова І.А. (2021) Отримання деформованих напівфабрикатів цирконієвого сплаву із злиwkів, виплавлених способом дугового переplаву з не-

витратним електродом у гарнісажній печі. *Сучасна електрометалургія*, **3**, 16–22.

14. Капустян О.С., Овчинникова І.А., Ждан В.А., Савонов Ю.М. (2022) Технологія виплавки зливків цирконієвого сплаву способом вакуумно-дугового переplаву з витратним електродом. *Там само*, **1**, 40–46.
15. Технічні умови України (2020) ТУ У 24.4-43658421-001:2020: *Прутки зі сплаву на основі системи цирконій–титан–ніобій*. Київ, ДП «УКРМЕТРТЕСТСТАНДАРТ».
16. Бояршинов В.А., Шалимов А.Г., Щербаків А.И. и др. (1979) *Рафинирующие переplавы стали и сплавов в вакууме*. Москва, Металлургия.

References

1. Maksyuta, I.I., Kvasnitskaya, Yu.G., Lashneva, V.V. (2011) Methods for producing highly refined cobalt-chromium based alloys for medical purposes *Advances in Electrometallurgy*, **3**, 185–190.
2. Gunter, V.E., Khodorenko, V.N., Yasenjuk, Yu.F. (2006) Titanium nickelide. *New generation medical material*. Tomsk, MITs [in Russian].
3. Kostin, V.A., Grigorenko, G.M. (2019) Computer modeling of structural transformations in shape memory alloys. *Sovrem. Elektrometall.*, **2**, 50–58 [in Russian].
4. Shun, Guo, Qingkun, Meng, Xinging, Zhao et al. (2015) Design and fabrication of metastable β -type titanium alloy with ultralow elastic modulus and high strength. *Scientific Reports*, **5**, 14688.
5. Gryb, S.V., Illarionov, A.H., Popov, A.A., Ivasishin, O.M. (2014) Development and research of structure, physical and mechanical properties of low-modulus alloys of Ti–Zr–Nb system. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, **115(6)**, 638–647 [in Russian].
6. Ivasyshyn, O.M., Skyba, I.O., Karasevska, O.P., Markovskiy, P.Ye. (2013) *Biocompatible alloy with low modulus of elasticity based on zirconium–titanium system (options)*. Pat. 102455 Ukraine, IMP [in Ukrainian].
7. Kapustian, O.Ye., Ovchynnykov, O.V., Volchok, I.P. (2020) Investigation of the possibility of using Zr–Ti–Nb alloys instead of titanium alloy Ti–6Al–4V for biomedical products. *Visnyk KhNADU*, **91(1)**, 15–22 [in Ukrainian].
8. Berezos, V.A., Trigub, N.P. (2011) Producing shape memory titanium alloys by electron beam melting with a cold hearth. *Advances in Electrometallurgy*, **4**, 207–210.
9. Severin, A.Yu., Berezos, V.A., Pikulin, A.N. (2015) Deformational treatment of shape memory alloy Ti–Ni, produced by electron beam melting method. *Sovrem. Elektrometall.*, **1**, 18–20.
10. Ovchynnykov, O.V., Kapustian, O.Ye. (2020) Technologies for smelting zirconium alloy ingots by vacuum arc remelting with a non-consumable electrode in a skull furnace. *Suchasna Elektrometal.* **4**, 32–38 [in Ukrainian].
11. Azhazha, V.M., Bolkov, A.F., Borts, B.V. et al. (2005) Vacuum-arc method for producing a pipe billet from an alloy Zr1%Nb. *Voprosy Atomnoi Nauki i Tekhniki. Seriya: Physics of radiation damages and radiation materials science*, **5**, 110–114 [in Russian].
12. Pilipenko, N.N. (2009) Structural materials for equipment elements of nuclear power plants. *VKhU. Seriya fizychna «Iadra, chastynky, polia»*, **42(2)**, 44–50 [in Russian].
13. Kapustian, O.Ye., Ovchynnykova, I.A. (2021) Manufacturing of deformed semi-finished zirconium alloy products from ingots melted by the method of nonconsumable electrode arc remelting in a skull furnace. *Suchasna Elektrometal.*, **3**, 16–22 [in Ukrainian].
14. Kapustian, O.Ye., Ovchynnykova, I.A., Zhdan, V.A., Savonov, Yu.M. (2022) Technology for smelting zirconium alloy ingots by vacuum arc remelting with consumable electrode. *Ibid.*, **1**, 40–46 [in Ukrainian].
15. (2020) TU U 24.4-43658421-001:2020: *Alloy bars based on the zirconium-titanium-niobium system*. DP «UKRMETRT-ESTSTANDART», Kyiv, Ukraine [in Ukrainian].
16. Boyarshinov, V.A., Shalimov, A.H., Shcherbakov, A.Y. et al. (1979) *Refining remelting of steel and alloys in vacuum*. Moscow, Metallurgiya [in Russian].

COMPOSITION OF ZIRCONIUM ALLOY INGOTS OF Zr–Nb–Ti SYSTEM MELTED BY INTEGRATED VACUUM-ARC TECHNOLOGY

O.Ye. Kapustian, T.O. Akrytova

National University «Zaporizhzhzia Polytekhnika».

64 Zhukovskiy Str., 69063, Zaporizhzhzia, Ukraine. E-mail: aek@zntu.edu.ua

The chemical composition of zirconium alloy ingots of the Zr–Nb–Ti system was studied. The ingot of the experimental zirconium alloy was smelted by the method of complex melting. Ingots with a diameter of 120 mm were obtained by a single vacuum-arc remelting in a copper crystallizer of consumable electrodes with a diameter of 50 mm, previously obtained by vacuum-arc remelting with a non-consumable electrode in a vacuum arc furnace. This method allows obtaining chemically homogeneous ingots. The content of the main alloying elements was assessed using a scanning microscope, and of oxygen — using a gas analyzer. The transition coefficients of the charge elements at vacuum-arc remelting with a consumable electrode are determined. It is established that the content of the main alloying elements in the ingots of vacuum-arc remelting corresponds to their estimated composition. The chemical composition of Zr–Nb–Ti alloy ingots was studied, and it was shown that the material is characterized by a fairly high homogeneity throughout the ingot structure without signs of zonal segregation. The results of the microanalysis established the absence of heterogeneity in the study area. Examination of the ingot metal by ultrasonic flaw detection of the alloy showed the absence of internal structural defects. Thus, a complex technology that includes vacuum-arc remelting with a non-consumable electrode in a vacuum arc sealing furnace and vacuum-arc remelting in a crystallizer with a consumable copper electrode is an effective way to obtain zirconium alloy ingots of the Zr–Nb–Ti system. This technology eliminates the shortcomings of other existing technologies and provides high-quality ingots of zirconium alloy. Ref. 16, Tabl. 1, Fig. 4.

Key words: vacuum-arc remelting; zirconium alloy; ingot; chemical composition; conversion factor; quality; technology

Надійшла до редакції 26.05.2022