

УДК: 669.14.018.5: 620.179.14

О ВЛИЯНИИ РЕЖИМА ТЕРМООБРАБОТКИ НА УДЕЛЬНОЕ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ РАСПЛАВА СТАЛИ 35ХГФ*

Боровых М.А., аспирант кафедры физики

Чикова О.А., д.ф.-м.н., профессор кафедры физики (chik63@mail.ru)

Цепелев В.С., д.т.н., профессор кафедры «Безопасность жизнедеятельности»

Вьюхин В.В., ст. научный сотрудник Исследовательского центра физики
металлических жидкостей Института материаловедения и металлургии

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
(620002, Россия, Екатеринбург, ул. Мира, 19)

Аннотация. Исследовано влияние зеренной структуры, кристаллического строения, дефектов образцов стали 35ХГФ на характер температурной зависимости удельного электросопротивления расплава при температурах 1450 – 1720 °С. Зеренная структура, кристаллическое строение изменялись в результате термообработки – нормализации и отпуска. О характеристиках зеренной структуры, кристаллического строения, дефектов судили по результатам металлографического исследования. Металлографическое исследование выполняли методом дифракции обратно рассеянных электронов – EBSD-анализа. Области сканирования выбирали с включением дефектов металла технологического происхождения, а именно, микроскопических несплошностей, заполненных газом или шлаком. Результаты EBSD-анализа представлены в виде IPF-карт, где отражено текстурное состояние образцов с использованием метода назначения цветности. Микроструктура образца стали 35ХГФ после нормализации при 910 °С характеризуется наиболее мелкими кристаллитами (порядка 1 мкм) и наибольшей протяженностью зеренных границ. Все образцы имеют дефекты – несплошности размером порядка 1 мкм. Удельное электросопротивление образцов жидкой стали 35ХГФ измеряли методом вращающего магнитного поля в режиме нагрева и последующего охлаждения. Для образцов, предварительно нормализованных при 910 °С, обнаружено расхождение температурных зависимостей удельного электросопротивления и необратимое уменьшение температурного коэффициента удельного электросопротивления в режиме охлаждения расплава. Расхождение температурных зависимостей удельного электросопротивления и необратимое уменьшение температурного коэффициента удельного электросопротивления обсуждается в рамках представлений о микронеоднородном строении металлических расплавов и явлении металлургической наследственности. Согласно представлениям о микронеоднородном строении металлических расплавов, при плавлении многофазного стального слитка не образуется сразу же однородный на атомном уровне раствор легирующих элементов в железе и в определенном интервале температур сохраняется химически микронеоднородное состояние. Судя по ветвлению температурных зависимостей удельного электросопротивления, переход расплава в состояние истинного раствора происходит лишь вблизи температуры этого ветвления $T^* = 1640$ °С. Значение температуры T^* , согласно представлениям о явлении структурной металлургической наследственности, зависит от микроструктуры, фазового состава и кристаллического строения исходного образца. Наличие несплошностей приводит к появлению при расплавлении металла избыточного объема расплава, который частично сохраняется при охлаждении и кристаллизации. В этом случае температурный коэффициент удельного сопротивления в режиме охлаждения близок к нулю по абсолютной величине, даже при скоростях охлаждения слитка порядка 10 °С/с изменяются условия кристаллизации, в частности, повышается склонность металла к аморфизации.

Ключевые слова: сталь, микроструктура, кристаллическое строение, расплав, электросопротивление, микронеоднородности, температурный коэффициент сопротивления.

DOI: 10.17073/0368-0797-2018-3-237-243

При экспериментальном изучении температурной зависимости электросопротивления стали, как правило, ставится задача получения информации о строении металла, о температурах, при нагреве до которых происходят структурные изменения в твердом и жидком металле [1]. Абсолютная величина удельного электросопротивления при данной температуре, температурный коэффициент удельного электросопротивления сталей существенным образом зависят от зеренной структуры, кристаллического строения металла, наличия точечных дефектов и дислокаций [2]. Например,

растворяясь в железе, кремний сильно искажает кристаллическую решетку и повышает электросопротивление. При увеличении содержания кремния в стали до 4,8 % сопротивление достигает 0,7 Ом·мм²/м, т. е. увеличивается в 7 раз по сравнению с чистым железом. Влияние границ зерен и кристаллического строения на величину электросопротивления поликристаллических материалов исследовано весьма слабо. Изменение кристаллического строения стальных изделий достигается в результате термообработки. Известно, что в процессе отпуска электросопротивление стали будет снижаться в результате распада пересыщенного твердого раствора и изменения дисперсности образующихся фаз. Наибольшее влияние на электросопротивление при

* Работа поддержана в рамках научных исследований высших учебных заведений Российской Федерации по государственному заданию № 2014/236.

этом оказывают точечные дефекты (вакансии). Дислокации незначительно изменяют электросопротивление. Поэтому возврат, который предшествует рекристаллизации стали, практически полностью восстанавливает величину электросопротивления до исходного. Эта особенность позволяет оценивать величину образования вакансий в сталях при различных энергетических воздействиях. К таким воздействиям относят деформацию, закалку, облучение частицами высоких энергий.

Электросопротивление является структурно чувствительным свойством металлического расплава. В частности, известны многочисленные экспериментальные свидетельства того, что при температурах выше температуры ликвидус в многокомпонентном металлическом сплаве в течение длительного времени могут существовать микронеоднородности, отличные по химическому составу от окружающего расплава [3 – 6]. Для их разрушения нужны перегревы жидкого металла до определенной для каждого состава температуры или иные энергетические воздействия, например, ультразвуковая кавитация. После такого воздействия расплав необратимо переходит в состояние истинного раствора, что существенно изменяет условия его кристаллизации. Экспериментально установлено, что разрушение микронеоднородной структуры расплавов обычно сопровождается аномалиями температурных зависимостей удельного электросопротивления расплава. Обнаружено расхождение температурных зависимостей удельного электросопротивления расплава, соответствующим режимам нагрева и последующего охлаждения образца. Температуру, отвечающую необратимому переходу расплава в гомогенное состояние, в этом случае определяли по началу высокотемпературного совпадающего участка политемпературного нагрева и охлаждения [7 – 10].

В данной работе исследовано влияние кристаллического строения образцов стали 35ХГФ на характер температурной зависимости удельного электросопротивления при температурах 1450 – 1720 °С. Кристаллическое строение образцов стали 35ХГФ изменялось в результате термообработки – нормализации и отпуска. О кристаллическом строении образцов стали 35ХГФ судили по результатам металлографического исследования, выполненного средствами EBSD-анализа.

Выбор в качестве объекта исследования жидкой стали определил выбор метода измерения электросопротивления [11 – 19]. В данной работе использован метод вращающего магнитного поля в его относительном варианте [14 – 19]. Удельное электросопротивление образцов стали 35ХГФ определяли по углу закручивания контейнера с исследуемым образцом, подвешенным на упругой нити, под действием вращающегося магнитного поля – методом Регеля [14 – 15]. А.Р. Регель [14 – 15] показал, что угол закручивания подвешенной системы φ пропорционален удельной проводимости металла, если радиус цилиндрического образца

r соизмерим с высотой H . Это соотношение является приближенным, поскольку при его выводе не учитывалось, в частности, влияние вязкости образца на величину действующего на него момента сил. Погрешность, вносимая принятыми приближениями, не поддается корректной оценке. Поэтому приводимые в ряде работ оценки его точности величинами в интервале 1 – 5 % представляются неоправданно оптимистическими. Тем не менее, применение данного метода в качестве весьма чувствительного индикатора структурных перестроек расплава в ряде случаев оказалось плодотворным.

Значения ρ рассчитывали, исходя из уравнения [14 – 15]: $\rho = K H r^4 \left(\frac{U^2}{\varphi_0} - 1 \right)$, где $K = \frac{\rho_{\text{эт}} \left(\frac{\varphi_{\text{эт}}}{\varphi_0} - 1 \right)}{U^2 H_{\text{эт}} r_{\text{эт}}^4}$;

φ_0 – угол закручивания пустой системы при данной температуре; K – эмпирическая постоянная, определяемая для каждой температуры; U – напряжение, подаваемое на катушки индуктивности для создания вращающего магнитного поля. Зависимости $\varphi_0(T)$ и $\varphi_{\text{эт}}(T)$ определяются в результате калибровочных измерений с эталонным образцом, не имеющим аномалий на кривой $\rho(T)$ в исследуемом интервале температур. В качестве эталонного образца в работе использовался монокристалл вольфрама, подвергнутый зонной чистке, электросопротивление которого описывается зависимостью [20]: $\rho_w = 4,5679 \cdot 10^{-6} T^2 + 2,3476 \cdot 10^{-2} T + 4,8128$.

При проведении эксперимента необходимо учитывать два обстоятельства. Во-первых, применяющееся для расчета ρ уравнение справедливо в тех случаях, когда можно пренебречь влиянием самоиндукции на вращающий момент, действующий на образец [21 – 23].

Это условие реализуется, если параметр $t = r \sqrt{\frac{2\pi\omega}{\rho c}} \ll 1$,

где ω – циклическая частота; c – скорость света в вакууме. Если в опытах с жидкими сталями использовать подвесную систему установки, описанную в работе [21], то параметр $t = 1,4 \cdot 10^{-2}$ (железо при $T = 1500$ °С) и, следовательно, условие выполняется. Во-вторых, при измерении электросопротивления расплава ρ , в принципе, необходимо учитывать его динамическую вязкость η [23 – 24]. Движением жидкого металла в поле можно пренебречь, если мал МГД-критерий Гартмана

Ha , т. е. при условии [23]: $Ha = Br \sqrt{\frac{1}{\rho \eta}}$, где B – составляющая поля, перпендикулярная движению жидкости. Для жидкой стали в условиях данной установки $Ha \sim 0,014$ (железо при $T = 1500$ °С), т. е. критерий Гартмана выполняется с достаточной точностью.

Удельное электросопротивление измеряли методом вращающего магнитного поля в режиме нагрева от 1450 до 1720 °С и последующего охлаждения образца. Рабочую камеру предварительно вакуумировали до

0,001 Па. Затем запускали гелий до давления примерно 10^5 Па. Образцы выдерживали в камере с инертной средой в течение 5 – 8 мин при температуре 1300 °С, затем производился нагрев до 1730 °С с шагом 30 – 50°. Изотермические выдержки в точках отсчета составляли не менее 15 мин. Признаки испарения расплава, уменьшения массы образца не наблюдались. Измерения удельного электросопротивления проводили на установке, описанной в работах [21 – 22]. Оценка погрешности измерений удельного электросопротивления по методике [24] показала, что при использовании тиглей из BeO общая относительная погрешность близка к 3 %. Ее случайная составляющая, определяющая точность фиксации аномальных точек на температурных зависимостях ρ , не превышает 2 % при доверительной вероятности $p = 0,95$.

Образцы для исследования – сталь 35ХГФ. Сталь конструкционная легированная 35ХГФ содержит компоненты в следующем соотношении, % (по массе): углерод 0,31 – 0,38; кремний 0,17 – 0,37; марганец 0,95 – 1,25; хром 1,0 – 1,30; ванадий не 0,06 – 0,12; сера не более 0,035; фосфор не более 0,035 [25 – 26]. Образцы отобраны от готовых труб в условиях ОАО «Синарский трубный завод» и отличаются режимом термообработки (ТО): образец 1 – нормализация при 910 °С и отпуск при 700 °С в печах скоростного нагрева; образец 2 – отпуск при 700 °С в печах скоростного нагрева; образец 3 – нормализация при 910 °С; образец 4 – длительный отпуск при 700 °С. Металлографическое исследование выполнено с помощью сканирующего электронного микроскопа Carl Zeiss AURIGA

Cross Beam с использованием функций рентгеновского микроанализа (EDS) и дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Выбор областей сканирования осуществлялся с включением дефектов металла технологического происхождения, а именно, микроскопических несплошностей, заполненных газом или шлаком. При финишной подготовке образцов для дифракционных исследований использовали прецизионную специализированную машину для шлифования с микропроцессорным управлением и электронным контролем плоскостности Logitech PM5. Абразив – коллоидная суспензия SiO_2 .

Результаты металлографического изучения кристаллического строения образцов стали 35ХГФ представлены на рис. 1 в виде IPF-карт (карт ориентации кристаллитов в формализме обратных полюсных фигур (inverse pole figure – IPF)). Фактически отражено текстурное состояние образцов с использованием метода назначения цветности. Микроструктура образца 3 характеризуется наиболее мелкими кристаллитами (порядка 1 мкм) и наибольшей протяженностью зеренных границ. Угол толерантности $\Theta = 10^\circ$. Микроструктура образца 2 имеет наиболее выраженную текстуру и наиболее крупное зерно. Для образцов 1, 3, 4 обнаружены несплошности размером порядка 1 мкм. Как видно из рис. 1, вблизи несплошностей в наличии широкая цветовая гамма, которая свидетельствует о высокой степени разнонаправленности кристаллитов и слабо выраженной текстуре.

Результаты резистометрического исследования образцов стали 35ХГФ представлены на рис. 2. Измерение удельного электросопротивления проведены в ин-

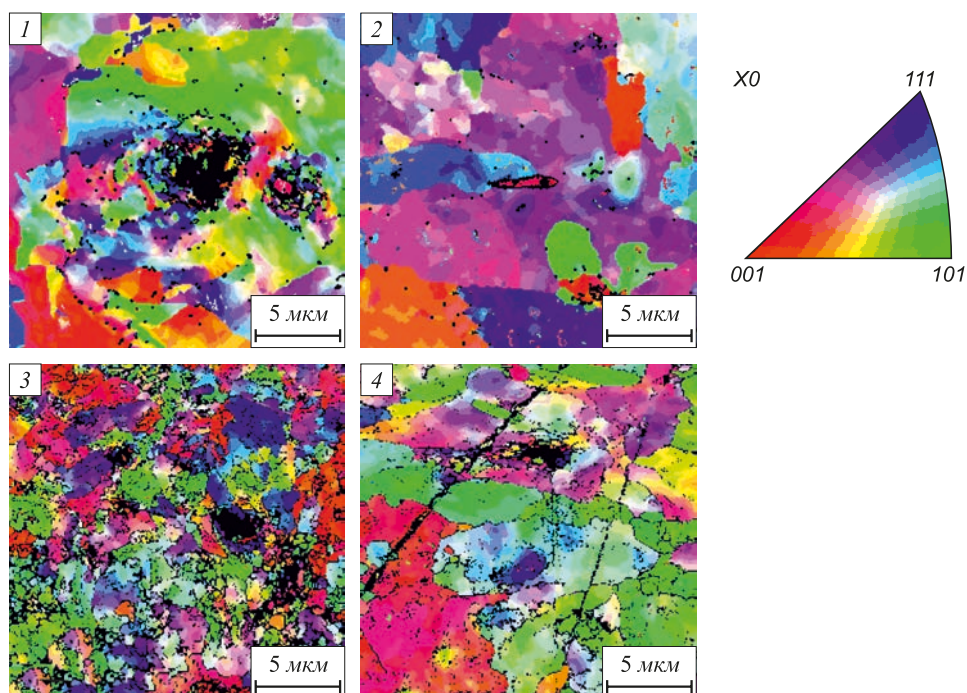


Рис. 1. IPF – карты. Номер образца обозначен на рисунке

Fig. 1. IPF – patterns. The number of the sample is marked on the figure

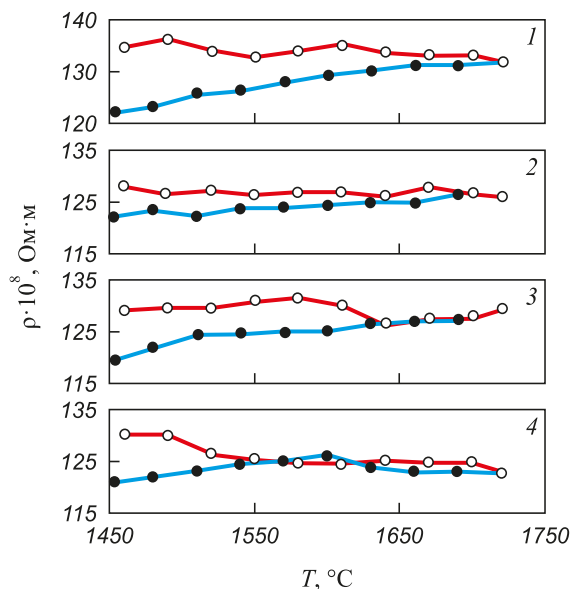


Рис. 2. Температурная зависимость удельного электросопротивления образцов стали 35ХГФ:

● – нагрев, ○ – охлаждение. Номер образца обозначен на рисунке

Fig. 2. Temperature dependence of electrical resistivity of 35KhGF steel samples:

● – heating, ○ – cooling. The number of the sample is marked on the figure

тервале температур 1450 – 1720 °С в режиме нагрева и последующего охлаждения образца. Для образцов 1 и 3 обнаружено расхождение температурных зависимостей удельного электросопротивления (гистерезис) с учетом заявленной погрешности измерений (3 %). В данных опытах зафиксировано и необратимое уменьшение температурного коэффициента удельного электросопротивления до 0,003 – 0,005 мкОм·м/°С в режиме охлаждения расплава. Металл образцов 1 и 3 был предварительно нормализован при 910 °С. Металл образцов 2 и 4, не обнаруживших гистерезис политем, предварительно был подвергнут отжигу при 700 °С. Температурные зависимости удельного электросопротивления во всех опытах в режиме охлаждения носят монотонный характер и близки к линейным зависимостям. Для образца 3 температурный коэффициент удельного электросопротивления в режиме охлаждения имеет наименьшую абсолютную величину. Ранее аналогичные закономерности в резистометрических экспериментах с жидкими сталями отмечали и авторы работ [27 – 30]. Таким образом, для жидкой стали 35ХГФ температуру, отвечающую необратимому изменению структурного состояния расплава T^* , по началу высокотемпературного совпадающего участка политем нагрева и охлаждения [7 – 10] удалось идентифицировать только для образцов 1 и 3 ($T^* = 1640$ °С). Сравнение данных EBSD-анализа (см. рис. 1) и температурных зависимостей удельного электросопротивления расплава (рис. 2) указывает на корреляцию характеристик кристаллического строения металла (размер зерна, на-

личие несплошностей по границам зерен) и величины температурного коэффициента электросопротивления. Обращает внимание, что гистерезис температурных зависимостей удельного электросопротивления расплава характерен только для образцов, имевших несплошности кристаллической структуры.

Полученные результаты в отношении абсолютных значений удельного электросопротивления согласуются с литературными данными. Сталь в первом приближении можно рассматривать как сплав Fe–C. Удельное сопротивление жидкого железа с содержанием основного элемента 99,8 % (по массе) при 1600 °С составляет $137 \cdot 10^{-8}$ Ом·м, а при 1700 °С – $140 \cdot 10^{-8}$ Ом·м. Удельное электросопротивление ρ сплавов Fe – 0,23 % (по массе) С при 1600 °С составляет $151 \cdot 10^{-8}$ Ом·м; ρ с ростом температуры возрастает по линейному закону [31 – 36]. Знак температурного коэффициента удельного сопротивления жидкой стали 35ХГФ $d\rho/dT$ во всех опытах в режиме нагрева положителен. Температурный коэффициент удельного сопротивления в режиме охлаждения меньше по абсолютной величине в 4 – 5 раз и отрицателен. Ранее аналогичный результат был получен при измерении удельного электросопротивления жидких жаропрочных сплавов [37]. При охлаждении жидкой стали в этом случае число электронов проводимости z , следовательно, и волновое число Ферми k_F увеличива-

ется $\left(k_F = \left(\frac{3\pi^2 z}{\Omega} \right)^{1/3} \right)$. В соответствие с теорией Фабера-Займана, в данном случае определяющим фактором является рост величины структурного фактора $a(2k_F)$. Когда удвоенный волновой вектор Ферми $2k_F$ становится равным волновому числу, соответствующему положению первого пика структурного фактора ($2k_F = K_p$), электросопротивление достигает максимального значения. В области, где $2k_F \approx K_p$, по теории Фабера-Займана температурный коэффициент электросопротивления $d\rho/dT$ близок к нулю или отрицателен, так как с ростом температуры уменьшается высота первого пика структурного фактора. Примечательно, что условие $2k_F = K_p$ лежит в основе представлений Нагела и Таука о процессе аморфизации металлических сплавов. Согласно этим представлениям, при выполнении условия $2k_F = K_p$ возникает потенциальный барьер для зарождения кристаллитов, понижается температура плавления сплава (температура эвтектики) и повышается температура стеклования, что и способствует процессу аморфизации [1].

Полученные результаты резистометрического исследования жидкой стали 35ХГФ можно качественно интерпретировать с позиций представлений о микронеоднородном строении металлических расплавов [2 – 5] и явлении металлургической наследственности [38 – 40]. Согласно представлениям о микронеоднородном строении металлических расплавов, при плавлении многофазного стального слитка не образуется сразу же однородный

на атомном уровне раствор легирующих элементов в железе и в определенном интервале температур сохраняется химически микронеоднородное состояние. Судя по ветвлению температурных зависимостей удельного электросопротивления, переход расплава в состояние истинного раствора происходит лишь вблизи точек этого ветвления $T^* = 1640$ °С. Значение температуры T^* , согласно представлениям о явлении структурной металлургической наследственности [38 – 40], зависит от микроструктуры, фазового состава и кристаллического строения исходного образца. Наличие несплошностей кристаллического строения металла приводит к появлению при расплавлении избыточного объема расплава, который частично сохраняется при охлаждении и кристаллизации. В этом случае температурный коэффициент удельного сопротивления в режиме охлаждения близок к нулю по абсолютной величине. Даже при скоростях охлаждения слитка порядка 10 °С/с изменяются условия кристаллизации, в частности, повышается склонность металла к аморфизации.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Островский О.А., Григорян В.А., Вишкарёв А.Ф. Свойства металлургических расплавов. – М.: Металлургия, 1988. – 304 с.
- Fujita K., Ueda M., Ikeda M., Hayashi K. Monitoring of tempering behavior in Fe-C-Mn alloys by precise measurement of electrical resistivity (Conference Paper). THERMEC 2013; Las Vegas, NV; United States; 2 – 6 December 2013. 2014. Vol. 922. P. 173 – 176.
- Popel P.S., Chikova O.A., Matveev V.M. Metastable colloidal states of liquid metallic solutions // High Temperature Materials and Processes. 1995. Vol. 14. Issue 4. P. 219 – 233.
- Wang J., He S., Sun B. etc. Grain refinement of Al-Si alloy (A356) by melt thermal treatment // Journal of Materials Processing Technology. 2003. Vol. 141. Issue 1. P. 29 – 34.
- Calvo-Dahlborg M., Popel P.S., Kramer M.J. etc. Superheat-dependent microstructure of molten Al-Si alloys of different compositions studied by small angle neutron scattering // Journal of Alloys and Compounds. 2013. Vol. 550. P. 9 – 22.
- Zu F.-Q. Temperature-induced liquid-liquid transition in metallic melts: a brief review on the new physical phenomenon // Metals. 2015. Vol. 5. Issue 1. P. 395 – 417.
- Колотухин Э.В., Попель П.С., Цепелев В.С. Электросопротивление расплавов системы кобальт-бор и оценка масштаба их микронеоднородности // Расплавы. 1988. Т. 2. № 3. С. 25 – 29.
- Кононенко В.И., Ражабов А.А., Рябина А.В. Вязкость и удельное электросопротивление расплавов системы Al-Li // Расплавы. 2011. № 3. С. 30 – 33.
- Li C., Du S., Zhao D. etc. Electrical resistivity feature of Cu-Sn-(Bi) alloy melts // Physics and Chemistry of Liquids. 2014. Vol. 52. Issue 1. P. 122 – 129.
- Plevachuk Yu., Sklyarchuk V., Yakymovych A. etc. Electronic properties and viscosity of liquid Pb-Sn alloys // Journal of Alloys and Compounds. 2005. Vol. 394. Issue 1 – 2. P. 63 – 68.
- Wang M., Jia P., Li D., Geng H. Study on the microstructure and liquid-solid correlation of Al-Mg alloys // Physics and Chemistry of Liquids. 2016. Vol. 54. No. 4. P. 507 – 514.
- Adams P.D., Leach J.S. Resistivity of Liquid Lead-Tin Alloys // Physical Review. 1967. Vol. 156. Issue 1. P. 178 – 183.
- Журавлев С.Н., Островский О.А., Григорян В.А. Измерение электропроводности жидких металлов методом вихревых токов // Теплофизика высоких температур. 1982. Т. 20. № 4. С. 665 – 670.
- Регель А.Р. Безэлектродный метод измерения электропроводности и возможность его применения для задач физико-химического анализа // Журнал неорганической химии. 1956. Т. 1. Вып. 6. С. 1271 – 1277.
- Регель А.Р. Измерение электропроводности металлов во вращающемся магнитном поле // Журнал физической химии. 1948. Т. 18. № 6. С. 1511 – 1520.
- Регель А.Р., Глазов В.М. Периодический закон и физические свойства электронных расплавов. – М.: Наука, 1978. – 308 с.
- Воронков В.В., Иванова И.И., Туровский Б.М. О применении метода вращающегося магнитного поля для измерения электропроводности расплавов // Магнитная гидродинамика. 1973. № 2. С. 147 – 149.
- Рябина А.В., Кононенко В.И., Ражабов А.А. Безэлектродный метод измерения электросопротивления металлов в твердом и жидком состояниях и установка для его реализации // Расплавы. 2009. № 1. С. 34 – 42.
- Мокровский Н.П., Регель А.Р. Электросопротивление меди, никеля, кобальта, железа и марганца в твердом и жидком состояниях // Журнал технической физики. 1953. Т. 23. № 12. С. 2121 – 2125.
- Зиновьев В.Е. Кинетические свойства металлов при высоких температурах: Справочник. – М.: Металлургия, 1984. – 200 с.
- Тягунов Г.В. и др. Измерение удельного электрического сопротивления методом вращающегося магнитного поля // Заводская лаборатория. 2003. № 2. Т. 69. С. 36 – 38.
- Пат. 2457473 РФ. Способ измерения электрического сопротивления металлургического расплава методом вращающегося магнитного поля / В.В. Коначков, А.М. Поводатор, В.В. Вьюхин, В.С. Цепелев // Бюл. изобретений. 2012. № 21.
- Физико-химические методы исследования металлургических процессов / П.П. Арсентьев, В.В. Яковлев, М.Г. Крашенинников и др. – М.: Металлургия, 1988. – 511 с.
- Глазов В.М., Вобст М., Тимошенко В.И. Методы исследования свойств жидких металлов и полупроводников. – М.: Металлургия. 1989. – 384 с.
- Гольдштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. – М.: МИСИС, 1999. – 408 с.
- Стали и сплавы. Марочник: Справ. изд. / В.Г. Сорокин и др. / Под науч. ред. В.Г. Сорокина, М.А. Гервасьева. – М.: Интермет инжиниринг, 2001. – 608 с.
- Тягунов А.Г., Барышев Е.Е., Цепелев В.С. и др. Удельное электросопротивление жидких жаропрочных сплавов // Расплавы. 1996. № 6. С. 23 – 28.
- Говорухин Л.В., Клименков Е.А., Баум Б.А. и др. Удельное электросопротивление сплавов железа с хромом и кислородом при высоких температурах // Украинский физический журнал. 1984. Т. 29. № 2. С. 291.
- Тягунов А. Г., Костина Т. К., Барышев Е. Е., Тягунов Г. В. Влияние состояния расплава на структуру жаропрочных сплавов типа ЦНК // Вестник ЮУрГУ. Серия: Металлургия. 2013. № 1. С. 79 – 84.
- Колотухин Э.В., Баум Б.А., Тягунов Г.В. и др. Электросопротивление и плотность жидких сплавов железа с бором // Изв. вуз. Черная металлургия. 1988. № 6. С. 68.
- Ершов Г.С., Касаткин Л.А., Гаврилин И.В. Электросопротивление жидкого железа с разным содержанием примесей // Изв. АН СССР. Металлы. 1976. № 2. С. 98 – 100.
- Журавлев С.Н., Островский О.И., Григорян В.А. Электросопротивление расплавов железа с углеродом бором и фосфором // Изв. вуз. Черная металлургия. 1982. № 11. С. 152 – 155.
- Транспортные свойства металлических и шлаковых расплавов: Справ. изд. / Б.М. Лепинских, А.А. Белоусов, С.Г. Бахвалов и др. / Под ред. Н.А. Ватолина. – М.: Металлургия, 1995. – 649 с.
- Гельд П.В., Баум Б.А., Клименков Е.А. и др. Электросопротивление расплавов железо-углерод // ДАН СССР. 1980. Т. 254. № 2. С. 347 – 349.

35. Кудрявцева Е.Д., Довгопол С.П., Радовский И.З. и др. Влияние состава на электросопротивление жидких сплавов железа с хромом // Журнал физической химии. 1980. Т. 54. № 1. С. 145 – 149.
36. Кудрявцева Е.Д., Сингер В.В., Радовский И.З. и др. Электронная структура жидких сплавов железа с марганцем, хромом и ванадием // Изв. вуз. Физика. 1983. № 1. С. 55 – 58.
37. Lepikhin S.V., Stepanova N.N. Investigation of the Ni₃Al-Fe alloys by resistivity measurements and differential thermal analysis // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2013. Vol. 54. Issue 6. P. 475 – 479.
38. Гаврилин И.В. О механизме образования жидких чугуновых сплавов и их наследственности // Литейное производство. 1999. № 2. С. 10 – 12.
39. Аникеев В.В., Зонненберг Н.Н. Взаимосвязь наследственности и качества стальных отливок // Литейное производство. 2010. № 6. С. 2 – 5.
40. Никитин В.И. Исследование применения наследственности структуры шихты для повышения качества отливок // Литейное производство. 1985. № 6. С. 20 – 21.

Поступила 28 марта 2016 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2018. VOL. 61. No. 3, pp. 237–243.

EFFECT OF HEAT TREATMENT CONDITIONS ON ELECTRICAL RESISTIVITY OF 35KhGF MOLTEN STEEL

M.A. Borovykh, O.A. Chikova, V.S. Tsepelev, V.V. V'yukhin

DOI: 10.17073/0368-0797-2018-3-237-243

Ural Federal University named after the first President of Russia
B.N. Yeltsin, Ekaterinburg, Russia

REFERENCES

Abstract. The authors have studied the effect of the grain structure, crystal structure and defects of 35KhGF steel samples on the character of temperature dependence of the melt specific electrical resistance at temperatures of 1450–1720 °C. Grain and crystalline structures changed as a result of heat treatment - normalization and tempering. The peculiarities of grain and crystalline structures, the defects were recognized according to the results of metallographic study. The metallographic study was carried out by diffraction of backscattered electrons-EBSD analysis. Scanning areas were chosen with the inclusion of defects in metal of technological origin, namely, microscopic discontinuities filled with gas or slag. The results of EBSD analysis are drawn as IPF-patterns; they show the texture state of the samples using the color assignment method. The microstructure of a 35KhGF steel sample after normalization at 910 °C has the smallest crystallites (of the order of 1 μm) and the largest extent of the grain boundaries. All samples have defects – discontinuities of the order of 1 μm in size. Specific electrical resistance of molten 35KhGF steel samples was measured by the method of rotating magnetic field in heating mode and subsequent cooling. For samples preliminarily normalized at 910 °C, a discrepancy in the temperature dependences of resistivity and an irreversible decrease in the resistivity temperature coefficient were observed in cooling mode of the melt. The discrepancy between the temperature dependences of the electrical resistivity and the irreversible decrease in the temperature coefficient of the resistivity was analyzed on the basis of the microinhomogeneous structure concepts of metallic melts and the phenomenon of metallurgical heredity. According to the notion of the microheterogeneous structure of metallic melts, the melting of a multiphase steel ingot does not immediately produce a homogeneous solution of the alloying elements in the iron at the atomic level, and a chemically microinhomogeneous state is maintained in a certain temperature range. Looking at the branching of the temperature dependences of the electrical resistivity, the transition of the melt into the state of true solution occurs only near the temperature $T^* = 1640$ °C. The value of temperature T^* according to the notion of the structural metallurgical heredity phenomenon depends on microstructure, phase composition and crystalline structure of the initial sample. The presence of discontinuities leads to appearance of an excess volume of melt during metal melting, which is partially retained during cooling and crystallization. In this case, the temperature coefficient of the resistivity in cooling mode is close to zero in absolute value, even at ingot cooling rates of the order of 10 °C/s the crystallization conditions change, in particular, the metal's propensity to amorphization increases.

Keywords: steel, microstructure, crystal structure, melt resistivity, microinhomogeneity, temperature coefficient of resistance.

1. Ostrovskii O.A., Grigoryan V.A., Vishkarev A.F. *Svoystva metallicheskikh rasplavov* [Properties of metallic melts]. Moscow: Metallurgiya. 1988, 304 p. (In Russ.).
2. Fujita K., Ueda M., Ikeda M., Hayashi K. Monitoring of tempering behavior in Fe-C-Mn alloys by precise measurement of electrical resistivity (Conference Paper). *THERMEC 2013; Las Vegas, NV; United States; 2-6 December 2013*. 2014, vol. 922, pp. 173–176.
3. Popel P.S., Chikova O.A., Matveev V.M. Metastable colloidal states of liquid metallic solutions. *High Temperature Materials and Processes*. 1995, vol. 14, Issue 4, pp. 219–233.
4. Wang J., He S., Sun B., Guo Q., Nishio M. Grain refinement of Al-Si alloy (A356) by melt thermal treatment. *Journal of Materials Processing Technology*. 2003, vol. 141, Issue 1, pp. 29–34.
5. Calvo-Dahlborg M., Popel P.S., Kramer M.J., Morris J.R., Dahlborg U. Superheat-dependent microstructure of molten Al-Si alloys of different compositions studied by small angle neutron scattering. *Journal of Alloys and Compounds*. 2013, vol. 550, pp. 9–22.
6. Zu F.-Q. Temperature-induced liquid-liquid transition in metallic melts: a brief review on the new physical phenomenon. *Metals*. 2015, vol. 5, Issue 1, pp. 395–417.
7. Kolotukhin E. V., Popel' P. S., Tsepelev V. S. Electrical resistivity of melts of cobalt-boron system and estimation of their microinhomogeneity scale. *Rasplavy*. 1988, vol. 2, no. 3, pp. 25–29. (In Russ.).
8. Kononenko V.I., Razhabov A.A., Ryabina A.B. Viscosity and specific electrical resistance of melts of Al-Li system. *Rasplavy*. 2011, no. 3, pp. 30–33. (In Russ.).
9. Li C., Du S., Zhao D., Zhou G., Geng H. Electrical resistivity feature of Cu-Sn-(Bi) alloy melts. *Physics and Chemistry of Liquids*. 2014, vol. 52, Issue 1, pp. 122–129.
10. Plevachuk Yu., Sklyarchuk V., Yakimovych A., Willers B., Eckert S. Electronic properties and viscosity of liquid Pb-Sn alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2005, vol. 394, Issue 1-2, pp. 63–68.
11. Wang M., Jia P., Li D., Geng H. Study on the microstructure and liquid-solid correlation of Al-Mg alloys. *Physics and Chemistry of Liquids*. 2016, vol. 54, no. 4, pp. 507–514.
12. Adams P.D., Leach J.S. Resistivity of Liquid Lead-Tin Alloys. *Physical Review*. 1967, vol. 156, Issue, pp. 178–183.
13. Zhuravlev S.N., Ostrovskii O.A., Grigoryan V.A. Measurement of the electrical conductivity of liquid metals by the eddy-current method. *High Temperature*. 1982, vol. 20, no. 4, pp. 551–555.
14. Regel' A.R. Electrodeless method for measuring electrical conductivity and possibility of its application to the problems of physical and chemical analysis. *Zhurnal neorganicheskoi khimii*. 1956, vol. 1, no. 6, pp. 1271–1277. (In Russ.).

15. Regel' A.R. Measurement of electrical conductivity of metals in rotating magnetic field. *Zhurnal fizicheskoi khimii*. 1948, vol. 18, no. 6, pp. 1511–1520. (In Russ.).
16. Regel' A.R., Glazov V.M. *Periodicheskiy zakon i fizicheskie svoystva elektronnykh rasplavov* [Periodic law and physical properties of electronic melts]. Moscow: Nauka, 1978, 308 p. (In Russ.).
17. Voronkov V.V., Ivanova I.I., Turovskii B.M. On application of rotating magnetic field method for measuring the electrical conductivity of melts. *Magnitnaya gidrodinamika*. 1973, no. 2, pp. 147–149. (In Russ.).
18. Ryabina A.B., Kononenko V.I., Razhabov A.A. Electrodeless method for measuring the electrical resistivity of metals in solid and liquid states and an installation for its implementation. *Raspavy*. 2009, no. 1, pp. 34–42. (In Russ.).
19. Mokrovskii N.P., Regel' A.R. Electrical resistance of copper, nickel, cobalt, iron and manganese in solid and liquid states. *Zhurnal tekhn. fiziki*. 1953, vol. 23, no. 12, pp. 2121–2125. (In Russ.).
20. Zinov'ev V.E. *Kineticheskie svoystva metallov pri vysokikh temperaturakh. Spravochnik* [Kinetic properties of metals at high temperatures]. Moscow: Metallurgiya, 1984, 200 p. (In Russ.).
21. Tyagunov G.V. etc. Measurement of resistivity by the rotating magnetic field method. *Zavodskaya laboratoriya*. 2003, no. 2, vol. 69, pp. 36–38. (In Russ.).
22. Konashkov V.V., Povodator A.M., V'yukhin V.V., Tsepelev V.S. *Sposob izmereniya elektricheskogo soprotivleniya metalliches-kogo rasplava metodom vrashchayushchegosya magnitnogo polya* [Method of measurement of metallic melt electrical resistance by rotating magnetic field]. Patent RF no. 2457473. *Byulleten' izobretenii*. 2012, no. 21. (In Russ.).
23. Arsent'ev P.P., Yakovlev V.V., Krashennnikov M.G., Pronin L.A., Filippov E.S. *Fiziko-khimicheskie metody issledovaniya metallurgicheskikh protsessov* [Physico-chemical methods of research of metallurgical processes]. Moscow: Metallurgiya, 1988, 511 p. (In Russ.).
24. Glazov V.M., Vobst M., Timoshenko V.I. *Metody issledovaniya svoystv zhidkikh metallov i poluprovodnikov* [Methods of research of properties of liquid metals and semiconductors]. Moscow: Metallurgiya, 1989, 384 p. (In Russ.).
25. Gol'dshtein M.I., Grachev S.V., Veksler Yu.G. *Spetsial'nye stali* [Special steel]. Moscow: MISIS, 1999, 408 p. (In Russ.).
26. Sorokin V.G. etc. *Stali i splavy. Marochnik: Sprav. Izd.* [Steel and alloys. Grade guide: Reference book]. Sorokin V.G., Gervas'ev M.A. eds. Moscow: Internet inzhiniring. 2001, 608 p. (In Russ.).
27. Tyagunov A.G., Baryshev E.E., Tsepelev B.C., Kostina T.K., Baum B.A., Savin O.V. Resistivity of liquid high-temperature strength alloys. *Raspavy*. 1996, no. 6, pp. 23–28. (In Russ.).
28. Govorukhin L.V., Klimenkov E.A., Baum B.A. etc. Specific electrical resistivity of alloys of iron with chromium and oxygen at high temperatures. *Ukr.fiz.zhurn*. 1984, vol. 29, no. 2, pp. 291. (In Russ.).
29. Tyagunov A.G., Kostina T.K., Baryshev E.E., Tyagunov G.V. The effect of melts state on the structure of TsNK type superalloys. *Vestnik YuUrGU. Seriya: Metallurgiya*. 2013, no. 1, pp. 79–84. (In Russ.).
30. Kolotukhin E.V., Baum B.A., Tyagunov G.V. etc. Electric resistivity and density of liquid ferroalloys with boron. *Izvestiya VUZov. Chernaya metallurgiya = Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1988, no. 6, p. 68. (In Russ.).
31. Ershov G.S., Kasatkin L.A., Gavrilin I.V. Electrical resistivity of liquid iron with different content of impurities. *Izv. AN SSSR. Metallurgiya*. 1976, no. 2, pp. 98–100. (In Russ.).
32. Zhuravlev S.N., Ostrovskii O.I., Grigoryan V.A. Electrical resistivity of iron melts with carbon, boron and phosphorus. *Izvestiya VUZov. Chernaya metallurgiya = Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1982, no. 11, pp. 152–155. (In Russ.).
33. Lepinskikh B.M., Belousov A.A., Bakhvalov S.G. etc. *Transportnye svoystva metallicheskh i shlakovykh rasplavov: Sprav. izd.* [Transport properties of metal and slag melts]. Vatolin N.A. ed. Moscow: Metallurgiya, 1995, 649 p. (In Russ.).
34. Gel'd P.V., Baum B.A., Klimenkov E.A. etc. Electrical resistivity of iron-carbon melts. *DAN SSSR*. 1980, vol. 254, no. 2, pp. 347–349. (In Russ.).
35. Kudryavtseva E.D., Dovgopol S.P., Radovskii I.Z. etc. Effect of composition on the electrical resistivity of liquid iron alloys with chromium. *Zhurnal fizicheskoi khimii*. 1980, vol. 54, no. 1, pp. 145–149. (In Russ.).
36. Kudryavtseva E.D., Singer V.V., Radovskii I.Z., Dovgopol S.P., Vorontsov B.S., Gel'd P.V. Electronic structure of liquid iron alloys with manganese, chromium, and vanadium. *Soviet Physics Journal*. 1983, vol. 26, no. 1, pp. 55–58.
37. Lepikhin S.V., Stepanova N.N. Investigation of the Ni₃Al-Fe alloys by resistivity measurements and differential thermal analysis. *Russian Journal of Non-Ferrous Metals*. 2013, vol. 54, Issue 6, pp. 475–479.
38. Gavrilin I.V. On the mechanism of formation of liquid cast iron alloys and their heredity. *Liteinoe proizvodstvo*. 1999, no. 2, pp. 10–12. (In Russ.).
39. Anikeev V.V., Zonnenberg N.N. Relation between heredity and quality of steel castings. *Liteinoe proizvodstvo*. 2010, no. 6, pp. 2–5. (In Russ.).
40. Nikitin V.I. Study of the application of charge structure heredity to improve the castings quality. *Liteinoe proizvodstvo*. 1985, no. 6, pp. 20–21. (In Russ.).

Acknowledgements. The work was financially supported in the framework of scientific research of higher educational institutions of the Russian Federation for state task No. 2014/236.

Information about the authors:

M.A. Borovykh, Postgraduate of the Chair of Physics
O.A. Chikova, Dr. Sci. (Phys.–Math.), Professor of the Chair of Physics (chik63@mail.ru)
V.S. Tsepelev, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair of Life Safety
V.V. V'yukhin, Senior Researcher of the Research Center of Physics of Metallic Liquids of the Institute of Materials and Metallurgy

Received March 28, 2016