

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY

fermet.misis.ru

2023 Том 66 № 2
Vol. No.

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Многослойные аморфно-кристаллические высокоэнтропийные
металлические пленки

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Раскислительная способность алюминия в железо-марганцевых
углеродсодержащих расплавах

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ И МАТЕРИАЛАХ

Анализ природы происхождения характерных дефектов мелющих шаров
из отбраковки непрерывнолитых заготовок рельсовой стали

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

Научно-технический журнал

Издается с января 1958 г. ежемесячно

2023 Том 66 № 2
Vol. No.

IZVESTIYA FERROUS METALLURGY

Scientific and Technical Journal

Published since January 1958. Issued monthly

ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

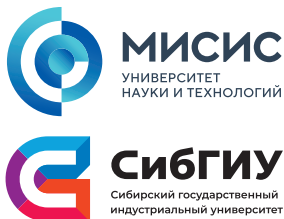
www.fermet.misis.ru

ISSN 0368-0797 (Print) ISSN 2410-2091 (Online)

Варианты названия:

Известия вузов. Черная металлургия
Izvestiya. Ferrous Metallurgy

Учредители:



Редакционная коллегия:

Г. В. Ашихмин, д.т.н., профессор, ОАО «Ин-т Цветметобработка», г. Москва
С. О. Байсанов, д.т.н., профессор, ХМИ им. Ж.Абишева, г. Караганда, Республика Казахстан
В. Д. Белов, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва
Бродов А.А., к.экон.н., ФГУП «ЦНИИЧермет им. И.П. Бардина», г. Москва
Е. П. Вольнкина, д.т.н., советник, ОЮЛ «Кузбасская Ассоциация переработчиков отходов», г. Новокузнецк
С. М. Горбатюк, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва
К. В. Григорович, академик РАН, д.т.н., ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва
В. Е. Грозов, д.ф.-м.н., профессор, СибГИУ, г. Новокузнецк
А. Н. Дмитриев, д.т.н., профессор, академик РАЕН, академик АИН РФ, г. Екатеринбург
А. В. Дуб, д.т.н., профессор, ЗАО «Наука и инновации», г. Москва
В. И. Жучков, д.т.н., профессор, ИМЕТ УрО РАН, г. Екатеринбург
Р. Ф. Зингер, д.т.н., профессор, Институт Фридриха-Александра, Германия
М. Зиниград, д.т.н., профессор, Институт Ариэля, Израиль
В. И. Золотухин, д.т.н., профессор, ТулГУ, г. Тула
А. Г. Колмаков, д.т.н., чл.-корр. РАН, ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва
В. М. Колокольцев, д.т.н., профессор, МГТУ им. Г.И. Носова, г. Магнитогорск
М. В. Костина, д.т.н., ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва
К. Л. Косырев, д.т.н., профессор, АО «НПО «ЦНИИТМаш», г. Москва
Ю. А. Курганова, д.т.н., профессор, МГТУ им. Н.Э. Баумана, г. Москва
Х. Линн, ООО «Линн Хай Терм», Германия
В. И. Лысак, академик РАН, д.т.н., профессор, ВолгГТУ, г. Волгоград

По решению ВАК журнал «Известия вузов. Черная металлургия» входит в «Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени доктора и кандидата наук».

Главный редактор:

Леопольд Игоревич Леонтьев, академик РАН, советник, Президиум РАН; д.т.н., профессор, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»; главный научный сотрудник, Институт металлургии УрО РАН, г. Москва

Заместитель главного редактора:

Евгений Валентинович Протопопов, д.т.н., профессор, Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

Адреса редакций:

Россия, 119049, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1
Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»,
Тел.: +7 (495) 638-44-11
E-mail: fermet.misis@mail.ru, ferrous@mis.ru

Россия, 654007, Новокузнецк,
Кемеровская обл. – Кузбасс, ул. Кирова, зд. 42
Сибирский государственный индустриальный университет,
Тел.: +7 (3843) 74-86-28
E-mail: redjizv@sibsiu.ru

В. П. Мешалкин, академик РАН, д.т.н., профессор, РХТУ им. Д.И. Менделеева, г. Москва
Р. Р. Мулюков, д.ф.-м.н., профессор, чл.-корр. ФГБУН ИПСМ РАН, г. Уфа
С. А. Никулин, д.т.н., профессор, чл.-корр. РАЕН, НИТУ МИСИС, г. Москва
А. Х. Нурулгалеев, д.т.н., профессор, КГИУ, г. Караганда, Республика Казахстан
О. И. Островский, д.т.н., профессор, Университет Нового Южного Уэльса, Сидней, Австралия
Л. Пиетрелли, д.т.н., Итальянское национальное агентство по новым технологиям, энергетике и устойчивому экономическому развитию, Рим, Италия
И. Ю. Пышминцев, д.т.н., РосНИТИ, г. Челябинск
А. И. Рудской, академик РАН, д.т.н., профессор, СПбПУ Петра Великого, г. Санкт-Петербург
Б. А. Сивак, к.т.н., профессор, АО АХК «ВНИИМЕТМАШ», г. Москва
Л. М. Симонян, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва
Л. А. Смирнов, академик РАН, д.т.н., профессор, ОАО «Уральский институт металлов», г. Екатеринбург
С. В. Солодов, к.т.н., НИТУ МИСИС, г. Москва
Н. А. Спирин, д.т.н., профессор, УрФУ, г. Екатеринбург
Г. Танг, Институт перспективных материалов университета Циньхуа, г. Шеньжень, Китай
М. В. Темляничев, д.т.н., профессор, СибГИУ, г. Новокузнецк
М. Р. Филонов, д.т.н., профессор, НИТУ МИСИС, г. Москва
И. В. Чуманов, д.т.н., профессор, ЮУрГУ, г. Челябинск
О. Ю. Шешуков, д.т.н., профессор, УрФУ, г. Екатеринбург
М. О. Шпайдель, д.ест.н., профессор, Швейцарская академия материаловедения, Швейцария
А. Б. Юрьев, д.т.н., ректор, СибГИУ, г. Новокузнецк
В. С. Юсупов, д.т.н., профессор, ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН, г. Москва

Индексирование: Scopus, Russian Science Citation Index (RSCI), Research Bible, Chemical Abstracts, OCLC и Google Scholar

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций ПИ № ФС77-35456.



Статьи доступны под лицензией Creative Commons Attribution 4.0 License.

IZVESTIYA FERROUS METALLURGY

www.fermet.misis.ru

ISSN 0368-0797 (Print) ISSN 2410-2091 (Online)

Alternative title:

Izvestiya vuzov. Chernaya metallurgiya
Izvestiya. Ferrous Metallurgy

Founders:



Editor-in-Chief:

Leopol'd I. Leont'ev, Academician, Adviser of the Russian Academy of Sciences; Dr. Sci. (Eng.), Prof., National University of Science and Technology "MISIS"; Chief Researcher, Institute of Metallurgy UB RAS, Moscow

Deputy Editor-in-Chief:

Evgenii V. Protopopov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk

Editorial Addresses:

4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation
National University of Science and Technology "MISIS"
Tel.: +7 (495) 638-44-11
E-mail: fermet.misis@mail.ru, ferrous@sisis.ru

42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass
640007, Russian Federation
Siberian State Industrial University
Tel.: +7 (3843) 74-86-28
E-mail: redjizvz@sibsiu.ru

Editorial Board:

German V. Ashikhmin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., JSC "Institute Tsvetmetobrabotka", Moscow

Sailaubai O. Baisanov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Abishev Chemical-Metallurgical Institute, Karaganda, Republic of Kazakhstan

Vladimir D. Belov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow

Anatolii A. Brodov, Cand. Sci. (Econ.), Bardin Central Research Institute for Ferrous Metallurgy, Moscow

Il'ya V. Chumanov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., South Ural State Research University, Chelyabinsk

Andrei N. Dmitriev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Academician, RANS, A.M. Prokhorov Academy of Engineering Sciences, Institute of Metallurgy, Ural Branch of RAS, Ural Federal University, Yekaterinburg

Aleksei V. Dub, Dr. Sci. (Eng.), Prof., JSC "Science and Innovations", Moscow

Mikhail R. Filonov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow

Sergei M. Gorbatyuk, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow

Konstantin V. Grigorovich, Academician of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow

Victor E. Gromov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk

Aleksei G. Kolmakov, Dr. Sci. (Eng.), Corresponding Member of RAS, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow

Valerii M. Kolokol'tsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk

Mariya V. Kostina, Dr. Sci. (Eng.), Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow

Konstantin L. Kosyrev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., JSC "NPO "TSNIITMash", Moscow

Yuliya A. Kurganova, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Bauman Moscow State Technical University, Moscow

Linn Horst, Linn High Therm GmbH, Hirschbach, Germany

Vladimir I. Lysak, Academician of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Rector, Volgograd State Technical University, Volgograd

Valerii P. Meshalkin, Dr. Sci. (Eng.), Academician of RAS, Prof., D.I. Mendeleyev Russian Chemical-Technological University, Moscow

Radik R. Mulyukov, Dr. Sci. (Phys.-Chem.), Prof., Corresponding Member of RAS, Institute of Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa

Sergei A. Nikulin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Corresponding Member of RANS, NUST MISIS, Moscow

Asylbek Kh. Nurumgaliev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Karaganda State Industrial University, Karaganda, Republic of Kazakhstan

Oleg I. Ostrovski, Dr. Sci. (Eng.), Prof., University of New South Wales, Sydney, Australia

Loris Pietrelli, Dr., Scientist, Italian National Agency for New Technologies, Energy and Sustainable Economic Development, Rome, Italy

Igor' Yu. Pyshmintsev, Dr. Sci. (Eng.), Russian Research Institute of the Pipe Industry, Chelyabinsk

Andrei I. Rudskoi, Academician of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Rector, Peter the Great Saint-Petersburg Polytechnic University, Saint-Petersburg

Oleg Yu. Sheshukov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Ural Federal University, Yekaterinburg

Laura M. Simonyan, Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST MISIS, Moscow

Robert F. Singer, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Friedrich-Alexander University, Germany

Boris A. Sivak, Cand. Sci. (Eng.), Prof., VNIIMETMASH Holding Company, Moscow

Leonid A. Smirnov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Academician of RAS, OJSC "Ural Institute of Metals", Yekaterinburg

Sergei V. Solodov, Cand. Sci. (Eng.), NUST MISIS, Moscow

Speidel Marcus, Dr. Natur. Sci., Prof., Swiss Academy of Materials, Switzerland

Nikolai A. Spirin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Ural Federal University, Yekaterinburg

Tang Guoi, Institute of Advanced Materials of Tsinghua University, Shenzhen, China

Mikhail V. Temlyantsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Siberian State Industrial University, Novokuznetsk

Ekaterina P. Volynkina, Dr. Sci. (Eng.), Advisor, ALE "Kuzbass Association of Waste Processors", Novokuznetsk

Aleksei B. Yur'ev, Dr. Sci. (Eng.), Rector, Siberian State Industrial University, Novokuznetsk

Vladimir S. Yusupov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow

Vladimir I. Zhuchkov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Institute of Metallurgy, Ural Branch of RAS, Ural Federal University, Yekaterinburg

Michael Zinigrad, Dr. Sci. (Physical Chemistry), Prof., Rector, Ariel University, Israel

Vladimir I. Zolotukhin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Tula State University, Tula

Journal "Izvestiya. Ferrous metallurgy" is included in the "List of the leading peer-reviewed scientific journals and publications, in which should be published major scientific results of dissertations for the degree of doctor and candidate of sciences" by the decision of the Higher Attestation Commission.

Indexed: Scopus, Russian Science Citation Index (RSCI), Research Bible, Chemical Abstracts, OCLC and Google Scholar

Registered in Federal Service for Supervision in the Sphere of Mass Communications **PI number FS77-35456.**



Articles are available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

СОДЕРЖАНИЕ

CONTENTS

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

- Князев С.В., Куценко А.И., Усольцев А.А., Козырев Н.А., Куценко А.А. Перспективы и направления цифровой трансформации в литейном производстве 140
- Мусурзаева Б.Б. Микроструктура и элементный анализ порошковых композиционных материалов на основе железа 148

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

- Теплякова Л.А., Кашин А.Д., Куницына Т.С. Развитие сдвиговой деформации в пакетном мартенсите среднелегированных сталей при растяжении 154
- Баранникова С.А., Надежкин М.В., Исхакова П.В. Исследование механических и акустических свойств деформируемых сплавов 162
- Беломытцев М.Ю. Закономерности формирования аустенитного зерна в 12 %-ных хромистых жаропрочных ферритно-мартенситных сталях 168
- Бровер Г.И., Щербакоева Е.Е. Структурная организация и свойства поверхностных слоев твердых сплавов системы WC-Co после импульсной лазерной обработки 177
- Капланский Ю.Ю., Агеев М.И., Бычкова М.Я., Фадеев А.А., Левашов Е.А. Влияние размера пятна лазера на структуру и свойства жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3, полученного селективным лазерным сплавлением 184
- Иванов Ю.Ф., Прокопенко Н.А., Петрикова Е.А., Шугуров В.В., Тересов А.Д. Многослойные аморфно-кристаллические высокоэнтропийные металлические пленки 191
- Зыкова А.П., Панфилов А.О., Чумаевский А.В., Воронцов А.В., Тарасов С.Ю. Электронно-лучевое аддитивное производство композиционного сплава из нержавеющей стали и алюминиевой бронзы: микроструктура и механические характеристики 197

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

- Макровец Л.А., Самойлова О.В., Михайлов Г.Г. Раскислительная способность алюминия в железо-марганцевых углеродсодержащих расплавах 206
- Немчинова Н.В., Тютрин А.А., Зайцева А.А. Гидрометаллургическое рафинирование металлургического кремния 215

METALLURGICAL TECHNOLOGIES

- Knyazev S.V., Kutsenko A.I., Usol'tsev A.A., Kozyrev N.A., Kutsenko A.A. Prospects and directions of digital transformation in foundry 140
- Musurzaeva B.B. Microstructure and elemental analysis of iron-based powder composite materials 148

MATERIAL SCIENCE

- Tepliyakova L.A., Kashin A.D., Kunitsyna T.S. Development of shear deformation in lath martensite of medium alloy steels under tension 154
- Barannikova S.A., Nadezhkin M.V., Iskhakova P.V. Mechanical and acoustic properties of deformable alloys ... 162
- Belomyttsev M.Yu. Features of formation of austenite grains in 12 % Cr heat-resistant ferritic-martensitic steels 168
- Brover G.I., Shcherbakova E.E. Structural organization and properties of surface layers of WC-Co hard alloys after pulsed laser processing 177
- Kaplanskii Yu.Yu., Ageev M.I., Bychkova M.Ya., Fadeev A.A., Levashov E.A. Influence of laser spot size on structure and properties of high-temperature CompoNiAl-M5-3 alloy produced by selective laser melting 184
- Ivanov Yu.F., Prokopenko N.A., Petrikova E.A., Shugurov V.V., Teresov A.D. Multilayer amorphous-crystalline high-entropy metal films 191
- Zykova A.P., Panfilov A.O., Chumaevskii A.V., Vorontsov A.V., Tarasov S.Yu. Electron beam additive manufacturing of composite alloy from stainless steel and aluminum bronze: Microstructure and mechanical properties 197

PHYSICO-CHEMICAL BASICS
OF METALLURGICAL PROCESSES

- Makrovets L.A., Samoilova O.V., Mikhailov G.G. Deoxidation capacity of aluminum in ferromanganese carbon-containing melts 206
- Nemchinova N.V., Tyutrin A.A., Zaitseva A.A. Hydro-metallurgical refining of metallurgical silicon 215

СОДЕРЖАНИЕ (продолжение)

CONTENTS (Continuation)

**ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ
ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ
ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ
И МАТЕРИАЛАХ**

**INNOVATIONS IN METALLURGICAL
INDUSTRIAL AND LABORATORY
EQUIPMENT, TECHNOLOGIES
AND MATERIALS**

- Уманский А.А., Морозов И.С., Протопопов Е.В., Симачев А.С., Думова Л.В. Анализ природы происхождения характерных дефектов мелющих шаров из отбраковки непрерывнолитых заготовок рельсовой стали 222
- Ким А.А., Подглазова М.И., Шатохин К.С. Погрешности бесконтактного измерения температуры 229

- Umanskii A.A., Morozov I.S., Protopopov E.V., Simachev A.S., Dumova L.V. Occurrence of characteristic defects of grinding balls from rejects of continuously cast billets of rail steel 222
- Kim A.A., Podglazova M.I., Shatokhin K.S. Errors of non-contact temperature measurement 229

**ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ
И АВТОМАТИЗАЦИЯ
В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

**INFORMATION TECHNOLOGIES
AND AUTOMATIC CONTROL
IN FERROUS METALLURGY**

- Ляховец М.В., Макаров Г.В., Саламатин А.С. Формирование данных для цифровых тренажеров операторов металлургических процессов 236
- Павлов А.В., Спирин Н.А., Гурин И.А., Лавров В.В., Бегинюк В.А., Истомин А.С. Информационно-моделирующая система прогнозирования состава и свойств конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени 244

- Lyakhovets M.V., Makarov G.V., Salamatina A.S. Data generation for digital simulators of metallurgical process operators 236
- Pavlov A.V., Spirin N.A., Gurin I.A., Lavrov V.V., Beginyuk V.A., Istomin A.S. Information-modeling system for prediction of the composition and properties of final slag in a blast furnace in real time 244

**ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЭФФЕКТИВНОСТЬ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВА**

**ECONOMIC EFFICIENCY
OF METALLURGICAL PRODUCTION**

- Глушакова О.В., Черникова О.П. Институционализация ESG-принципов на международном уровне и в Российской Федерации, их влияние на деятельность предприятий черной металлургии. Часть 1 253

- Glushakova O.V., Chernikova O.P. Institutionalization of ESG-principles at the international level and in the Russian Federation, their impact on ferrous metallurgy enterprises. Part 1 253



УДК 621.74.002.6:681.3

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-140-147



Оригинальная статья

Original article

ПЕРСПЕКТИВЫ И НАПРАВЛЕНИЯ ЦИФРОВОЙ ТРАНСФОРМАЦИИ В ЛИТЕЙНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

С. В. Князев¹, А. И. Куценко¹, А. А. Усольцев¹,
Н. А. Козырев², А. А. Куценко¹

¹ Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

² Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина (Россия, 105005, Москва, ул. Радио, 23/9)

✉ krookia@mail.ru

Аннотация. Время информационных технологий определяет свои приоритеты, которые являются обязательным условием построения конкурентоспособного производства и экономики. Повсеместное распространение цифровизации – один из базовых признаков новой экономики, нового типа социально-экономического устройства, постепенно формируемого в современном мире путем внедрения достижений научно-технического прогресса и инновационных методов хозяйствования, интеллектуализации и капитализации человеческих знаний, использования передовых новейших информационных и материальных технологий, ускоренного развития наукоемких отраслей экономики, становления творческого, эффективного, рационального информационно-материального производства. В настоящее время на крупных литейных предприятиях с массовым и крупносерийным производством отливок в целом решена задача автоматизации управления технологическими процессами с использованием цифровых систем управления. Они реализуют алгоритмы управления технологическими процессами литья в замкнутых контурах (локально). Рассматриваемые системы позволяют реализовывать оптимальные стратегии управления и автоматически выполнять последовательности операций (пуск и остановку оборудования; расчет и ввод металлошхты; расчет рецептур, дозирование и смешивание формовочных и стержневых смесей) многостадийных периодических литейных процессов. Цифровая трансформация может существенно изменить сложившуюся практику работы литейного производства (от непосредственного контроля и управления технологическими процессами до бизнес-планирования и документооборота). Трансформация окажет влияние на все параметры предприятия: экономическую эффективность производства (производительность, эксплуатационные затраты); надежность (эксплуатационную готовность); безопасность (количество инцидентов); соответствие законодательным нормам по экологии. Технологическим критерием успешности цифровой трансформации литейного производства будет являться выпуск номенклатуры отливок с минимальным уровнем дефектности, коммерческим – выпуск номенклатуры отливок, пользующихся спросом на рынке (детали машин и механизмов), с минимальной себестоимостью, которая определяется технологическим уровнем подготовки производства и его реализацией и, как следствие, низкими затратами и оптимальным качеством форм, металла и отливок.

Ключевые слова: литейное производство, технология, управление, цифровизация, трансформация, качество, эффективность, контроль, система

Для цитирования: Князев С.В., Куценко А.И., Усольцев А.А., Козырев Н.А., Куценко А.А. Перспективы и направления цифровой трансформации в литейном производстве. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(2):140–147.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-140-147>

PROSPECTS AND DIRECTIONS OF DIGITAL TRANSFORMATION IN FOUNDRY

S. V. Knyazev¹, A. I. Kutsenko¹, A. A. Usol'tsev¹,
N. A. Kozыrev², A. A. Kutsenko¹

¹ Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

² I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy (23/9 Radio Str., Moscow 105005, Russian Federation)

✉ krookia@mail.ru

Abstract. The time of information technology determines its priorities, which are a prerequisite for building a competitive production and economy. The ubiquitous spread of digitalization is one of the basic principles of new economy, a new type of socio-economic structure that is gradually being

formed in the modern world through the introduction of scientific and technological progress and innovative methods of management, intellectualization and capitalization of human knowledge, the use of advanced new information and material technologies, accelerated development of knowledge-intensive sectors of the economy, the formation of creative, efficient, rational information and material production. Currently, at large foundries with mass and large-scale production of castings, the task of automating the control of technological processes using digital control systems was solved in general. They implement algorithms for controlling technological processes of casting in closed circuits (locally). The systems under consideration allow to implement optimal control strategies and automatically perform sequences of operations (start and stop of equipment; calculation and input of metal charge; calculation of formulations, dosing and mixing of molding and core mixtures) of multi-stage periodic casting processes. Digital transformation can significantly change the established practice of foundry production (from direct control and management of technological processes to business planning and document management). The transformation will have an impact on all parameters of the enterprise: economic efficiency of production (productivity, operating costs); reliability (operational readiness); safety (number of incidents); compliance with legislative norms on ecology. The technological criterion for success of the digital transformation of foundry production will be the release of a nomenclature of castings with a minimum level of defect, commercial – the release of a nomenclature of castings in demand on the market (machine parts and mechanisms), with a minimum self-cost, which is determined by the technological level of preparation of the production and its implementation and, as a consequence, low costs and optimal quality of molds, metal and castings.

Keywords: foundry, technology, management, digitalization, transformation, quality, efficiency, control, system

For citation: Knyazev S.V., Kutsenko A.I., Usol'tsev A.A., Kozyrev N.A., Kutsenko A.A. Prospects and directions of digital transformation in foundry. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):140–147. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-140-147>

ВВЕДЕНИЕ

Современное производство характеризуется своей гибкостью не только в технологической сфере, но и способностью адаптировать свою бизнес-модель и стратегию под меняющиеся условия.

Цифровая трансформация – это интеграция IT-и digital-технологий во все процессы предприятия. Их внедрение заключается не только в использовании современного оборудования, но и в модернизации подходов к управлению [1; 2]. Прогресс достигается путем отказа от консервативных моделей работы, а также за счет их преобразования.

Цифровая трансформация должна базироваться на современных информационно-материальных технологиях и оборудовании, начинаться с модернизации верхнего уровня управления предприятием – ERP системы (планирование, материальные потоки и финансы, персонал, коммуникации и другое), повышения уровня «цифровых» технологических компетенций и мышления сотрудников, адаптации и обучения их к нововведениям, современному стилю управления и работы, вовлечения и стимулирования их в процесс перехода на современные этапы развития производства [3 – 5].

Цифровая трансформация касается любого направления деятельности предприятия. Создание и хранение BigData (результаты анализов, снимки), протелевидение, приборы удаленного мониторинга состояния оборудования и мобильные приложения по контролю производства меняют подход к промышленным технологиям.

Одна из ключевых функций цифрового производства – это контроль и идентификация [6 – 8]. Такой подход позволяет организовать более гибкий производственный процесс, вплоть до индивидуального изделия. Однако цифровое производство подразумевает под собой не только контроль и идентификацию продукции, но также электронные библиотеку, журналы и паспорта изделий; онлайн цифровой контроль с последующей математической обработкой результатов и их анализом; создание

специальных платформ по контролю за эксплуатацией изделий (обратная связь); прогнозирование и техническую диагностику качества продукции [9 – 11].

В результате анализа мнения российских [12 – 14] и зарубежных [15 – 18] экспертов можно выделить четыре приоритета цифровой трансформации в промышленности:

- исключение человека из рутинных и опасных производственных процессов;
- создание цифровых двойников;
- управление и распределение ресурсами;
- организация современной культуры коммуникаций.

Под цифровые двойники попадают оптимизация энергопотребления и ресурсное планирование производства, цепочки поставок, техническое обслуживание и ремонт, модели этапов технологических процессов.

Задачи цифровой трансформации литейного производства

Процесс цифровой трансформации в литейном производстве еще находится на ранней стадии. Степень адаптации цифровых технологий с точки зрения реализации их бизнес-потенциала можно экспертно оценить примерно в 20 %.

В настоящее время на крупных литейных предприятиях в целом решена задача автоматизации управления технологическими процессами с использованием цифровых АСУ ТП. Они позволяют вести управление процессами в замкнутом контуре (локально) по предопределенным алгоритмам, реализовывать оптимальные стратегии управления с применением систем усовершенствованного управления и автоматически выполнять последовательности операций (пуск и остановку оборудования; расчет и ввод металлошихты; расчет рецептур, дозирование и смешивание формовочных и стержневых смесей) многостадийных периодических литейных процессов.

В отличие от автоматизации технологического процесса задачи управления производством в массе своей не автоматизированы. В перечень задач управления производством входят, например, подготовка и контроль выполнения производственных планов, задачи оптимизации и контроля производственных режимов, диагностики и прогнозирования дефектности, задачи контроля состояния основного оборудования, вопросы безопасности и надежности оборудования, вопросы безопасности персонала, контроля выбросов и множество других [12 – 14]. Это связано с разнообразием таких задач, недостаточным внедрением систем, позволяющих автоматизировать их выполнение, недостаточным количеством исходных данных для работы таких систем, а также неполной интегрированностью существующего программного обеспечения между собой [15 – 18]. Рассматривая их по аналогии с задачами автоматизации технологических процессов, можно утверждать, что большая часть задач управления производством выполняется в ручном режиме, а не в замкнутом контуре. Цифровая трансформация позволит «замкнуть» этот контур и обеспечить выполнение таких задач в автоматизированном режиме. Имея всю полноту данных о производстве в реальном времени и в архиве истории, сотрудники предприятия будут применять аналитические приложения (общецелевые или специализированные) для выработки решений и их исполнения. В этих целях могут быть подключены отраслевые эксперты, у которых также будет доступ к необходимой информации. Контроль выполняемых решений осуществляется на основании данных реального времени, автоматически полученных из АСУ ТП и других источников.

Другая группа задач, где цифровая трансформация может существенно изменить сложившуюся практику работы литейного производства, – это задачи, непосредственно подразумевающие работу в опасных зонах предприятия и на удаленных объектах. К таким задачам относятся обходы полевых операторов, контроль состояния оборудования, техническое обслуживание, ремонт оборудования и КИП. Новые подходы позволяют не только получить доступ к информации, ранее недоступной для сотрудников, находящихся в опасных зонах, но и сократить количество выходов в такие зоны.

Важным аспектом цифровой трансформации в литейном производстве является принципиальное изменение бизнес-процессов, связанных с реализацией готовой продукции потребителям. Так как среди крупных рыночных игроков часто выступают госкорпорации, транснациональные компании, крупные объединения (многие из них уже более трех лет занимаются цифровой трансформацией в основных сферах своей деятельности), то в ближайшем будущем они как заказчики будут покупать продукцию, технологии, услуги только у тех производителей, которые смогут интегри-

роваться в их цифровые платформы. Только в этом случае поставщики станут актуальны для стратегического развития заказчиков.

Литейное производство – это заготовительное производство, которое включает в себя совокупность средств, способов и методов человеческой деятельности, направленных на обеспечение машиностроения, приборостроения и других отраслей народного хозяйства литыми заготовками и изделиями.

В ближайшем будущем в рамках цифровой трансформации каждое литое изделие будет иметь цифровой паспорт (*Digital Passport*), в котором хранится весь жизненный цикл продукта. В общем виде информация о литом изделии будет включать в себя следующее [19; 20]:

- уникальный номер изделия, по которому происходит идентификация серийного номера изделия и выводится персональная информация по конкретному экземпляру;
- технические характеристики изделия (паспорт изделия);
- используемые материалы и/или компоненты, применяемые при производстве изделия;
- перечень оборудования, на котором произведено изделие с указанием всех параметров технологической цепочки его производства, включая непосредственных исполнителей (смен, бригад, конкретных работников в зависимости от технологической операции), осуществлявших выпуск изделия;
- результаты испытаний, диагностики на каждом технологическом этапе производства изделия;
- сведения о методах и средствах контроля качества изделия с указанием полученных в ходе данных операций результатов;
- сведения о дефектах, восстановительных и технологических ремонтах по всей цепочке кооперации изготовления изделия;
- условия хранения и эксплуатации изделия;
- условия уничтожения, утилизации или переработки изделия.

Рассматриваемый подход обеспечит прямую связь с потребителем, наладит оперативный электронный документооборот изготавливаемой продукции, исключит контрафакт и подделку продукции, выявит возможные причины отказа и поломки изделия в составе оборудования, позволит прогнозировать его техническое состояние и резко повысит уровень управления качеством. Создается рабочее *Online* пространство для оперативного обмена достоверной документацией с заводом-производителем и взаимодействия поставщика с заказчиками [21 – 23]. Помимо этого, производитель получает значительный объем аналитической информации, при грамотном использовании которого он сможет удерживать затраты на производство литого изделия на низком (конкурентном) уровне [24].

ЦИФРОВЫЕ ИНСТРУМЕНТЫ ЛИТЕЙНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Цифровая трансформация в литейном производстве – это объективная необходимость «выживания» всей отрасли в целом, требующая применения современных цифровых инструментов на всех переделах изготовления отливок (см. таблицу).

Среди отраслей экономики, в которых в первую очередь будет происходить цифровая трансформация литейного производства, – это автомобиле-, авиа-, судостроение, двигателе-, машиностроение (атомное, нефтегазовое, тяжелое, специальное), железнодорожный транспорт.

Таким образом, уже сейчас литейным предприятиям необходимо начать разработку стратегии цифровой трансформации своего производства, в которой следует учесть следующие важные аспекты:

– цифровизацию процессов (данные решения должны упростить технологические процессы производства, техническое обслуживание и ремонт оборудования, административные процессы; сюда же должны входить мобильные решения для рабочего персонала);

– роботизацию и автоматизацию (решения, позволяющие снизить или исключить участие человека в некритичных процессах, а также решения, улучшающие контроль и стабильность производственных процессов);

– пооперационный контроль качества готовой продукции (решения, позволяющие сформировать систему учета и идентификации готовой продукции на предприятии, разработать цифровой паспорт *Digital Passport* изделия);

– системное управление активами предприятия (решения, направленные на организацию взаимодействия

Цифровые инструменты литейного производства

Digital foundry tools

Технологическо-организационные операции	Цифровые инструменты
Подготовка производства, технология литейной формы и модельно-опочная оснастка [25 – 27]	– создание компьютерной 3D-модели отливки в системах трехмерного твердотельного и поверхностного параметрического проектирования; – проектирование литниковой системы, моделирование и оптимизация процессов литья на базе систем LVMFlow, ProCAST; – компьютерное моделирование, виртуальные испытания, цифровые двойники (DTA); – подготовка комплекта чертежей литейной технологии на базе CAD-систем; – аддитивные технологии (AT); – технологическое проектирование на базе CAM-систем; – применение станков с ЧПУ.
Процессы формообразования и изготовления стержней [28 – 30]	– роботизированная автоматизация процессов (RPA); – АФЛ и стержневые автоматы.
Шихтовка, плавка металла и заливка литейных форм [31; 32]	– роботизированная автоматизация процессов (RPA); – аналитика данных в цепях поставок; – «умный» склад (SW).
Финишные операции получения отливок (охлаждение, выбивка, обрубка и зачистка, устранение дефектов отливки, термическая обработка) [33; 34]	– роботизированная автоматизация процессов (RPA); – компьютерное зрение (CV); – дистанционное цифровое управление (RCU).
Обслуживание и ремонт [35]	– дополненная реальность (AR); – виртуальный помощник (VH).
Складирование, хранение, закупка и реализация, утилизация и рециклинг [36]	– «умный» склад (SW); – управление жизненным циклом изделия или продукции (<i>Smart Design</i>).
Контроль качества [37 – 40] и оптимизация производства [41 – 43]	– цифровой пооперационный контроль производства продукции; – цифровой паспорт изделия (DPP); – технологии <i>block chain</i>; – рекомендательные и интеллектуальные системы поддержки принятия решений (DSS); – продвинутая бизнес-аналитика (BI); – искусственный интеллект и машинное обучение (AI&ML); – цифровые бизнес-сервисы и приложения для управления и мониторинга производственными и иными процессами.

вия в единой информационной системе производителя, поставщиков и потребителей);

– продвинутая аналитика и искусственный интеллект (решения, связанные с диагностикой и прогнозированием технологических, производственных и бизнес-процессов, создание интеллектуальных систем динамического управления процессами).

Выводы

Технологическим критерием успешности цифровой трансформации литейного производства будет являться выпуск номенклатуры отливок с минимальным уровнем дефектности, коммерческим критерием – выпуск номенклатуры отливок, пользующихся спросом на рынке (детали машин и механизмов) с минимальной себестоимостью, которая определяется технологическим уровнем подготовки производства и его реализацией и, как следствие, низкими затратами и оптимальным качеством форм, металла и отливок, переходом от ревизионной к постоянной оптимизации бизнес-процессов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Изотова А.Г., Комолова Т.О., Блинова А.С. Методы цифровой трансформации и внедрения искусственного интеллекта на производства. *Аллея науки*. 2020;1(4(43)):188–192.
Izotova A.G., Komolova T.O., Bliznova A.S. Methods of digital transformation and implementation of artificial intelligence in production. *Alleya nauki*. 2020;1(4(43)):188–192. (In Russ.).
2. Koshelev A.S. Digital economy: Prospects for digital transformation in Russia. В кн.: *Язык в сфере профессиональной коммуникации. Материалы международной научно-практической конференции преподавателей, аспирантов и студентов. Екатеринбург, 28 мая 2020 г.* / Под ред. Л.И. Корнеева. Екатеринбург: ООО «Издательский Дом «Ажур»; 2020:49–54.
Koshelev A.S. Digital economy: Prospects for digital transformation in Russia. In: Korneev L.I. ed. *Language in professional communication. Materials of the Int. Sci. and Pract. Conf. of Lecturers, Postgraduates and Students. Yekaterinburg, May 28, 2020*. Yekaterinburg: Azhur; 2020:49–54. (In Russ.).
3. Белов В.Д. Цифровые технологии в литейном производстве России. *Литейщик России*. 2019;(10):37–40.
Belov V.D. Digital technologies in Russian foundry. *Liteishchik Rossii*. 2019;(10):37–40. (In Russ.).
4. Перевод литейного производства на цифровые технологии – это новая идеология. *Станкоинструмент*. 2019;3(16):120.
Transfer of foundry to digital technologies as a new ideology. *Stankoinstrument*. 2019;3(16):120. (In Russ.).
5. Ткаченко С.С., Емельянов В.О., Мартынов К.В. К вопросу об интеграции литейного производства в цифровую экономику. *Арматуростроение*. 2020;4(127):42–44.
Tkachenko S.S., Emel'yanov V.O., Martynov K.V. On integration of foundry into digital economy. *Armaturostroenie*. 2020;4(127):42–44. (In Russ.).
6. Knyazev S.V., Usoltsev A.A., Skopich D.V., Fatyanova E.A., Dolgoplov A.E. Automated system of control and diagnostics of cast-steel defects in the mass production. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016;150:012039. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/150/1/012039>
7. Cheprasov A.I., Knyazev S.V., Usoltsev A.A., Dolgoplov A.E., Mamedov R.O. Detection of cold cracks in the cast-steels by the methods of ultrasonic and eddy-current infrared thermography. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016;150:012026. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/150/1/012026>
8. Князев С.В., Скопич Д.В., Фатьянова Е.А., Усольцев А.А., Куценко А.И. Программно-аппаратный комплекс автоматизированной системы неразрушающего контроля дефектности отливок. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2019;62(2):134–140. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-2-134-140>
Knyazev S.V., Skopich D.V., Fat'yanova E.A., Usol'tsev A.A., Kutsenko A.I. Software and hardware automated system of casts defects non-destructive monitoring. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2019;62(2):134–140. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-2-134-140>
9. Штейн А.М., Чепрасов А.И., Клименов В.А., Князев С.В., Чахлов С.В., Белкин Д.С. Непрерывный контроль крупногабаритных изделий литейного производства. *Известия вузов. Физика*. 2013;56(1-2):267–270.
Shtein A.M., Cheprasov A.I., Klimenov V.A., Knyazev S.V., Chakhlov S.V., Belkin D.S. Continuous control of large-sized foundry products. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2013;56(1-2):267–270. (In Russ.).
10. Князев С.В., Скопич Д.В., Фатьянова Е.А., Усольцев А.А., Куценко А.И. Ключевые показатели качества сталелитейных изделий для железнодорожного транспорта. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2017;60(2):128–132. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-2-128-132>
Knyazev S.V., Skopich D.V., Fat'yanova E.A., Usol'tsev A.A., Kutsenko A.I. Key indicators of steel quality of cast products for railway transport. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017;60(2):128–132. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-2-128-132>
11. Knyazev S.V., Usoltsev A.A., Skopich D.V., etc. Software and hardware for integrated aces of casting quality. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;866:012034. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/866/1/012034>
12. Абрамов В.И., Кашироков А.С. Цифровые двойники – эффективные инструменты цифровой трансформации ЖКХ. В кн.: *Цифровая экономика и финансы: материалы IV Международной научно-практической конференции. Санкт-Петербург, 18–19 марта 2021 г.* Санкт-Петербург: Центр научно-производственных технологий «Астерион»; 2021:139–143.
Abramov V.I., Kashirokov A.S. Digital twins – effective tools of digital transformation of housing and communal services. In: *Digital Economy and Finance: Proceedings of the IV Int. Sci. and Pract. Conf. St. Petersburg, March 18–19, 2021*. St. Petersburg: Asterion; 2021:139–143. (In Russ.).
13. Алешкин Н.А., Беспалова С.Е. Технология цифровых двойников как элемент цифровой трансформации промышленности. В кн.: *Прорывные научные исследования*

как двигатель науки. Сборник статей Международной научно-практической конференции. Магнитогорск, 27 февраля 2021 г. Уфа: ООО «ОМЕГАСАЙНС». 2021:26–29.

Aleshkin N.A., Bepalova S.E. Technology of digital twins as an element of digital transformation of industry. In: *Breakthrough Scientific Research as the Engine of Science: Proceedings of the Int. Sci. and Pract. Conf. Magnitogorsk, February 27, 2021*. Ufa: OMEGASAINS; 2021:26–29. (In Russ.).

14. Грошев И.В., Жерегеля А.В. Цифровая трансформация экономики: изменение бизнес-практики и цифровое лидерство. *Менеджмент в России и за рубежом*. 2021;3: 10–17.
Groshev I.V., Zheregelya A.V. Digital transformation in economy: Changing business practices and digital leadership. *Menedzhment v Rossii i za rubezhom*. 2021;3:10–17. (In Russ.).
15. Biryuk D.V. Higher education institutions in the digital economy era: Digital transformation of higher education. *Gau-deamus Igitur*. 2020;1:53–55.
<https://doi.org/10.2139/ssrn.4309823>
16. Soto Setzke D., Riasanow T., Böhm M., Krcmar H. Pathways to digital service innovation: The role of digital transformation strategies in established organizations. *Information Systems Frontiers*. 2021.
<https://doi.org/10.1007/s10796-021-10112-0>
17. Crupi A., Del Sarto N., Di Minin A., Lepore D., Marinelli L., Spiragelli F. The digital transformation of SMEs – a new knowledge broker called the digital innovation hub. *Journal of Knowledge Management*. 2020;24(6):1263–1288.
<https://doi.org/10.1108/JKM-11-2019-0623>
18. Bogatyreva Y., Privalov A., Romanov V., Lapina M. Development of competences of the digital economy of teachers in the conditions of digital transformation education. *CEUR Workshop Proceedings*. 2020:147–157.
19. Ershova T.V. Methodology for digital economy development assessment as a tool for managing the digital transformation processes. In: *Proceedings of the 11th Int. Conf. "Management of Large-Scale System Development", MLSD 2018*. Moscow: V.A. Trapeznikov Institute of Control Sciences Moscow; 2018:8551846.
<https://doi.org/10.1109/MLSD.2018.8551846>
20. Pankratov D.L., Gavariev R.V. Improving the quality of castings made of non-ferrous metal alloys when casting in metal molds. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2019;570:012072.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/570/1/012072>
21. Еронько С.П., Ошовская Е.В., Ющенко М.В., Стародубцев Б.И. Экспериментальные исследования рабочих параметров спиральных шнеков для подачи шлакообразующих смесей в кристаллизаторы МНЛЗ. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2014;57(9):33–40.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2014-9-33-40>
Eron'ko S.P., Oshovskaya E.V., Yushchenko M.V., Starodubtsev B.I. Experimental researches of working parameters of spiral screws for dispensing of slagging mixtures in molds of continuous casting machines. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2014;57(9):33–40. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2014-9-33-40>
22. Резчиков А.Ф., Кушников В.А., Иващенко В.А., Фоминых Д.С., Богомолов А.С., Филимонюк Л.Ю. Управление процессом сварки в роботизированных технологических комплексах по критерию качества производимой продукции. *Мехатроника, автоматизация, управление*. 2019;20(1):29–33. <https://doi.org/10.17587/mau.20.29-33>
Rezchikov A.F., Kushnikov V.A., Ivaschenko V.A., Fominykh D.S., Bogomolov A.S., Filimonuk L.Yu. Controlling the welding process in robotic technological complexes by the criterion of product quality. *Mekhatronika, Avtomatizatsiya, Upravlenie*. 2019;20(1):29–33.
<https://doi.org/10.17587/mau.20.29-33>
23. Zhang W., Cheng L., Liu J., etc. A survey of optimal hardware and software mapping for distributed integrated modular avionics systems. *Applied Sciences*. 2020;10(8):2675.
<https://doi.org/10.3390/AP10082675>
24. Voytyuk I.N., Kopteva A.V., Skamyin A.N. Software and hardware complex for ore quality control on a belt conveyor. In: *2020 2nd Int. Conf. on Control Systems, Mathematical Modeling, Automation and Energy Efficiency, SUMMA 2020*. 2020:762–765.
<https://doi.org/10.1109/SUMMA50634.2020.9280715>
25. Титов А.В., Гладких И.В. Обзор возможностей современных компьютерных комплексов подготовки управляющих программ для станков с ЧПУ в производстве литейной оснастки. В кн.: *Инновационные технологии в образовательной деятельности. Материалы Всероссийской научно-методической конференции. Нижний Новгород, 5 февраля 2019 г.* Нижний Новгород: изд. Нижегородского государственного технического университета им. Р.Е. Алексеева; 2019:138–144.
Titov A.V., Gladkikh I.V. Overview of capabilities of modern computer systems for preparation of control programs for CNC machines in production of foundry pattern equipment. In: *Innovative Technologies in Educational Activities: Materials of the All-Russ. Sci. and Method. Conf., Nizhny Novgorod, February 05, 2019*. Nizhny Novgorod: R.E. Alekseev NSTU; 2019:138–144. (In Russ.).
26. Калиниченко М.Л., Долгий Л.П., Калиниченко В.А. Современные технологии изготовления оснастки для мелкосерийного литейного производства. *Литейное производство*. 2020;(3):18–21.
Kalinichenko M.L., Dolgii L.P., Kalinichenko V.A. Modern technologies for production of equipment for small-scale foundry. *Liteinoe proizvodstvo*. 2020;(3):18–21. (In Russ.).
27. Мустаев И.З., Иванов В.Ю., Кандаров И.В., Муфтахова Н.А., Мустаев Т.И. Оценка эффективности производства литейной оснастки для деталей авиационных двигателей. *Вестник машиностроения*. 2019;(4):86–87.
Mustaev I.Z., Ivanov V.Yu., Kandarov I.V., Muftakhova N.A., Mustaev T.I. Evaluation of the production effectiveness of casting equipment for aircraft engine parts. *Vestnik mashinostroeniya*. 2019;(4):86–87. (In Russ.).
28. Жуковский С.С. Современные процессы изготовления стержней в литейном производстве России. *Литейщик России*. 2011;(9):20–27.
Zhukovskii S.S. Contemporary processes of core manufacturing in cast production in Russia. *Liteishchik Rossii*. 2011;(9):20–27. (In Russ.).
29. Воронов Г.А. Совершенствование системы автоматизации процесса формообразования для изготовления отливок машиностроительного назначения. *Машинобудовання: Збірник наукових праць*. 2013;(12):71–76.

- Voronov G.A. Improvement of system of automation of the molding process for production of castings for machine-building purposes. *Mashinobudovannyya: Zbirnik naukovikh prats*. 2013;(12):71–76. (In Russ.).
30. Ponomarev V.S., Kashevarova G.G. Analysis of rheological models of process of self-forming of glued wooden. *International Journal for Computational Civil and Structural Engineering*. 2020;16(2):94–100.
<https://doi.org/10.22337/2587-9618-2020-16-2-94-100>
31. Лузгин В.И., Коптыков А.С., Фризен В.Э., Петров А.Ю., Фаткуллин С.М. Инновационные технологии индукционной плавки сплавов в литейном производстве. *Литейщик России*. 2018;(4):29–33.
Luzgin V.I., Koptakov A.S., Frizen V.E., Petrov A.Y., Fatkul-lin S.M. Innovative technologies for induction melting of alloys in foundry. *Liteishchik Rossii*. 2018;(4):29–33. (In Russ.).
32. Маслов В.И., Арустамян А.И., Минаков В.Ф. Дистан-ционный контроль в системе управления качеством заливки металла. *Современное машиностроение. Наука и образование*. 2013;(3):450–459.
Maslov V.I., Arustamyan A.I., Minakov V.F. Remote control in quality management system of metal casting. *Sovremennoe mashinostroenie. Nauka i obrazovanie*. 2013;(3): 450–459. (In Russ.).
33. Дорошенко В.С. Концепция литейного роторно-конвейерного комплекса с возможностью регулируемого охлаждения отливок, включая их термообработку. *Литейное производство*. 2019;(8):15–22.
Doroshenko V.S. The concept of a casting rotor-conveyor complex with the possibility of controlled cooling of cast-ings, including their heat treatment. *Liteinoe proizvodstvo*. 2019;(8):15–22. (In Russ.).
34. Altena H., Schrank F. Modern gas-carburizing technology for the automotive industry. *Heat Treating Progress*. 2007; March/April: 17–22.
35. Gamberg A.E., Ershova I.V., Cherepanova E.V. The introduc-tion of a mixed system of maintenance and repair of metal-cutting equipment. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;709:033045.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/709/3/033045>
36. Pribulova A., Gengel P. Recycling of foundry dust in foundry process. In: *9th Int. Multidisciplinary Sci. GeoConference SGEM 2009: Modern Management of Mine Producing, Geology and Environmental Protection*. 2009:689–696.
37. Князев С.В. Алгоритм диагностики дефектности отлив-ков и структура системы управления их качеством. В кн.: *Моделирование и наукоемкие информационные технологии в технических и социально-экономических системах. Труды V Международной научно-практической конфе-ренции, Новокузнецк, 14 апреля 2021 г.* Новокузнецк: ИЦ СиБГИУ; 2021:224–227.
Knyazev S.V. Algorithm for diagnosing the defects of cast-ings and structure of their quality management system. In: *Modeling and High-Tech Information Technologies in Technical and Socio-Economic Systems. Proceedings of the V Int. Sci. and Pract. Conf., Novokuznetsk, April 14, 2021*. Novokuznetsk: SibSIU. 2021;224–227. (In Russ.).
38. Князев С.В., Усольцев А.А., Скопич Д.В. Программно-аппаратное обеспечение комплексной автоматизирован-ной системы неразрушающего контроля дефектности отливок. В кн.: *Инновационные технологии в литейном производстве. Сборник трудов Международной научно-технической конференции, посвящённой 150-летию факультета «Машиностроительные технологии» и кафедры «Технологии обработки материалов» МГТУ им. Н.Э. Баумана. Москва, 22–23 апреля 2019 г.* / Под общ. ред. К.А. Батышева, К.Г. Семенова. Москва: Московский государственный областной университет; 2019:340–345.
Knyazev S.V., Usol'tsev A.A., Skopich D.V. Software and hardware for a complex automated system of non-destructive testing of castings defects. In: *Innovative Technologies in Foundry Production: Proceedings of the Int. Sci. and Tech. Conf. dedicated to the 150th Anniversary of the Faculty "Mechanical Engineering Technologies" and the Depart-ment "Materials Processing Technologies" of Bauman Mos-cow State Technical University, Moscow, April 22–23, 2019*. Batyshev K.A., Semenov K.G. eds. Moscow: Moscow State Regional University, 2019:340–345. (In Russ.).
39. Lubyanyoy D.A., Mamedov R.O., Sokolov B.M., Soko-lov B.M., Oznobikhina N.V. Resource and energy saving technology for producing high-quality steel castings with heat-time treatment. In: *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;866:012044.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/866/1/012044>
40. Ukolov V.F., Chariyarova G.D., Castello P.D., Gomado E.D. Digital control as a function digital management and element adaptive transformation company. *Вестник Московской международной высшей школы бизнеса МИРБИС*. 2020; 3(23):29–33. <https://doi.org/10.25634/MIRBIS.2020.3.3>
Ukolov V.F., Chariyarova G.D., Castello P.D., Gomado E.D. Digital control as a function digital management and element adaptive transformation company. *Vestnik Moskovskoi mezh-dunarodnoi vysshei shkoly biznesa MIRBIS*. 2020;3(23): 29–33. <https://doi.org/10.25634/MIRBIS.2020.3.3>
41. Князев С.В., Козырев Н.А., Усольцев А.А., Михно А.Р. Алгоритмы управления подготовкой формовочных сме-сей. *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. 2021;77(10):1076–1080.
<https://doi.org/10.32339/0135-5910-2021-10-1076-1081>
Knyazev S.V., Kozyrev N.A., Usol'tsev A.A., Mikhno A.R. Algorithms for controlling the preparation of molding mix-tures. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information*. 2021;77(10):1076–1080. (In Russ.).
<https://doi.org/10.32339/0135-5910-2021-10-1076-1081>
42. Князев С.В., Усольцев А.А., Куценко А.И., Куценко А.А., Пономарева К.В., Соколов Б.М., Ознобихина Н.В и др. Использование современных технологий 3D-моделиро-вания для повышения эффективности литья по выплав-ляемым моделям. В кн.: *Металлургия: технологии, инновации, качество. Труды XX Международной научно-практической конференции*. 2017:205–208.
Knyazev S.V., Usol'tsev A.A., Kutsenko A.I., Kutsenko A.A., Ponomareva K.V., Sokolov B.M., Oznobikhina N.V., etc. The use of modern 3D modeling technologies to improve castings efficiency. In: *Metallurgy: Technologies, Innovations, Qua-lity: Proceedings of the XX Int. Sci. and Pract. Conf*. 2017: 205–208. (In Russ.).
43. Oswald G., Kleinemeier M. *Shaping the Digital Enterprise: Trends and Use Cases in Digital Innovation and Transfor-mation*. Springer International Publishing Switzerland; 2017.
<https://doi.org/10.1007/978-3-319-40967-2>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Сергей Валентинович Князев, к.т.н., доцент кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: krookia@mail.ru

Андрей Иванович Куценко, к.т.н., начальник управления научных исследований, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: aik_mail@mail.ru

Александр Александрович Усольцев, к.т.н., доцент кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: a.us@rambler.ru

Николай Анатольевич Козырев, д.т.н., профессор, заместитель директора научного центра качественных сталей, Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина
ORCID: 0000-0002-7391-6816
E-mail: n.kozyrev@chermet.net

Андрей Андреевич Куценко, к.т.н., доцент кафедры теплогазоводоснабжения, водоотведения и вентиляции, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: aak_mail@mail.ru

Sergei V. Knyazev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University
E-mail: krookia@mail.ru

Andrei I. Kutsenko, Cand. Sci. (Eng.), Head of Department of Scientific Researches, Siberian State Industrial University
E-mail: aik_mail@mail.ru

Aleksandr A. Usol'tsev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University
E-mail: a.us@rambler.ru

Nikolai A. Kozyrev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Deputy Director of the Scientific Center for High-Quality Steels, I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy
ORCID: 0000-0002-7391-6816
E-mail: n.kozyrev@chermet.net

Andrei A. Kutsenko, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Heat-Gas-Water-Supply, Water Disposal and Ventilation, Siberian State Industrial University
E-mail: aak_mail@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

С. В. Князев – написание основного текста статьи.
А. И. Куценко – формирование раздела «Цифровые инструменты литейного производства».
А. А. Усольцев – формирование раздела «Задачи цифровой трансформации литейного производства».
Н. А. Козырев – анализ и подбор литературных источников.
А. А. Куценко – анализ и подбор литературных источников.

S. V. Knyazev – writing the main text of the article.
A. I. Kutsenko – formation of the section “Digital tools of foundry production”.
A. A. Usol'tsev – formation of the section “Tasks of digital transformation of foundry production”.
N. A. Kozyrev – analysis and selection of literary sources.
A. A. Kutsenko – analysis and selection of literary sources.

Поступила в редакцию 21.01.2022
 После доработки 01.09.2022
 Принята к публикации 16.12.2022

Received 21.01.2022
 Revised 01.09.2022
 Accepted 16.12.2022



УДК 621.762.4

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-148-153



Оригинальная статья

Original article

МИКРОСТРУКТУРА И ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ПОРОШКОВЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Б. Б. Мусурзаева

Азербайджанский технический университет (Азербайджан, AZ1073, Баку, пр. Г. Джавида, 25)

musurzayeva71@mail.ru

Аннотация. Изучена кинетика структурообразования композиционного материала типа железо-бронза, содержащего твердые смазочные материалы. В зависимости от давления прессования и температуры спекания в структуре железо-бронзы обнаруживаются бинарные и сложные фазы. Наличие твердых смазочных веществ в составе композиционного материала значительно снижает взаимодействие жидкой (бронза) и твердой (железо) фаз при спекании. В качестве твердых смазок используются тальк и графит, которые являются термостойкими при температуре спекания 850 – 1150 °С. Присутствие талька, который располагается на поверхности спрессованных частиц железа, меди, олова и графита, значительно снижает эффект их взаимодействия: микрочастицы талька обволакивают их, а за счет термической стойкости сохраняется такое состояние до высоких температур (примерно 900 °С). Показано, что в микроструктуре железо-бронзы, спеченной при температуре 850 °С, перлит отсутствует. Это объясняется адсорбирующей способностью талька на поверхности частиц железа, что препятствует диффузии углерода в его кристаллическую решетку. Повышение температуры спекания до 1000 °С приводит к образованию в структуре железо-бронзы перлита, при этом количество перлита преобладает над количеством феррита. Это свидетельствует о частичном выгорании талька с поверхности частиц железа и об открытии путей диффузии углероду. При температуре спекания 1150 °С в микроструктуре образцов железо-бронзы образуется перлит и сетка светлых включений. По результатам микрорентгеноспектрального анализа светлые включения являются твердыми растворами переменных составов типа Fe–Cu–Sn, Cu–Fe–Sn, Cu–Sn–Fe. Для подтверждения этих предположений был проведен фазовый рентгеноструктурный анализ. Дифрактограммы образцов представлены рефлексами кристаллов железа и меди. Отсутствие дифракционных эффектов, характерных для кристаллов олова, связано с его растворимостью в решетке меди. Это объясняется низкой температурой плавления олова (232 °С) и его ионным радиусом, который позволяет изоморфно замещать ионы меди и железа ионами олова (их разность составляет менее 15 %).

Ключевые слова: железо-бронза, термическая обработка, структура, фаза, порошковая композиция, жидкость, спекание, неметаллические фазы, перлит, твердые частицы

Для цитирования: Мусурзаева Б.Б. Микроструктура и элементный анализ порошковых композиционных материалов на основе железа. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(2):148–153. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-148-153>

MICROSTRUCTURE AND ELEMENTAL ANALYSIS OF IRON-BASED POWDER COMPOSITE MATERIALS

B. B. Musurzayeva

Azerbaijan Technical University (25 H. Javid Ave., Baku AZ1073, Azerbaijan)

musurzayeva71@mail.ru

Abstract. The kinetics of structure formation of an iron-bronze composite containing solid lubricants was studied. Depending on the compacting pressure and sintering temperature, binary and complex phases are detected in the iron-bronze structure. The presence of solid lubricants in the composition of the composite material significantly reduces interaction of the liquid (bronze) and solid (iron) phases during sintering. Talc and graphite, which are heat-resistant at a sintering temperature of 850 – 1150 °C, were used as solid lubricants. The presence of talc, which is located on the surface of compressed particles of iron, copper, tin and graphite, significantly reduces the effect of their interaction. At the same time, the micro-talc particles envelop them, and its thermal stability retains this state up to high temperatures (approximately 900 °C). It was established that there is no perlite in the microstructure of iron-bronze sintered at a temperature of 850 °C. It can be explained by talc adsorbing ability on the surface of iron particles, which prevents diffusion of carbon into the iron crystal lattice. An increase in the sintering temperature up to 1000 °C leads to the formation of perlite in the iron-bronze structure, while the amount of perlite predominates over ferrite. This indicates the partial burnout of talc from the surface of iron particles and the opening of diffusion paths to carbon. At a sintering temperature of 1150 °C, perlite and a grid of light inclusions are formed in microstructure of the iron-bronze samples. According to the results of electron microprobe analysis, the light inclusions are solid solutions of

variable compositions such as Fe–Cu–Sn, Cu–Fe–Sn, Cu–Sn–Fe. To confirm these assumptions, a phase X-ray diffraction analysis was performed. Diffraction patterns of these samples are represented by reflections of iron and copper crystals. The absence of diffraction effects (characteristic of tin crystals) is conditioned by tin solubility in the copper lattice. This is due to the low melting point of tin (232 °C) and its ionic radius, which allows isomorphically replacing of copper and iron ions with tin ions (their difference is less than 15 %).

Keywords: iron-bronze, heat treatment, structure, phase, powder composition, liquid, sintering, non-metallic phases, perlite, solid particles

For citation: Musurzaeva B.B. Microstructure and elemental analysis of iron-based powder composite materials. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):148–153. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-148-153>

ВВЕДЕНИЕ

В работах [1–3] исследована кинетика структурообразования в процессе спекания композиционного материала, содержащего 3,0 % Cu, 1,5 % Sn, остальное железо. Было установлено, что при температуре выше 232 °C за счет плавления олова в системе образуется жидкая фаза, однако из-за наличия оксидных слоев на мелких частицах железа и меди смачивания их оловом не происходит [4; 5]. При повышении температуры спекания до 850 °C происходит активное восстановление всех частиц твердой фазы и их растворение в жидкой фазе [6–9].

Проведенные исследования показывают, что взаимодействие жидкой фазы олова с частицами железа при температуре спекания 850 °C в течение 1 ч и последующее охлаждение приводят к образованию мелкозернистой многофазной гетерогенной структуры. Рентгенографические исследования показали, что в структуре спеченных образцов присутствуют двойные химические фазы (Cu_3Sn , CuSn , FeSn_2 , Fe_3Sn_2 , FeSn), а также сложные по составу фазы.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Химический состав смесей исследуемых железо-бронзовых композиционных материалов, содержащих твердые смазочные материалы, приведены в табл. 1. В составе смесей также присутствуют твердые смазки (графит и тальк совместно с медью и железом).

Смешивание компонентов проводили в Y-образном смесителе в течение 1 ч. Прессование шихт осуществляли на гидравлическом прессе Mannesmann под давлением 400, 700 и 1000 МПа. Спекание проводили в конвейерной печи Koyo Lindberg при температурах 850, 1000 и 1150 °C в среде эндотермического газа.

Микроструктуры опытных образцов были изучены на металлографическом микроскопе Neofot-21, а элементный анализ в некоторых точках – на микроанализаторе Camsan.

ОБСУЖДЕНИЕ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Металлографический анализ всех исследованных образцов показывает, что в их структуре при температуре 850 °C почти нет перлита (рис. 1). Это, прежде всего, связано с тем, что тальк адсорбируется на поверхности металлических частиц с высокой адгезионной способностью, что препятствует диффузии углерода через поверхность железа [10; 11]. Кроме того установлено, что температура спекания 850 °C является недостаточной в рассматриваемых термодинамических условиях для диффузии углерода [8; 12; 13].

Тальк и графит при 850 °C имеют термическую устойчивость и экранируют поверхность частиц меди и железа, тем самым помогают поддерживать их отдельно. Предположительно по этой же причине не происходит смачивания частиц железа и меди жидкой фазой олова.

При повышении температуры спекания до 1000 °C в структуре сплава состава А перлитная структура преобладает над ферритной с твердыми смазками, визуализируются отдельно выделенные светлые включения (рис. 2).

Повышение температуры спекания до 1150 °C приводит к образованию цементита в структуре сплава состава А в виде сетки вокруг пор и на границах частиц.

В структуре этих образцов отдельно выделенные светлые включения не встречаются, частицы твердых смазочных присадок едва заметны (рис. 3).

Микроструктура сплава состава Б состоит из мелких частиц светлых включений и цементита в большом

Т а б л и ц а 1

Химический состав шихты

Table 1. Chemical composition of the charge

Сплав	Количество порошков в шихте, %					
	Медь	Олово	Графит	Тальк	Стеарат цинка	Железо
А	9,0	1,0	2,0	3,5	–	остальное
Б	9,0	1,0	2,5	3,5	0,5	остальное
В	18,0	2,0	1,5	2,0	–	остальное

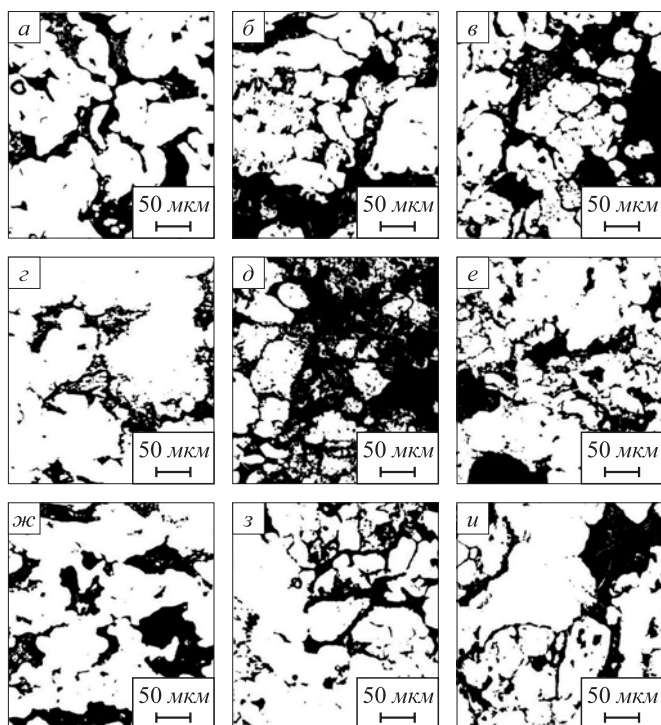


Рис. 1. Микроструктура спеченной при 850 °С железо-бронзы:
а, б, в – состав А; г, д, е – состав В; ж, з, и – состав В;
давление прессования 400 (а, г, ж), 700 (б, д, з), 1000 (в, е, и) МПа

Fig. 1. Microstructure of sintered iron-bronze
at a temperature of 850 °C:

а, б, в – composition А; г, д, е – composition В;
ж, з, и – composition В;
pressing pressure 400 (а, г, ж), 700 (б, д, з), 1000 (в, е, и) МПа

количестве. В некоторых местах эти частицы, окружая перлитную матрицу, образуют сплошную решетку. Матрица сплавов состоит из мелкодисперсного перлита, характерного для медистых составов на основе железа [8; 14 – 16].

Для изучения химического состава частиц в микро-рентгеноспектральном анализаторе Samsan был проведен анализ микроструктур в отдельных выбранных точках сплава составов В и В (рис. 4). Химические составы (табл. 2) в разных точках резко отличаются друг от друга. Например, сплав состава В состоит из твердого раствора Fe–Cu–Sn при высоких концентрациях железа в точках 1, 2 и 6 (97,88, 98,76 и 94,38 % (здесь и далее по массе)). Количество элементов на отдельных частицах приведено в табл. 2.

Преобладающим элементом в точках 3 и 4 является медь. На границах этих точек располагаются твердые растворы Fe–Cu–Sn с повышенным (34,22 %) содержанием меди. Количество неметаллических включений очень мало [17; 18], что указывает на разрушение структуры талька при температуре нагрева 1500 °С и полное исчезновение свободного графита [19 – 21].

Было установлено, что в изученных точках сплава состава В имеются твердые растворы Fe–Cu–Sn на основе железа и меди. Однако из-за высокого содержа-

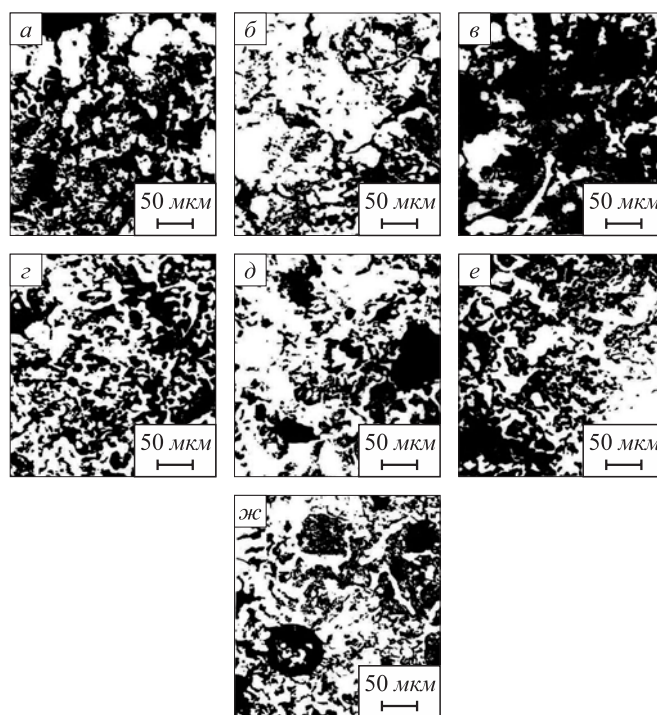


Рис. 2. Микроструктура спеченного
при температуре 1000 °С порошка железо-бронзы:
а, б, в – состав А; г, д, е – состав В; ж, з, и – состав В

Fig. 2. Microstructure of sintered iron-bronze powder
at a temperature of 1000 °C:

а, б, в – composition А; г, д, е – composition В; ж, з, и – composition В

Т а б л и ц а 2

Химический состав железо-бронзы в микрообъеме

Table 2. Chemical composition of iron-bronze
in micro-volume

Сплав	Номера точек микро-анализа	Содержание элементов, % (по массе)			
		Fe	Cu	Sn	Неметаллические включения
<i>P</i> = 700 МПа; <i>T</i> = 1150 °С					
<i>B</i>	<i>1</i>	97,883	1,640	0,358	0,119
	<i>2</i>	98,460	1,242	0,225	0,073
	<i>3</i>	3,150	92,033	4,804	–
	<i>4</i>	3,807	89,964	6,120	0,106
	<i>5</i>	63,644	34,227	2,133	–
	<i>6</i>	94,380	4,050	1,065	0,008
<i>P</i> = 700 МПа; <i>T</i> = 1000 °С					
<i>B</i>	<i>1</i>	74,467	20,619	1,895	0,024
	<i>2</i>	13,289	80,392	5,806	0,066
	<i>3</i>	52,619	42,013	3,692	1,679
	<i>4</i>	69,052	27,818	2,200	0,936
	<i>5</i>	74,371	23,697	1,937	–
	<i>6</i>	69,535	28,184	2,160	0,126

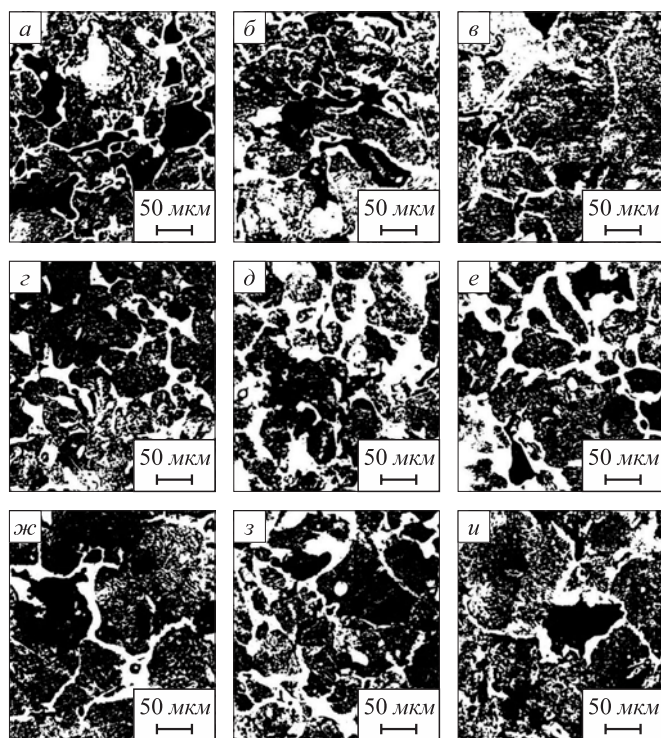


Рис. 3. Микроструктура композита на основе железо-бронзы, спеченного при температуре 1150 °С:
а, б, в – состав А; г, д, е, ж, з, и – состав В;
а, б, в, д, ж, и – сердцевина; г, е, з – поверхность;
давление прессования 400 (а, г, ж), 700 (б, д, з), 1000 (в, е, и) МПа

Fig. 3. Microstructure of a sintered iron-bronze composite at a temperature of 1150 °C:

а, б, в – composition A; г, д, е, ж, з, и – composition B;
а, б, в, д, ж, и – core; г, е, з – surface;
pressing pressure 400 (а, г, ж), 700 (б, д, з), 1000 (в, е, и) МПа

ния меди и олова в сплаве химический состав в точках значительно отличается от соответствующих точек сплава состава В, то есть они богаты медью и оловом. В точках 3 и 4 замечено значительное количество неметаллических включений (графита и талька), что подтверждает термическую устойчивость талька при температуре 1000 °С.

Присутствие талька, который находится вдоль пор и между частицами, значительно уменьшает взаимодействие между жидкостью и твердой фазой.

В результате спекания образцов из порошков железа, меди и олова формируется новая композиционная структура типа железо-бронза. Микроструктура этих композиций состоит из твердых растворов переменного состава типа Fe–Cu–Sn на основе железа. Это указывает на гетерогенность структуры спеченного композита.

Для подтверждения этого был проведен фазовый рентгеноструктурный анализ железо-бронзового композиционного порошкового материала. Дифрактометрические кривые были построены на установке ДРОН-2,0 на отфильтрованных железных лучах. На дифрактограммах (рис. 5) исследованных образцов

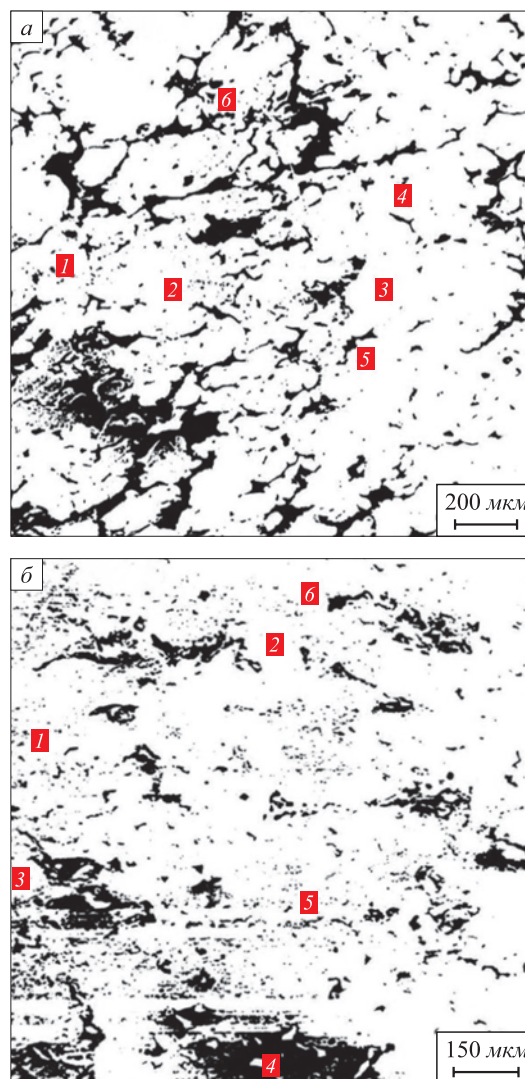


Рис. 4. Расположение точек, определяющих химический состав порошка железо-бронзы:
а – проба 4; б – проба 8

Fig. 4. Location of the points determining chemical composition of the iron-bronze powder:
а – sample 4; б – sample 8

в основном выявляются рефлексы, специфичные для железа и меди.

Например, в рефлексах кристаллов, отраженных от кристаллографических плоскостей (110), (200), (211), (220), длина волн составляет 0,2024 нм. В рефлексах медных кристаллов, отраженных от кристаллографических плоскостей (111), (200), (220), (311), (222), длина волн составляет 0,2083; 0,1803; 0,1272; 0,1086 и 0,1040 нм.

Отсутствие дифракционных эффектов, характерных для олова и цинка, связано, с одной стороны, с их растворимостью в решетках железа и меди из-за низкой температуры плавления олова (232 °С) и цинка (420 °С), с другой – с их ионными радиусами, которые позволяют изоморфно замещать ионы меди и железа ионами олова и цинка (их разность составляет менее 15 %).

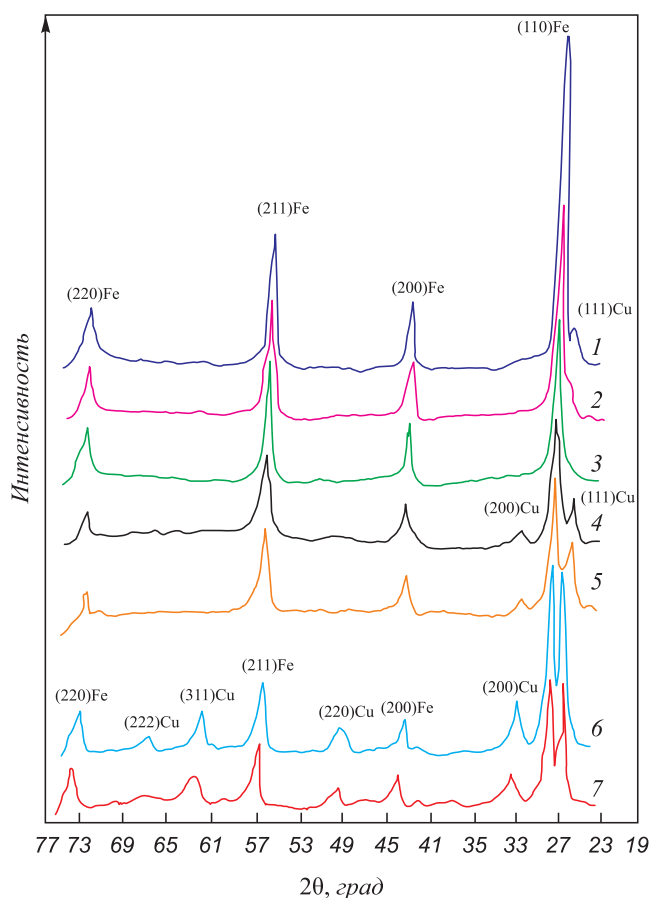


Рис. 5. Дифрактометрические кривые железо-бронзовых образцов при температуре спекания 800 (1), 1000 (2, 5), 1150 (3, 6), 850 (4, 7) °C и давлении прессования 700 (1–3), 1000 (4, 5, 7), 400 (6) МПа: 1–3 – состав А; 4–6 – состав В; 7 – состав В

Fig. 5. Diffractometric curves of the iron-bronze samples at sintering temperature of 800 (1), 1000 (2, 5), 1150 (3, 6), 850 (4, 7) °C and compacting pressure of 700 (1–3), 1000 (4, 5, 7), 400 (6) MPa: 1–3 – composition A; 4–6 – composition B; 7 – composition B

Стабильность решеток меди и железа немного отличается от стабильности чистых меди и железа:

$$a = d(nkl)\sqrt{h^2 + k^2 + l^2},$$

где d , n , k , l , h – коэффициенты.

Сравнение дифракционных эффектов железа и меди показывает, что в образце сплава состава А при температуре 800 °C содержится небольшое количество меди, поэтому дифрактограмма в основном представлена железом.

Образец 3 с повышением температуры спекания до 1000 °C имеет только следы меди. Это подтверждает вышеупомянутое утверждение о том, что частицы меди при температуре 800 °C изолированы жидкой фазой олова, медь при этой температуре нерастворима в железе.

В точках 4 и 5 сплава состава В, спекенного при температурах 850 и 1000 °C, количество меди или Cu–Sn почти в два раза больше, чем в сплаве состава А. Наи-

большее количество меди и Cu–Sn зафиксировано в точке 6 сплава состава В, спекенного при температуре 1150 °C.

Выводы

Микроструктура спекенного железа с твердыми смазками является многофазной. С помощью рентгеновских исследований и точечного химического анализа были изучены составы сложных фаз. Установлено, что это сложные по составу твердые растворы типа Fe–Cu, Sn–C на основе железа и Cu–Fe–Sn–C на основе меди. Определено, что количество этих твердых растворов значительно уменьшается при повышении температуры спекания с 850 до 1000 °C. Тем не менее, чем выше содержание графита и температура спекания образцов, тем больше вероятность образования свободного цемента в структуре, несмотря на присутствие в составе композиции термостойкого талька.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. А.с. 1563841 (СССР). Мамедов А.Т., Аббасов А.К., Алиярлы А.М. *Шихта для получения спекенного материала*. Опубл. 15.05.90. № 18.
Mamedov A.T., Abbasov A.K., Aliyarly A.M. *Charge for Sintered Material*. Certificate of authorship USSR 1563841. Publ. 15.05.90. (In Russ.).
2. Kilmiter G.T. The use of porous materials in externally pressurized gas bearings. *Powder Metallurgy*. 1969;12(24): 400–409. <https://doi.org/10.1179/pom.1969.12.24.009>
3. Дьячкова Л.Н., Керженцева Л.Ф., Фрайман Л.И. Интенсификация процессов диффузии при спекании легированных материалов на железной основе. *Порошковая металлургия*. 1991;(2):44–49.
D'yachkova L.N., Kerzhentseva L.F., Fraiman L.I. Intensification of diffusion during sintering of alloyed iron-based materials. *Poroshkovaya metallurgiya*. 1991;(2):44–49. (In Russ.).
4. Мамедов А.Т. *Конструкционные и антифрикционные порошковые материалы*. Баку: Элм; 2005:458.
Mamedov A.T. *Structural and Antifriction Powder Materials*. Baku: Elm; 2005:458. (In Russ.).
5. Геллер Ю.А., Рахштадт А.Г. *Материаловедение*. Москва: Металлургия; 1980:383.
Geller Yu.A., Rakhshadt A.G. *Materials Science*. Moscow: Metallurgiya; 1980:383. (In Russ.).
6. Мамедов А.Т., Мамедов В.А. Феноменологический подход к пластической деформации металлических порошков в закрытом объеме. В кн.: *Материалы 29-ой Международной конференции и семинара «Композиционные материалы в промышленности»*. Киев; 2009:413–416.
Mamedov A.T., Mamedov V.A. Phenomenological approach to plastic deformation of metal powders in a closed volume. In: *Proceedings of the 29th Int. Conf. and Seminar "Composite Materials in Industry"*. Kiev; 2009: 413–416. (In Russ.).

7. Mamedov A.T., Mamedov V.A. Microstructure, mechanical properties and tribological behaviour of PM Fe–Cu–Zn alloys containing solid lubricants. *Powder Metallurgy*. 2002;46(4): 311–318. <https://doi.org/10.1179/003258903225008517>
8. Mamedov A.T., Mamedov V.A. New technological approach to fabrication of high density PM parts by cold pressing sintering. *Powder Metallurgy*. 2004;47(3):278–283. <https://doi.org/10.1179/003258904225020738>
9. Мамедов А.Т., Алиев Н.А., Румянцев В.В. Особенности технологии изготовления пористых подшипников скольжения из железного порошка. *Порошковая металлургия*. 1986;(7):96–100.
Mamedov A.T., Aliev N.A., Rumyantsev V.V. Features of the manufacturing technology of porous sliding bearings made of iron powder. *Poroshkovaya metallurgiya*. 1986;(7): 96–100. (In Russ.).
10. Мамедов А.Т., Келбиев Ф.М. Расчет и оптимизация структурных параметров микрогетерогенных композиционных материалов. *Ученые записки АзТУ*. 2005;(3):35–37.
Mamedov A.T., Kelbiev F.M. Calculation and optimization of structural parameters of microheterogenic composite materials. *Uchenye zapiski AzTU*. 2005;(3):35–37. (In Russ.).
11. Danninger H., Zangin Z.O., Drozd M. High pressure compaction of ferrous PM parts. *Metal Powder Report*. 2006; 41(11):833–835.
12. Clogh G., Crooks G.S. Further developments in metal-graphite bearing materials. *Powder Metallurgy*. 1969;12(24): 386–409. <https://doi.org/10.1179/pom.1969.12.24.008>
13. Babayev Y., Karadeniz S., Mamedov A. Fe–Cu karışımı tozmalremesinin tribolojik özelliklerinin incelenmesi. In: *III Makina Tasarım ve İmalat Tecnolocileri Kongresi. 16–17 Eylül 2005 Konya (Türkiye)*: 127–129. (In Turk.).
14. Мамедов А.Т., Мамедов В.А., Алиев А.Т. Последние разработки в области прессования порошковых материалов. *Материалы, технология, инструменты*. 2002; 7(1):98–101.
Mamedov A.T., Mamedov V.A., Aliev A.T. Recent developments in the field of pressing powder materials. *Materialy, tekhnologiya, instrumenty*. 2002;7(1):98–101. (In Russ.).
15. Hausner H.H. *Handbook of Powder Metallurgy*. New York: Chom publication Co.; 2003:482.
16. Mamedov A.T., Mamedov V.A. Peculiarities of powder materials with utilization of cast iron shavings. In: *The 3rd Int. Powder Metallurgy Conf. 2002, Ankara, Turkey*. 2002: 418–430.
17. Мамедов А.Т., Мусурзаева Б.Б. Состав, структура и свойства антифрикционной порошковой композиции. *Вестник машиностроения*. 2016;(1):69–79.
Mamedov A.T., Musurzaeva B.B. Composition, structure and properties of antifriction powder composition. *Vestnik mashinostroeniya*. 2016;(1):69–79. (In Russ.).
18. Мамедов А.Т. Гасанова С.М. Исследование пространственного перераспределения частиц мягкой и твердой фаз при их совместном пластическом деформировании. В кн.: *Материалы 2-ой Международной научно-практической конференции. 14–17 апреля 2009 г. «Ресурсосберегающим технологиям ремонта, оборудования, инструмента и технологической оснастки от нано до макроуровня»*. Ч. 2. Санкт-Петербург; 2009:187–190.
Mamedov A.T. Gasanova S.M. Investigation of spatial redistribution of particles of soft and solid phases during their joint plastic deformation. In: *Proceedings of the 2nd Int. Sci. and Pract. Conf. April 14–17, 2009 “Resource-Saving Technologies of Repair, Equipment, Tools and Technological Equipment from Nano- to Macrolevel”*. Part 2. St. Petersburg; 2009:187–190. (In Russ.).
19. Domsa A. Effect of copper additions on the bearing properties of sintered iron – graphite. In: *Perspectives in Powder Metallurgy Fundamentals, Methods, and Applications*. 1970: 273–281. https://doi.org/10.1007/978-1-4684-3015-8_20
20. Mamedov A.T., Mamedov V.A. Properties of highly-dense iron-base powder metallurgy materials pressed without zinc stearate. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2003; 42(5):245–248. <https://doi.org/10.1023/A:1025759326877>
21. Mamedov A.T., Mamedov V.A. Mamedov A.T., Mamedov V.A. Reduction annealing for cast iron powder and its effect on sintered antifriction material properties. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. 2003;42(3):209–216. <https://doi.org/10.1023/A:1024774218853>

Сведения об авторе

Information about the Author

Батура Бейбала кызы Мусурзаева, диссертант кафедры «Технология материалов», Азербайджанский технический университет

ORCID: 0000-0001-7971-6471

E-mail: musurzaeva71@mail.ru

Batura B. Musurzaeva, Dissertation Student of the Chair of Materials Technology, Azerbaijan Technical University

ORCID: 0000-0001-7971-6471

E-mail: musurzaeva71@mail.ru

Поступила в редакцию 06.03.2020

После доработки 11.06.2022

Принята к публикации 26.12.2022

Received 06.03.2020

Revised 11.06.2022

Accepted 26.12.2022



УДК 669.15-194.55:539.374

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-154-161



Оригинальная статья

Original article

РАЗВИТИЕ СДВИГОВОЙ ДЕФОРМАЦИИ В ПАКЕТНОМ МАРТЕНСИТЕ СРЕДНЕЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ ПРИ РАСТЯЖЕНИИ

Л. А. Теплякова¹, А. Д. Кашин², Т. С. Куницына¹¹ Томский государственный архитектурно-строительный университет (Россия, 634003, Томск, пл. Соляная, 2)² Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

✉ lat168@mail.ru

Аннотация. Изучена эволюция сдвиговой деформации в стали со структурой отпущенного мартенсита при активном растяжении. Цель работы – выявление закономерностей развития деформации на масштабно-структурных уровнях: пакет, пластина, фрагмент пакета и рейка. Исследуется деформационный рельеф, формирующийся на разных стадиях пластической деформации. Методы исследования: оптическая, просвечивающая и сканирующая электронная микроскопия. Измерены количественные характеристики деформационного рельефа: мощность сдвига (P), расстояние (X) между следами сдвига и их длина. Проведена статистическая обработка, получены средние значения характеристик и установлена их связь со степенью пластической деформации. Развитие сдвиговой деформации в пакетной составляющей мартенсита происходит с образованием двух подсистем следов сдвига: тонкие и грубые. Подсистемы тонких следов формируются с самого начала пластической деформации. Появление и эволюция подсистемы грубых следов коррелирует с образованием в образце первой (длинной) шейки, то есть является основным механизмом, приводящим к локализации пластической деформации в масштабах образца. Местами локализации грубого сдвига являются приграничные области реек и фрагментов пакета. Выявлена связь между локализацией подсистем грубых следов сдвига и формированием фрагментированной дислокационной структуры. Величины средней мощности сдвига в тонких $\langle P_f \rangle$ и грубых $\langle P_s \rangle$ следах не зависят от степени локальной пластической деформации образца во всем интервале степеней деформации и остаются постоянными вплоть до разрушения ($\langle P_f \rangle = 0,1$ мкМ и $\langle P_s \rangle = 0,3$ мкМ).

Ключевые слова: мартенсит, деформационный рельеф, структура следов сдвига, мощность сдвига, относительный сдвиг

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № FEMN-2020-0004).

Для цитирования: Теплякова Л.А., Кашин А.Д., Куницына Т.С. Развитие сдвиговой деформации в пакетном мартенсите среднелегированных сталей при растяжении. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):154–161.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-154-161>

DEVELOPMENT OF SHEAR DEFORMATION IN LATH MARTENSITE OF MEDIUM ALLOY STEELS UNDER TENSION

L. A. Teplyakova¹, A. D. Kashin², T. S. Kunitsyna¹¹ Tomsk State University of Architecture and Building (2 Solyanaya Sqr., Tomsk 634003, Russian Federation)² Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ lat168@mail.ru

Abstract. Evolution of shear deformation in steel with the structure of tempered martensite was studied under active tension. Purpose of the work was to identify the patterns of deformation development at the scale-structural levels: package, plate, fragment of a package and a lath. The authors investigated the deformation relief formed at different stages of plastic deformation by optical, transmission and scanning electron microscopy. Quantitative characteristics of the deformation relief were measured: shear strength (P), distance (X) between the shear traces and their length. Statistical processing was carried out, the average values and relationship with the degree of plastic deformation were determined. It was established that development of shear deformation in the lath component of martensite occurs with the formation of two subsystems of shear traces: thin and coarse. Subsystems of thin traces are formed from the very beginning of plastic deformation. Appearance and evolution of the subsystem of coarse traces correlates with formation of the first (long) neck in the sample, and it is the main mechanism leading to the localization of plastic deformation on the sample scale. The places of localization of rough shift are the border areas of the laths and fragments of the package. Connection between

localization of subsystems of coarse shear traces and formation of a fragmented dislocation structure were revealed. The values of the average shear power in thin $\langle P_f \rangle$ and coarse $\langle P_s \rangle$ traces do not depend on the degree of local plastic deformation of the sample in the entire range of deformation degrees and remain constant until destruction ($\langle P_f \rangle = 0.1 \text{ } \mu\text{m}$ and $\langle P_s \rangle = 0.3 \text{ } \mu\text{m}$).

Keywords: martensite, deformation relief, structure of shear traces, shear strength, relative shear

Acknowledgements: The work was performed within the framework of the state task of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme No. FEMN-2020-0004).

For citation: Teplyakova L.A., Kashin A.D., Kunitsyna T.S. Development of shear deformation in lath martensite of medium alloy steels under tension. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):154–161. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-154-161>

ВВЕДЕНИЕ

Конструкционные стали со структурой закаленного и отпущенного мартенсита демонстрируют хорошие пластические свойства, сочетающиеся с высокой прочностью как в начале пластической деформации [1–3], так и при значительных ее степенях [4–6]. Внутренняя структура таких сталей иерархически организована в интервале масштабов миллиметры – десятки нанометров [7; 8]. При растяжении сталей со структурой отпущенного мартенсита происходит макролокализация пластической деформации с образованием одной или двух шеек (длинной и короткой) [9]. Обе шейки в ходе деформирования появляются в соответствии с условием Консидера $\sigma = \theta$ (где σ – действующее в образце напряжение; θ – коэффициент деформационного упрочнения). При этом есть однозначная связь между величиной зоны макролокализации деформации и пластичностью стали, а именно: чем более пластична сталь, тем больший объем образца вовлекается в процесс локализации деформации на макроуровне. Позднее экспериментально были выявлены закономерности локализации пластической деформации в зеренном ансамбле, представленном наследованными от аустенита и реальными зёрнами мартенситной стали [7]. В этих работах было установлено, что в ходе активного нагружения имеет место самоорганизация пластической деформации в группах реальных зерен. Линейные размеры самоорганизующихся при деформации групп мартенситных зерен оказались соизмеримыми с размерами наследованного аустенитного зерна. Другими словами, в ходе пластической деформации происходит локализация деформации, тесно связанная с зеренной подсистемой.

В настоящей работе поставлена задача выявления закономерностей локализации пластической деформации на масштабно-структурном уровне составляющих мартенсита (пакет, пластина, фрагмент пакета и рейка).

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования была выбрана сталь марки 34ХНЗМФА. После прокатки на заключительной стадии термообработки сталь подвергнута закалке с температуры 950 °С в воду, затем отпуску в течение 4 ч при температуре 600 °С с последующим охлажде-

нием в воду. Сталь имеет структуру высокоотпущенного смешанного пакетно-пластинчатого мартенсита. Практически весь углерод содержится в карбидных выделениях (цементит и спецкарбиды: преимущественно Me_2C , Me_6C и Me_{23}C). Ниже приведены средние линейные размеры структурных составляющих мартенсита:

Элемент структуры	Средние линейные размеры, мкм
Пакет	4,00×6,0
Пластина	2,50×4,0
Фрагмент пакета	0,80×4,0
Кристалл пакетного мартенсита (рейка)	0,19×4,0
Фрагмент рейки	0,60×4,0

Структура стали включает: границы всех структурных составляющих мартенсита; развитую дислокационную структуру с плотностью дислокаций порядка 10^{10} см^{-2} ; подсистему карбидных фаз (цементита и специальных карбидов). Дислокационная структура разнообразна и представлена следующими типами: сетчатая, ячеистая и фрагментированная [10]. Выделения цементита локализованы преимущественно на границах структурных составляющих мартенсита, в то время как местоположение специальных карбидов тесно связано с дислокационной субструктурой. В сетчатой субструктуре спецкарбиды расположены в узлах сеток, в ячеистой и фрагментированной – в стыках границ ячеек и фрагментов соответственно [7].

Деформирование исследованной стали осуществлялось растяжением на машине Instron со скоростью $6 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре. Исследование деформационного рельефа, формирующегося на предварительно отполированных боковых поверхностях образцов, было выполнено на разных стадиях пластической деформации. Использованы различные методы исследования: оптическая, просвечивающая (на репликах) и сканирующая электронная микроскопия. Измерены количественные характеристики деформационного рельефа: мощность сдвига (P) в следах скольжения; расстояние между следами (X) и длина следов (L). Проведена статистическая обработка результатов измерений и получены их средние значения.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

След сдвига. Системы следов сдвига

Первые следы сдвига в исследованной стали появляются по границам отдельных пакетов и пластин, что иллюстрируют микроснимки поверхности, предварительно подтравленной на мартенсит (рис. 1, а). В большинстве случаев следы сдвига располагаются под углами, близкими к 45° к оси нагружения. В пакетах первые следы сдвига, как правило, параллельны плоскости габитуса рек, а значит, сдвиг происходит параллельно длинным границам рек по плоскостям $\{011\}$; в пластинах они преимущественно ориентированы под углом к плоскости габитуса. С ростом степени деформации плотность следов сдвига в пакетах и пластинах растет и формируются системы следов «первичного» сдвига. Позднее появляются системы следов «вторичного» сдвига, ориентированные под большими углами к первичным следам. На рис. 1, б приведен микроснимок локального участка поверхности деформированного образца ($\varepsilon_{\text{лок}} = 0,1$), на котором можно видеть несколько

систем следов первичного сдвига. Следы первичного сдвига на большей части своей длины криволинейные, что характерно для металлов и сплавов с ОЦК решеткой [11; 12] и, в частности, для α -железа [13; 14].

В целом картину следов сдвига, формирующихся в ходе пластической деформации в пакетах мартенсита, характеризует ряд особенностей: дискретность средней мощности сдвига; привязанность к границам разориентации; прерывистость; размытость; наличие тонкой структуры следа сдвига.

Мощность сдвига

Как уже отмечалось выше, первые следы сдвига в пакетах располагаются вдоль длинной стороны рейки по границам пакетов. С ростом степени деформации появляются следы сдвига и внутри пакетов, первоначально ориентированные также параллельно длинной стороне рейки, а при больших степенях деформации и под углом к границам рек (вторичные сдвиги). В общей картине сдвига сразу же выделяются следы с малой и повышенной величиной мощности сдвига (логично их называть тонкими и грубыми следами). В работе была измерена величина средней мощности сдвига $\langle P \rangle$ для подсистем «первичного» и «вторичного» сдвига. Зависимость $\langle P \rangle$ от степени деформации приведена на рис. 2, а: для обеих подсистем следов средняя

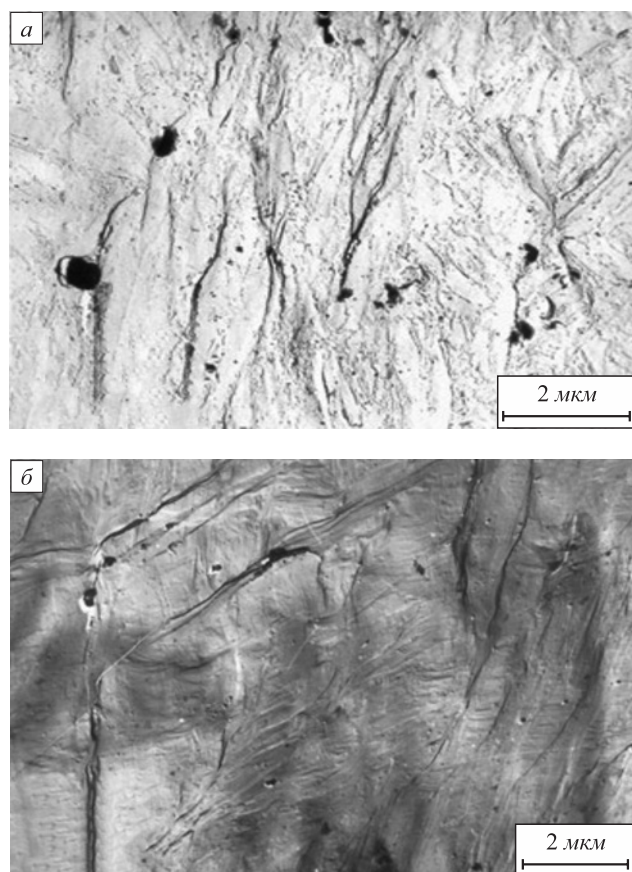


Рис. 1. Микроснимки поверхности образца стали 34ХН3МФА, подтравленной на мартенсит (а), и без подтравливания (б), при степени деформации 0,1

Fig. 1. Micrographs of the sample surface of 34KhN3MFA steel etched on martensite (a) and without etching (b) with a deformation degree 0.1

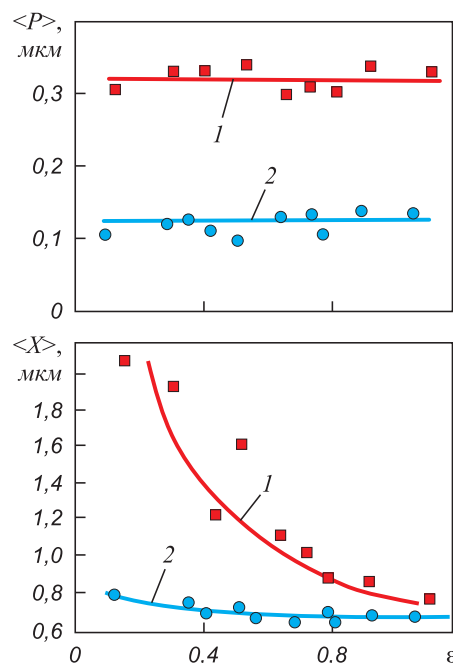


Рис. 2. Зависимость средней мощности сдвига в грубых (1) и тонких (2) следах сдвига (а) и средних расстояний между грубыми (1) и тонкими (2) следами сдвига (б) от степени деформации для исследованной стали

Fig. 2. Dependence of the average shear power in coarse (1) and thin (2) shear traces (a) and the average distances between coarse (1) and thin (2) shear traces (b) on degree of deformation for the studied steel

величина мощности сдвига остается практически постоянной с ростом степени деформации и близка 0,1 мкм для тонких и 0,3 мкм для грубых следов.

Плотность следов сдвига. Привязанность к границам

С ростом степени деформации (на начальных ее стадиях) плотность следов сдвига в первичных системах увеличивается. Это следует из зависимости измеренных в работе расстояний между следами (X) от степени локальной деформации ε . Измерения были выполнены отдельно для тонких и грубых следов, соответствующие зависимости средних значений $\langle X \rangle$ от степени деформации приведены на рис. 2, б. Анализ полученных зависимостей и сопоставление значений $\langle X \rangle$ с поперечными размерами рейки приводят к следующим результатам. В начале деформации среднее расстояние между грубыми следами сдвига $\langle X_s \rangle$ соизмеримо с шириной пакета. В конце деформации (перед разрушением) в среднем один грубый след приходится на каждые 4–5 реек, а среднее расстояние между ними становится равным средней ширине фрагмента пакета. Плотность тонких следов в разы выше, чем грубых. Для них характерна следующая закономерность: если в начале пластического течения тонкое скольжение происходит в среднем через 4–5 реек, то перед разрушением – на каждую рейку в среднем приходится один тонкий след. Сопоставление среднего расстояния между следами $\langle X \rangle$ со средним значением поперечных размеров пакетов, пластин и реек показало, а наблюдение следов на предварительно подтравленной поверхности подтвердило, что системы тонких следов сдвига формируются в основном внутри реек и пластин вдоль их габитусной плоскости. Появление грубых следов

связано со сдвигом в приграничных областях структурных составляющих мартенсита: реек, фрагментов пакета, пакетов и пластин [15–17].

Длина следов сдвига. Прерывистость следов

Для следов первичной системы характерна прерывистость (рис. 3, а): то есть следы, которые при малом увеличении выглядят как непрерывные и имеют среднюю длину, сравнимую с длиной рейки, в действительности состоят из коротких участков следов, длина которых много меньше длины рейки. В работе была измерена длина следов сдвига L , найдено ее среднее значение и установлена связь с величиной локальной степени деформации. Полученная кривая $L(\varepsilon)$ приведена на рис. 3, б.

На рис. 4, а, б приведен типичный микроснимок тонкой структуры исследованной стали, полученный с применением просвечивающей электронной микроскопии в светлопольном и темнопольном изображении. Если сопоставить величину $\langle L \rangle$ со средними размерами пакета и/или рейки вдоль габитусной плоскости, становится ясно, что в начале пластической деформации длина следа сопоставима с размером пакета. В ходе дальнейшей деформации средняя длина следа уменьшается до величины $\langle L \rangle = 1,2$ мкм и далее не меняется вплоть до разрушения. Для исследованной стали она оказалась равной среднему расстоянию между выделениями цементита на границах реек.

Приведенный микроснимок (рис. 4, а, б) иллюстрирует местоположение карбидных фаз в пакетах этой стали и, в частности, локализацию выделений цементита на границах реек. Сопоставление морфологии следов сдвига, среднего расстояния между ними с картиной распределения выделений цементита позволило

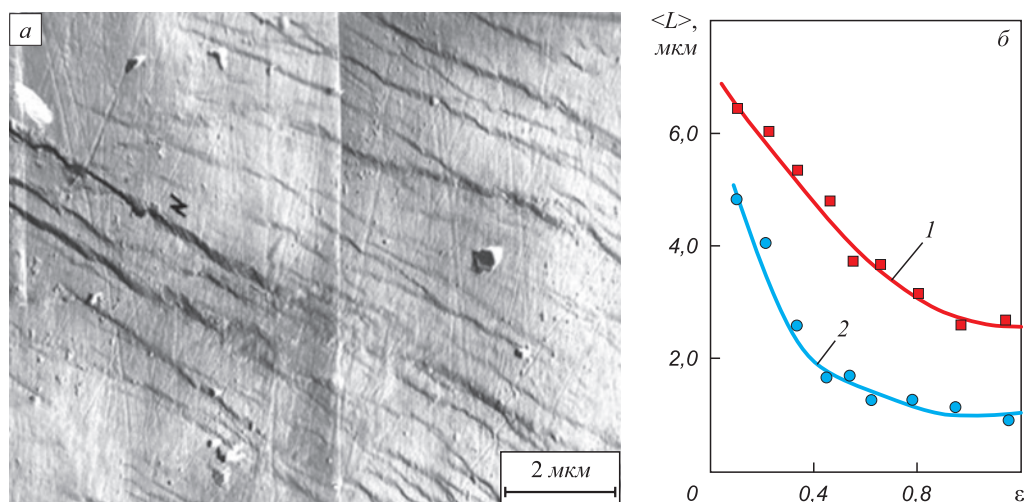


Рис. 3. Прерывистые следы сдвига на поверхности образца стали 34ХН3МФА, деформированного до $\varepsilon = 0,15$ (а), и зависимость длины грубых (1) и тонких (2) следов сдвига от степени деформации ε (б)

Fig. 3. Intermittent shear traces on the surface of 34KhN3MFA steel sample deformed to $\varepsilon = 0.15$ (a), and dependence of the length of coarse (1) and thin (2) shear traces on degree of deformation ε (b)

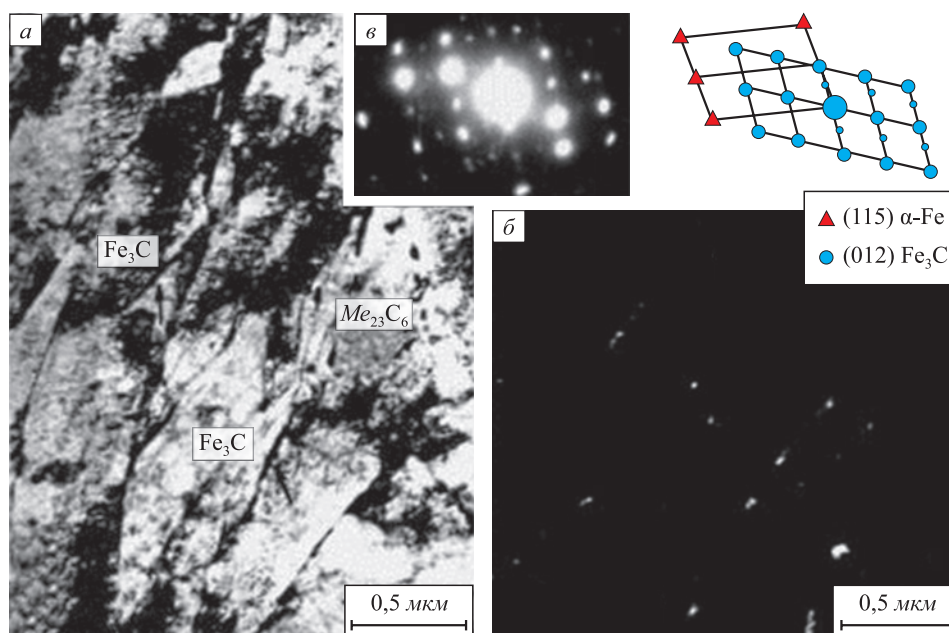


Рис. 4. Тонкопластинчатые выделения цементита на границах реек:
а и б – светопольное и темнопольное изображения в рефлексе [121] цементита; в – электронограмма и ее индцированная схема

Fig. 4. Thin-plate cementite precipitation at the laths borders:
а and б – light-field and dark-field images in the reflection [121] of cementite; в – electron-diffraction pattern and its indexed scheme

выявить корреляцию между картиной следов сдвига и распределением цементитных выделений в пакете. Расположение тонких цементитных выделений преимущественно на границах реек в стали 34ХН3МФА после высокого отпуска является основной причиной локализации сдвига в приграничных областях реек, где и наблюдаются системы грубых следов сдвига. Развитие значительной локализации сдвига в приграничных областях реек, в свою очередь, приводит к разрушению выделений цементита и выносу углерода в твердый раствор и на дефекты решетки [18; 19].

Размытость следов сдвига

Известно [20], что в ГЦК металлах и сплавах, где плоскости сдвига строго определены (плоскости плотной упаковки), следы сдвига, наблюдаемые на поверхности деформированного образца, образуются в результате выхода на поверхность дислокаций, скользящих в одной или нескольких близко расположенных параллельных плоскостях, и называются следами скольжения. Мощность сдвига в них (P) определяется числом прошедших дислокаций и численно равна смещению частей кристалла по этим плоскостям [21]. В ГЦК кристаллах, по крайней мере при умеренных степенях деформации, следы скольжения ограничены практически параллельными прямыми и при известных кристаллографических условиях определение мощности сдвига может быть проведено достаточно точно. Такие данные в настоящее время имеются, например, в работах [15; 21]. В кристаллах с ОЦК решеткой, для которых характерно

весьма сложное объемное расщепление полных дислокаций [12], плоскости скольжения не столь строго определены. Как следствие, дислокация может легко менять плоскость скольжения (карандашное скольжение) и следы скольжения размыты. На рис. 5, а представлена картина следов сдвига в исследованной стали. Видно, что значительная часть следов имеет нечеткие границы. В данной стали размытость следов обусловлена не только типом кристаллической решетки мартенсита (ОЦК), но и сравнительно высокой плотностью дислокаций в рейках, в особенности, вблизи их границ.

Тонкая структура следов сдвига

Проведение прицельных исследований деформационного рельефа с использованием увеличений в интервале 200 – 40 000 позволило выявить тонкую структуру следов сдвига. Кажущиеся сплошными при малых увеличениях следы сдвига часто имеют сложную внутреннюю структуру (рис. 5, б).

Сопоставление структуры следов сдвига с соответствующими элементами субструктуры [7; 18], исследованными методами ПЭМ, показало, что тонкая структура таких следов может быть связана с формированием в ходе пластической деформации в отдельных рейках и их группах фрагментированной субструктуры. Образование фрагментированной субструктуры в рейках подтверждают и исследования сканирующей электронной микроскопии. Следует отметить, что следы сдвига с «фрагментацией» характерны для степеней деформации, близких к разрушению.

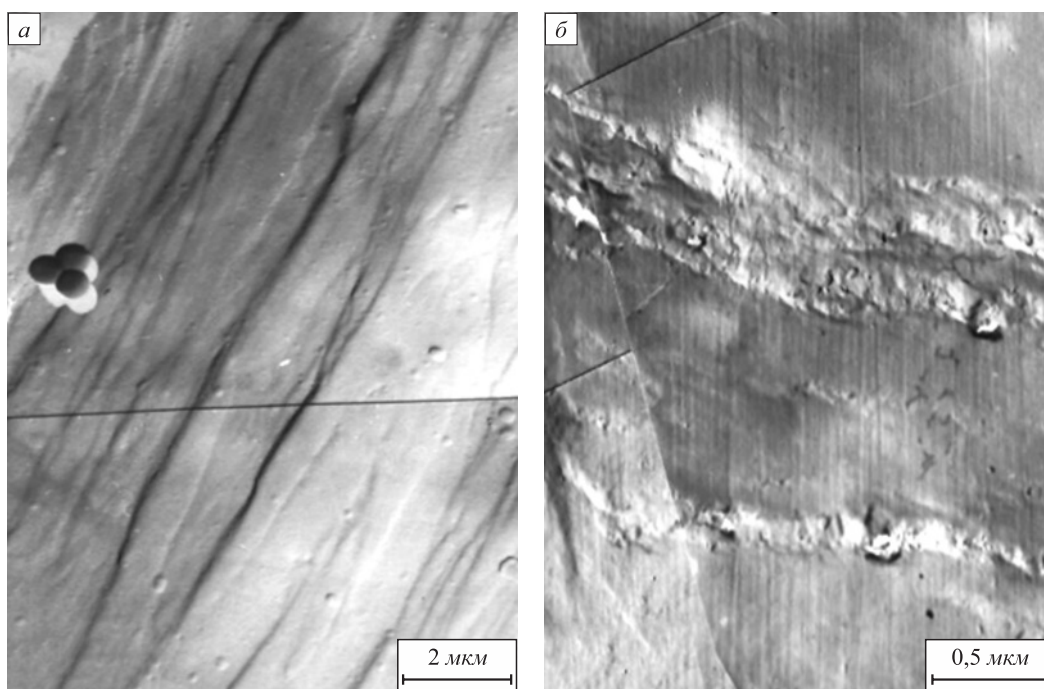


Рис. 5. Размытые следы сдвига (а) и тонкая структура следов сдвига (б) при $\varepsilon = 0,1$

Fig. 5. Blurred shear traces (а) and thin structure of shear traces (б) at $\varepsilon = 0.1$

Средняя величина сдвига

Зная величину средней мощности сдвига в следах и среднее расстояние между следами, можно определить среднюю величину сдвига (γ), локализованного в них: $\langle \gamma \rangle = \langle P \rangle / \langle X \rangle$. На стадии однородной на макроуровне деформации образца исследованной стали ($\varepsilon \leq 0,1$) величина относительного сдвига в тонких следах $\langle \gamma_f \rangle$ составляет 0,16. В грубых следах сдвига $\langle \gamma_s \rangle = 0,10$.

На стадии макролокализации деформации $\langle \gamma_f \rangle = 0,65$ и $\langle \gamma_s \rangle = 0,5$ и эти значения сохраняются вплоть до разрушения образца. Таким образом, определенные в настоящей работе значения относительного сдвига, локализованного в масштабах пакета и/или фрагмента пакета, являются предельными для стали марки 34ХНЗМФА.

Выводы

Изучена эволюция деформационного рельефа, формирующегося при пластической деформации стали марки 34ХНЗМФА, имеющей структуру отпускаемого мартенсита.

Проведено прицельное, количественное исследование развития сдвиговой деформации в пакетной составляющей мартенсита, происходящее с образованием двух подсистем следов сдвига: тонкие и грубые. Подсистемы тонких следов формируются с самого начала пластической деформации. Их образование происходит в условиях однородной деформации образца.

Появление и эволюция подсистемы грубых следов коррелирует с образованием в образце первой (длинной) шейки, то есть является основным механизмом, приводящим к локализации пластической деформации в масштабах образца (макролокализации).

Установлено, что предпочтительными местами грубого сдвига являются приграничные области реек и фрагментов пакета. Выявлена связь образования подсистем грубых следов сдвига с формированием в пакете фрагментированной дислокационной структуры.

На основе прицельных, с большой статистикой, исследований эволюции деформационного рельефа экспериментально установлено, что величины средней мощности сдвига в тонких $\langle P_f \rangle$ и грубых $\langle P_s \rangle$ следах не зависят от степени локальной пластической деформации образца во всем интервале степеней деформации, достигаемых при растяжении образца исследованной стали. Они остаются постоянными вплоть до разрушения и составляют $\langle P_f \rangle = 0,1$ мкМ и $\langle P_s \rangle = 0,3$ мкМ.

Для исследованной стали выявлены количественные соотношения между величинами средней мощности сдвига в подсистемах тонких $\langle P_f \rangle$ и грубых $\langle P_s \rangle$ следов сдвига и средними поперечными размерами мартенситных кристаллов: величина $\langle P_f \rangle$ равна примерно половине ширины рейки, $\langle P_s \rangle$ – удвоенной ширине рейки.

Для исследованной стали, имеющей структуру высокоотпущенного мартенсита, существует предельное значение среднего относительного сдвига, локализованного в масштабах пакета и/или фрагмента пакета, равное 0,5.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

- Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Попова Н.А., Коновалов С.В., Конева Н.А. Структурно-фазовые состояния и механизмы упрочнения деформированной стали. Новокузнецк: Полиграфист; 2016;510.
Ivanov Yu.F., Gromov V.E., Popova N.A., Kononov S.V., Koneva N.A. *Structural-Phase States and Mechanisms of Hardening of Deformed Steel*. Novokuznetsk: Poligrafist; 2016:510. (In Russ.).
- Harjo S., Kawasaki T., Tomota Y., Gong W., Aizawa K., Tichy G., Shi Z., Ungár T. Work hardening, dislocation structure, and load partitioning in lath martensite determined by in situ neutron diffraction line profile analysis. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017;48(9):4080–4092. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4172-0>
- Kwak K., Mayama T., Mine Y., Takashima K. Anisotropy of strength and plasticity in lath martensite steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2016;674:104–116. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.047>
- Jo K.-R., Seo E.-J., Sulistiyo D.H., Kim J.-K., Kim S.-W., De Cooman B.C. On the plasticity mechanisms of lath martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;704:252–261. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.024>
- Jafarian H.R., Tarazkouhi M.F. Significant enhancement of tensile properties through combination of severe plastic deformation and reverse transformation in an ultrafine/nano grain lath martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;686:113–120. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.034>
- Shamsujjoha M. Evolution of microstructures, dislocation density and arrangement during deformation of low carbon lath martensitic steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2020;776:139039. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139039>
- Teplyakova L., Gershteyn G., Popova N., Kozlov E., Ignatenko L., Springer R., Schaper M., Bach Fr.-W. Scale-dependent hierarchy of structural elements in the microstructure of thermomechanical treated ferritic steels with residual austenite. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. 2009;40(9):704–712. <https://doi.org/10.1002/mawe.200900503>
- Morsdorf L., Jeannin O., Barbier D., Mitsuhashi M., Raabe D., Tasan C.C. Multiple mechanisms of lath martensite plasticity. *Acta Materialia*. 2016;121:202–214. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.006>
- Теплякова Л.А., Попова Н.А., Козлов Э.В. Локализация пластической деформации в отпущенных мартенситных сталях на крупномасштабных уровнях. *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. 2012;9(4-2):659–663.
Teplyakova L.A., Popova N.A., Kozlov E.V. Localization of plastic deformation in tempered martensitic steels at large-scale levels. *Fundamental problems of modern materials science*. 2012;9(4-2):659–663. (In Russ.).
- Glezer A.M., Kozlov E.V., Koneva N.A., Popova N.A., Kurzina I.A. *Plastic Deformation of Nanostructured Materials*. CRC Press; 2017:334.
- Редикольцев А.А., Урицкий А.Г., Пузанов М.П., Беляевских А.С. Формирование внутренней структуры в очаге деформации при прокатке монокристалла (110)[001] с ОЦК-решеткой. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2017;60(3):207–215. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-3-207-215>
Redikul'tsev A.A., Uritskii A.G., Puzanov M.P., Belyaevskikh A.S. Formation of internal structure in the deformation zone during rolling of the BCC single crystal (110)[001]. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017;60(3):207–215. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-3-207-215>
- Саданов Е.В. Кристаллогеометрия скольжения винтовых дислокаций в нанокристаллах вольфрама. *Физика твердого тела*. 2015;57(2):237–242.
Sadonov E.V. Crystal geometry of screw dislocation glide in tungsten nanocrystals. *Physics of the Solid State*. 2015;57(2):249–254. <https://doi.org/10.1134/S1063783415020298>
- Novák V., Šesták B., Zárubová N. Plasticity of high purity iron single crystals (II) surface observations. *Crystal Research and Technology*. 1984;19(6):793–807. <https://doi.org/10.1002/crat.2170190611>
- Xie K.Y., Wang Y., Ni S., Liao X., Cairney J.M., Ringer S.P. Insight into the deformation mechanisms of α -Fe at the nanoscale. *Scripta Materialia*. 2011;65(12):1037–1040. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.08.023>
- Козлов Э.В., Попова Н.А., Игнатенко Л.Н., Григорьева Н.А., Ковалевская Т.А., Теплякова Л.А., Чухин Б.Д. Стадии пластической деформации, эволюция структуры и картина скольжения в сплавах с дисперсным упрочнением. *Известия вузов. Физика*. 1991;(3):112–128.
Kozlov E.V., Popova N.A., Ignatenko L.N., Grigor'eva N.A., Kovalevskaya T.A., Teplyakova L.A., Chukhin B.D. Stages of plastic deformation, structure evolution and sliding pattern in alloys with dispersed hardening. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 1991;(3):112–128. (In Russ.).
- Mine Y., Hirashita K., Takashima H., Matsuda M., Takashima K. Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;560:535–544. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.099>
- Du C., Hoefnagels J.P.M., Vaes R., Geers M.G.D. Plasticity of lath martensite by sliding of substructure boundaries. *Scripta Materialia*. 2016;120:37–40. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.04.006>
- Козлов Э.В., Теплякова Л.А., Попова Н.А., Игнатенко Л.Н., Клопотов А.А., Конева Н.А. Влияние типа субструктур на перераспределение углерода в стали мартенситного класса в ходе пластической деформации. *Известия вузов. Физика*. 2002;45(3):72–86.
Kozlov E.V., Teplyakova L.A., Popova N.A., Ignatenko L.N., Klopotov A.A., Koneva N.A. Influence of substructure type on carbon redistribution in martensitic steel during plastic deformation. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2002;45(3):72–86. (In Russ.).
- Koneva N.A., Popova N.A., Nikonenko E.L. Internal stresses and their sources in BCC and FCC steels. *Solid State Phenomena*. 2020;303:128–142. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.303.128>
- Neuhäuser H. Slip-line formation and collective dislocation motion. In: *Dislocations in Solids*. 1983;6:319–440.

21. Лапскер И.А., Шаркеев Ю.П., Конева Н.А., Козлов Э.В. Электронно-микроскопический метод определения характеристик скольжения в зернах поликристаллов с ГЦК-решеткой. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 1998;(3):32–35.

Lapsker I.A., Sharkeev Yu.P., Koneva N.A., Kozlov E.V. Electron microscopic method for determining the characteristics of sliding in grains of polycrystals with a fcc-lattice. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*. 1998;(3): 32–35. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Людмила Алексеевна Теплякова, д.ф.-м.н., профессор кафедры физики, Томский государственный архитектурно-строительный университет
ORCID: 0000-0001-5038-7379
E-mail: lat168@mail.ru

Lyudmila A. Teplyakova, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof. of the Chair of Physics, Tomsk State University of Architecture and Building
ORCID: 0000-0001-5038-7379
E-mail: lat168@mail.ru

Александр Данилович Кашин, аспирант, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
ORCID: 0000-0001-1860-3654
E-mail: kash@mail.ru

Aleksandr D. Kashin, Postgraduate, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-1860-3654
E-mail: kash@mail.ru

Татьяна Семеновна Куницына, к.ф.-м.н., доцент кафедры высшей математики, Томский государственный архитектурно-строительный университет
ORCID: 0000-0001-6801-4909
E-mail: kma11061990@mail.ru

Tat'yana S. Kunitsyna, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Assist. Prof. of the Chair of Advanced Mathematics, Tomsk State University of Architecture and Building
ORCID: 0000-0001-6801-4909
E-mail: kma11061990@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Л. А. Теплякова – постановка задачи, анализ результатов исследований, формулировка выводов.
А. Д. Кашин – измерение количественных характеристик деформационного рельефа и статистическая обработка полученных данных.
Т. С. Куницына – комплексное металлографическое и электронно-микроскопическое исследование.

L. A. Teplyakova – problem statement, analysis of the research results, formulation of conclusions.
A. D. Kashin – measurement of quantitative characteristics of deformation relief, statistical processing of the data obtained.
T. S. Kunitsyna – complex metallographic and electron microscopic examination.

Поступила в редакцию 16.03.2022
 После доработки 22.04.2022
 Принята к публикации 24.10.2022

Received 16.03.2022
 Revised 22.04.2022
 Accepted 24.10.2022



УДК 669:539.381.296

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-162-167



Оригинальная статья

Original article

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И АКУСТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДЕФОРМИРУЕМЫХ СПЛАВОВ

С. А. Баранникова[✉], М. В. Надежкин, П. В. Исакова

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

✉ bsa@ispms.ru

Аннотация. В работе исследованы зависимости между скоростью распространения ультразвука и механическими характеристиками в процессе одноосного растяжения аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T, обладающей уникальным комплексом физико-механических свойств, включая высокие показатели прочности, пластичности, ударной вязкости и хладостойкости. Данный комплекс физико-механических свойств обеспечивается благодаря действию различных механизмов пластической деформации (дислокационное скольжение/двойникование, образование дефектов упаковки, мартенситное превращение). Следует отметить, что оценка изменения механических характеристик металлов (особенно при низких температурах) является весьма трудоемкой задачей и требует применения неразрушающих методов контроля. Экспериментальные результаты были получены с помощью стенда, предназначенного для синхронизированного с записью диаграммы напряжение – деформация определения скорости распространения ультразвука и коэффициента затухания ультразвуковой волны как функций деформации. Процедура измерения скорости распространения ультразвука заключается в фиксировании времени прохождения ультразвукового рэлеевского импульса между передающим и приемным преобразователями. Затухание ультразвуковой волны вычисляется по изменению формы этого импульса. Импульсы возбуждаются пьезоэлектрическим преобразователем на частоте 5 МГц. Исследовано изменение акустических характеристик в условиях статического нагружения и рассчитаны критические параметры перехода материала в деструктивное состояние. Скорость распространения рэлеевских ультразвуковых волн непосредственно в ходе нагружения материала является информативным признаком для анализа природы процессов, контролирующих пластичность. Обнаружено влияние температуры испытаний на акустические и механические характеристики стали. Исследуемый температурный интервал $180\text{ K} \leq T \leq 318\text{ K}$ выбран с учетом возможности реализации в стали прямого $\gamma \rightarrow \alpha'$ мартенситного превращения при растяжении.

Ключевые слова: прочность, пластическая деформация, разрушение, скорость ультразвука, нержавеющие стали

Благодарности: Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда, проект № 22-29-01608, <https://rscf.ru/project/22-29-01608/>.

Для цитирования: Баранникова С.А., Надежкин М.В., Исакова П.В. Исследование механических и акустических свойств деформируемых сплавов. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):162–167. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-162-167>

MECHANICAL AND ACOUSTIC PROPERTIES OF DEFORMABLE ALLOYS

S. A. Barannikova[✉], M. V. Nadezhkin, P. V. Iskhakova

Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
(2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ bsa@ispms.ru

Abstract. The paper is devoted to the correlation dependences of ultrasound velocity with characteristics of strength and plasticity in uniaxial tension of Fe18Cr10Ni austenitic stainless steel with a unique set of physical and mechanical properties. Such a successful set of mechanical properties is provided by dislocation slip and twinning, the formation of stacking faults, and martensitic transformation. It should be noted that the assessment of changes in the mechanical characteristics of metals (especially at low temperatures) is a very laborious task and requires the use of non-destructive control methods. Experimental data were obtained using a bench designed to synchronize with recording of the "stress-strain" diagram for determining the values of ultrasound velocity propagation and the attenuation coefficient of the ultrasonic wave as a function of deformation. Measurement of ultrasound velocity propagation was reduced to determining the time of passage of an ultrasonic Rayleigh pulse between the transmitting and receiving transducers. The attenuation was determined from the change in pulse shape. The pulses were excited by a piezoelectric transducer at a frequency of 5 MHz. The authors experimentally studied the static loading effect on acoustic characteristics and calculated the destruction

parameters. The propagation ultrasound velocity in a deformable material is an informative feature for analyzing the nature of the processes that control plasticity. The effect of test temperature in the range $180\text{ K} \leq T \leq 320\text{ K}$ on the acoustic and mechanical characteristics of the steel was studied to ensure control of its structural state and mechanical properties by means of non-destructive testing. The temperature range was chosen taking into account the possibility of direct $\gamma \rightarrow \alpha'$ martensitic transformation.

Keywords: strength, plastic deformation, failure, ultrasound velocity, stainless steel

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation (grant No. 22-29-01608, <https://rscf.ru/project/22-29-01608/>).

For citation: Barannikova S.A., Nadezhkin M.V., Iskhakova P.V. Mechanical and acoustic properties of deformable alloys. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):162–167. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-162-167>

ВВЕДЕНИЕ

На уровень безопасности ответственных объектов в атомной энергетике, авиационной, судостроительной, нефтегазовой и других отраслях промышленности огромное влияние оказывает эффект истощения ресурса конструктивных элементов оборудования в процессе эксплуатации конструкционных материалов. Поэтому возникает необходимость предсказания критического состояния материала, контроля его физико-механических свойств до появления нарушений сплошности, а также реального технического состояния ответственных конструктивных элементов с применением методов неразрушающего контроля. К перспективным методам оценки характеристик металлов относят метод ультразвукового контроля состояния материалов [1–3], подвергающихся пластическому деформированию. Особенно актуально исследование влияния структурных изменений на акустические параметры задолго до образования макроскопических трещин. Основным фактором, оказывающим заметное влияние на акустические параметры, является изменение микронеоднородности при деформировании материалов, связанное с изменением параметров дислокационной структуры, плотности вакансий, накоплением микропор и микротрещин и т.д. Все эти процессы влияют на скорость распространения ультразвука – параметра, широко используемого в диагностике состояния материалов [4–7]. Как было показано ранее [8–10], изменение скорости ультразвуковых волн при нагружении имеет немонотонный характер. В работе [8] установлена связь скорости ультразвука и механических свойств на примере высокохромистой стали. Закономерности изменения скорости распространения ультразвука при варьировании состава, структуры и состояния металлов и сплавов обнаружены и детально описаны в работах [11–13]. В то же время возникает необходимость исследования температурных зависимостей характеристик ультразвука, включая диапазон пониженных температур, в связи с недостаточным объемом данных в литературе [1–7].

В настоящей работе установлены зависимости скорости распространения ультразвуковых волн V и коэффициента затухания α от величины общей деформации до разрушения, предела прочности в широком температурном интервале для аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Эксперименты выполнены на поликристаллах аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T с размером зерна приблизительно 12,5 мкм. Плоские образцы с размерами рабочей части $40 \times 5 \times 2$ мм подвергали одноосному растяжению на испытательной машине Instron-1185 с постоянной скоростью деформации $3,3 \cdot 10^{-4}\text{ с}^{-1}$. Температуру испытаний в интервале $180\text{ K} \leq T \leq 320\text{ K}$ задавали скоростью продувки парами азота из сосуда Дьюара рабочей камеры с деформируемым образцом и контролировали хромель-алюмелевой термопарой, спай которой контактировал с образцом [14]. Исследуемый температурный интервал выбирали с учетом возможности реализации в стали прямого $\gamma \rightarrow \alpha'$ мартенситного превращения [15–18].

Одновременно с регистрацией кривых нагружения на экспериментальном стенде измеряли скорость распространения поверхностных волн Рэлея [19]. Импульсы возбуждались пьезоэлектрическим преобразователем на частоте 5 МГц. Ошибка определения скорости не превышала $\pm 3\text{ м/с}$. Обработку экспериментальных данных выполняли с использованием стандартных методов статистического анализа. Применение стенда позволило существенно дополнить получаемую в процессе механических испытаний информацию о стандартных характеристиках материала, таких как предел текучести, временное сопротивление, коэффициент деформационного упрочнения. Как известно, эти характеристики являются условными, слабо отражают природу процессов, протекающих в твердых телах при деформации, и с трудом связываются с существующими дислокационными механизмами упрочнения [20].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Диаграммы растяжения в условных координатах напряжение (σ) – деформация (ϵ) образцов стали марки 12X18H10T охватывали области упругих, пластических деформаций и разрушения. Далее диаграммы перестраивали в координатах истинные напряжения (S) – истинные деформации (e) [20] и в зависимости $S(e^{1/2})$ с выявлением на них точек перегиба (рис. 1, а), находящихся между пределом текучести и пределом прочности. Эти критические точки указывают на переход от упругопластической к пластически-деструкционной

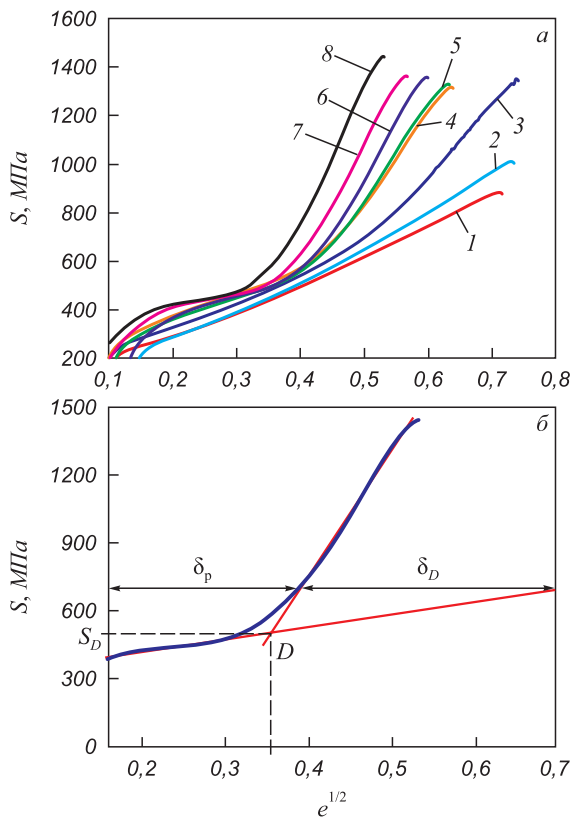


Рис. 1. Диаграммы нагружения $S(e^{1/2})$ при температурах 334, 318, 297, 270, 254, 227, 211 и 180 К (1 – 8) (а) и при температуре 211 К (б)

Fig. 1. Loading diagrams $S(e^{1/2})$ at temperatures 334, 318, 297, 270, 254, 227, 211 and 180 K (1 – 8) (a) and at a temperature of 211 K (b)

стадии деформирования, которая связана с накоплением микрповреждений в стали. Критической точке D на диаграмме соответствуют напряжение S_D и деформация e_D (рис. 1, б), которые можно принять за критичес-

кие параметры для обеспечения максимальной работоспособности металла в исследуемом температурном интервале.

На рис. 2, а показаны зависимости деформационно-прочностных характеристик, соответствующих точке D : $S_D(e_D)$ (кривая 1), $S_D(T)$ (кривая 2) и $e_D(T)$ (кривая 3). Температурные зависимости деформационно-прочностных характеристик демонстрируют экстремальный характер. Для всех точек D можно рассчитать критический параметр $\Delta = \delta_D / \delta_p$ (где δ_p – упругопластическая составляющая в относительном удлинении до разрыва; δ_D – пластически-деструкционная составляющая в относительном удлинении до разрыва) (рис. 1, б).

На рис. 2, б совмещены диаграмма $S(e^{1/2})$ (кривая 1) и данные измерений скорости распространения ультразвука $V(e^{1/2})$ (кривая 2) в зависимости от общей деформации и указана точка D , которой соответствует критическое значение скорости ультразвука V_D . Понижение температуры испытаний в процессе растяжения стальных образцов приводит к увеличению плотности дефектов и росту объема мартенситной фазы, и, как следствие, к увеличению локальных внутренних напряжений (напряжений II-го рода). Все это отражается на уменьшении величины скорости ультразвука с ростом общей деформации и действующих напряжений. Достижение значения скорости ультразвука $V = V_D$ при исследуемых температурах указывает на переход от упругопластической к пластически-деструкционной стадии деформирования.

Обработка результатов изменения скорости распространения ультразвука при различной температуре для фиксированных значений общей пластической деформации позволила установить линейный характер зависимости $V(T)$ с коэффициентом корреляции $R = 0,97$. При понижении температуры испытаний в исследуемом интервале изменение скорости ультразвука достигает

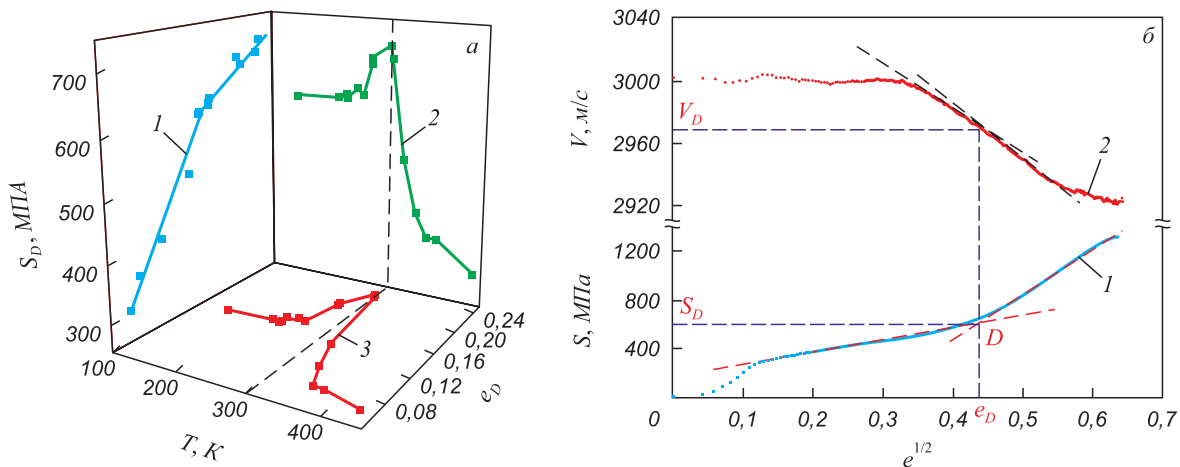


Рис. 2. Температурные зависимости деформационно-прочностных характеристик, соответствующих критической точке (а), а также диаграмма $S(e^{1/2})$ (1) и изменение скорости ультразвука $V(e^{1/2})$ (2) с ростом общей деформации при температуре 318 К (б)

Fig. 2. Temperature dependences of deformation-strength characteristics corresponding to the critical point (a) and diagram $S(e^{1/2})$ (1) and the change in ultrasound velocity $V(e^{1/2})$ (2) with an increase in total deformation at a temperature of 318 K (b)

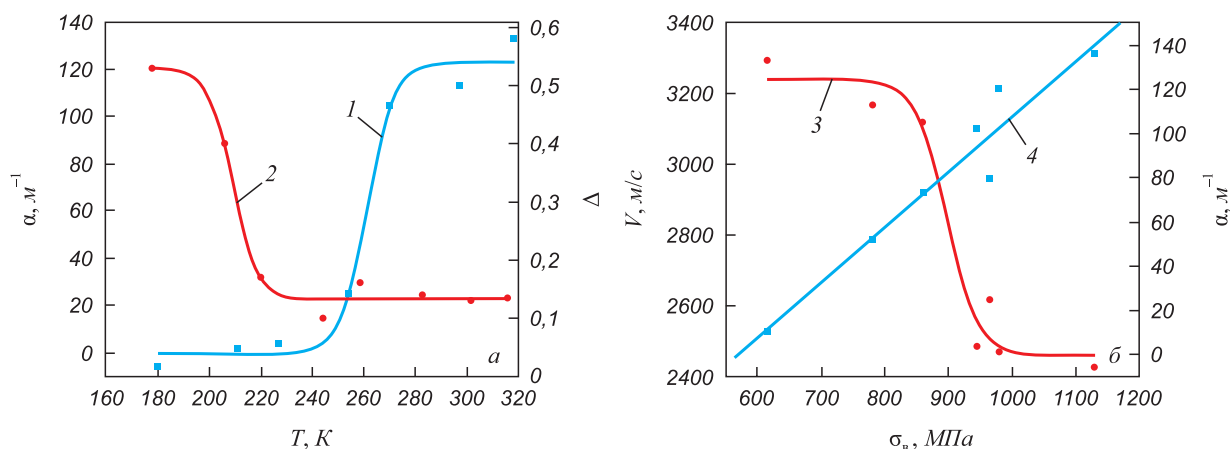


Рис. 3. Температурные зависимости коэффициента затухания ультразвука (I) и критического параметра Δ (2) (а) и зависимости коэффициента затухания α (3) и скорости ультразвука V (4) от предела прочности σ_b (б)

Fig. 3. Temperature dependences of the attenuation coefficient of ultrasound (I) and the critical parameter Δ (2) (a); dependences of the attenuation coefficient α (3) and ultrasound velocity V (4) on the strength limit σ_b (b)

20 % в недеформированном образце и 15 % в деформированном образце (при общей деформации 0,3) по сравнению с величиной скорости ультразвука в недеформированном материале при комнатной температуре.

На рис. 3, а представлены температурные сигмоидальные зависимости коэффициента затухания ультразвука $\alpha(T)$ (кривая 1), соответствующего точке D , и критического параметра $\Delta(T)$ (кривая 2). Установлено также, что в деформируемых образцах зависимость коэффициента затухания ультразвука от предела прочности $\alpha(\sigma_b)$ имеет сигмоидальную форму (рис. 3, б), в то время как зависимость скорости ультразвука от предела прочности $V(\sigma_b)$ является линейной в исследуемом температурном интервале. Определены напряжения, соответствующие максимальной скорости роста объемной доли мартенситной α' -фазы и спаду скорости ультразвука.

Механические испытания на одноосное растяжение стальных образцов показали, что понижение температуры испытаний приводит к увеличению пределов текучести и прочности на фоне снижения пластичности. Линейный характер зависимости скорости ультразвука от предела прочности $V(\sigma_b)$, вероятно, обусловлен функциональной связью предела прочности σ_b с упругими свойствами стали. Так как скорость поперечных ультразвуковых волн $V = (G/\rho)^{1/2}$ (где G – модуль сдвига; ρ – плотность), то отличие модулей упругости увеличивающейся фазы мартенсита при $\gamma \rightarrow \alpha'$ мартенситном превращении в процессе пластической деформации [15] от модулей матрицы стали приводит к изменению упругих и акустических характеристик всего сплава.

Таким образом, по значениям скорости распространения ультразвука и коэффициента затухания можно прогнозировать предел прочности и максимальную работоспособность исследуемого металла при низких

температурах. При этом предполагается, что выполнение условия $e < e_D$ сигнализирует о том, что текущая деформация соответствует упругопластической составляющей δ_p и $\Delta \rightarrow 0$. В результате изготовления или эксплуатации детали (изделия) $\Delta \neq 0$. Это свидетельствует о том, что материал работает уже в пластически-деструкционной стадии.

Выводы

Установлено, что процесс растяжения образцов аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T в температурном интервале $180 \text{ K} \leq T \leq 320 \text{ K}$ приводит к существенным изменениям скорости ультразвука. Установлены температурные зависимости скорости ультразвука, коэффициента затухания, пределов текучести и прочности. Определены критические параметры перехода от упругопластической к пластически-деструкционной стадии деформирования. Полученные корреляционные связи между параметрами свидетельствуют о том, что можно построить между ними регрессионные зависимости, которые могут быть использованы для восстановления значений одной характеристики по экспериментально определенной другой. Из всех таких пар зависимостей наиболее интересными для практики представляются взаимосвязи между парами механических и акустических параметров, поскольку измерение последних менее трудоемко, их можно проводить прямо на исследуемом элементе конструкции в процессе эксплуатации, не разрушая его, а для проведения эксперимента не требуется изготовления образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Ding X., Wu X., Wang Y. Bolt axial stress measurement based on a mode-converted ultrasound method using an elec-

- tromagnetic acoustic transducer. *Ultrasonics*. 2014;54(3): 914–920. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2013.11.003>
2. Kobayashi M. Analysis of deformation localization based on the proposed theory of ultrasonic wave velocity propagation in plastically deformed solids. *International Journal of Plasticity*. 2010;26(1):107–125. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2009.05.004>
3. Marcantonio V., Monarca D., Colantoni A., Cecchini M. Ultrasonic waves for materials evaluation in fatigue, thermal and corrosion damage. *Mechanical Systems and Signals Processing*. 2019;120:32–42. <https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2018.10.012>
4. Yun H., Modarres M. Measures of entropy to characterize fatigue damage in metallic materials. *Entropy*. 2019;21(8): 804. <https://doi.org/10.3390/e21080804>
5. Yang C.-H., Jeyaprakash N., Hsu Y.-W. Applicability of non-destructive laser ultrasound and non-linear ultrasonic technique for evaluation of thermally aged CF8 duplex stainless steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2021;193:104451. <https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2021.104451>
6. Normando P.G., Moura E.P., Souza J.A., Tavares S.S.M., Padovese L.R. Ultrasound, eddy current and magnetic Barkhausen noise as tools for sigma phase detection on a UNS S31803 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2010;527(12):2886–2891. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.017>
7. Biezma M.V., Martin U., Linhardt P., Ress J., Rodríguez C., Bastidas D.M. Non-destructive techniques for the detection of sigma phase in duplex stainless steel: A comprehensive review. *Engineering Failure Analysis*. 2021;122:105227. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2021.105227>
8. Баранникова С.А., Бочкарёва А.В., Лунёв А.Г., Шляхова Г.В., Зуев Л.Б. Изменение скорости ультразвука при пластической деформации высокохромистой стали. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2016;59(8):558–564. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-8-558-564>
Barannikova S.A., Bochkareva A.V., Lunev A.G., Shlyakhova G.V., Zuev L.B. Ultrasound velocity variation at plastic deformation of high-chromium steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2016;59(8):558–564. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-8-558-564>
9. Lunev A.G., Nadezhkin M.V., Barannikova S.A., Zuev L.B. Acoustic parameters as criteria of localized deformation in aluminum alloys. *Acta Physica Polonica A*. 2018;134:342–345. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.134.342>
10. Муравьев В.В., Зуев Л.Б., Комаров К.Л. *Скорость ультразвука и структура сталей и сплавов*. Новосибирск: Наука; 1996:181.
Murav'ev V.V., Zuev L.B., Komarov K.L. *Ultrasound Speed and Structure of Steels and Alloys*. Novosibirsk: Nauka; 1996:181. (In Russ.).
11. Murav'eva O., Murav'ev V., Volkova L., Kazantseva N., Nichipuruk A., Stashkov A. Acoustic properties of low-carbon 2% Mn-doped steel manufactured by laser powder bed fusion technology. *Additive Manufacturing*. 2022;51: 102635. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102635>
12. Gorkunov E.S., Povolotskaya A.M., Zadvorkin S.M., Putilova E.A., Mushnikov A.N., Bazulin E.G., Vopilkin A.K. Some features in the behavior of magnetic and acoustic characteristics of hot-rolled 08G2B steel under cyclic loading. *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2019;55:827–836. <https://doi.org/10.1134/S1061830919110044>
13. Murav'eva O.V., Volkova L.V., Murav'ev V.V., Sintsov M.A., Myshkin Yu.V., Basharova A.F. Sensitivity of electromagnetic-acoustic multiple shadow method using rayleigh waves in inspection of oil country tubular goods. *Russian Journal of Nondestructive Testing*. 2020;56:950–1004. <https://doi.org/10.1134/S1061830920120050>
14. Баранникова С.А., Колосов С.В., Никонова А.М. Изменение скорости ультразвука в процессе растяжения сплава Fe–Cr–Ni при температурах 180 – 318 К. *Известия вузов. Физика*. 2021;(3):47–53. <https://doi.org/10.17223/00213411/64/3/47>
Barannikova S.A., Kolosov S.V., Nikonova A.M. Changes in ultrasonic velocity at hydrogen embrittlement of high-chromium steel. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2021;(3):47–53. (In Russ.). <https://doi.org/10.17223/00213411/64/3/47>
15. Talonen J., Hänninen H., Nenonen P., Pape G. Effect of strain rate on the strain-induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ -martensite transformation and mechanical properties of austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005;36:421–32. <https://doi.org/10.1007/s11661-005-0313-y>
16. Zheng C., Yu W. Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;710:359–365. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.003>
17. Mallick P., Tewary N.K., Ghosh S.K., Chattopadhyay P.P. Effect of cryogenic deformation on microstructure and mechanical properties of 304 austenitic stainless steel. *Materials Characterization*. 2017;133:77–86. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.09.027>
18. Zheng C., Yu W. Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;710:359–365. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.003>
19. Torello D., Thiele S., Matlack K.H., Kim J.-Y., Qu J., Jacobs L.J. Diffraction, attenuation, and source corrections for nonlinear Rayleigh wave ultrasonic measurements. *Ultrasonics*. 2015;56:417–426. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2014.09.008>
20. Pelleg J. *Mechanical Properties of Materials*. Dordrecht: Springer; 2013:634. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-4342-7>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Светлана Александровна Баранникова, д.ф.-м.н., ведущий научный сотрудник лаборатории физики прочности, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-5010-9969
E-mail: bsa@ispms.ru

Svetlana A. Barannikova, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Leading Researcher of the Laboratory of Strength Physics, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-5010-9969
E-mail: bsa@ispms.ru

Михаил Владимирович Надежкин, к.т.н., научный сотрудник лаборатории физики прочности, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-4819-7653

E-mail: mvn@ispms.ru

Полина Валентиновна Исхакова, младший научный сотрудник лаборатории физики прочности, Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0001-8256-283X

E-mail: iskhakova.polina@gmail.com

Mikhail V. Nadezhkin, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Strength Physics, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-4819-7653

E-mail: mvn@ispms.ru

Polina V. Iskhakova, Junior Researcher of the Laboratory of Strength Physics, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0001-8256-283X

E-mail: iskhakova.polina@gmail.com

Вклад авторов

Contribution of the Authors

С. А. Баранникова – формулирование концепции работы, обсуждение результатов, написание текста статьи.

М. В. Надежкин – проведение исследований акустических и механических характеристик, анализ результатов.

П. В. Исхакова – обзор литературы, подготовка образцов для исследований механических характеристик, обсуждение результатов.

S. A. Barannikova – concept formulation, discussion of the results, writing the text.

M V. Nadezhkin – conducting studies of acoustic and mechanical characteristics, analysis of the results.

P. V. Iskhakova – literary review, preparation of the samples for studies of mechanical characteristics, discussion of the results.

Поступила в редакцию 24.03.2022

После доработки 24.08.2022

Принята к публикации 25.08.2022

Received 24.03.2022

Revised 24.08.2022

Accepted 25.08.2022



УДК 669.14.018.8:620.186.1

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-168-176



Оригинальная статья

Original article

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОГО ЗЕРНА В 12 %-НЫХ ХРОМИСТЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ

М. Ю. Беломятцев

■ Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

Аннотация. Ферритно-мартенситные жаропрочные высокохромистые стали (ФМХС) с содержанием хрома 11 – 12 % подвергают закалке на мартенсит от температур 1050 – 1100 °С. Возможные нежелательные последствия нагревов на такие высокие температуры – увеличение размеров аустенитного зерна, увеличение количества дельта-феррита в итоговой структуре, снижение механических характеристик. В работе изучено изменение всех этих факторов при нагревах ФХМС до температур закалки в интервале 950 – 1250 °С. Проведен анализ соотношения содержания мартенсита (его количество отождествляли с долей аустенита перед закалкой) и высокотемпературного дельта-феррита на металлографических шлифах. Обнаружено, что изменение структуры изученных ФХМС при нагревах на температуры 1150 °С и выше зависит от структурного класса сталей. В сталях, которые при комнатной температуре состоят из мартенсита и дельта-феррита, или в которых дельта-феррит начинает образовываться при температурах нагрева 1200 °С и выше, размер аустенитного зерна уменьшается с ростом температуры в интервале 1200 – 1250 °С, а количество дельта-феррита увеличивается. Такие структурные превращения могут быть связаны с изменением положения и (или) наклона границ высокотемпературной области сосуществования аустенита и дельта-феррита на диаграммах фазового равновесия ФХМС при изменении температуры нагрева в этом интервале. Испытания на сжатие при 20 °С образцов стали 15X12Г3СМВ2ФР после термообработок с закалкой от температур 1000 – 1250 °С показали, что образование дополнительного количества дельта-феррита при температурах выше 1200 °С является более важным фактором, чем измельчение аустенитного зерна. Это вызывает снижение предела текучести образцов.

Ключевые слова: жаропрочные стали, мартенсит, дельта-феррит, термическая обработка, предел текучести, уравнение Петча-Холла

Для цитирования: Беломятцев М.Ю. Закономерности формирования аустенитного зерна в 12 %-ных хромистых жаропрочных ферритно-мартенситных сталях. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(2):168–176. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-168-176>

FEATURES OF FORMATION OF AUSTENITE GRAINS IN 12 % CR HEAT-RESISTANT FERRITIC-MARTENSITIC STEELS

M. Yu. Belomytsev

■ National University of Science and Technology “MISIS” (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

Abstract. Ferritic-martensitic heat-resistant high-chromium steels (FMHS) with chromium content of 11 – 12 % are quenched to martensite from temperatures of 1050 – 1100 °C. Possible undesirable consequences of heating to such high temperatures are an increase in the size of austenite grains, increase in the amount of delta ferrite in the final structure, and a decrease in mechanical characteristics. In this work, the change of all these factors during heating of FHMS to quenching temperatures in the range of 950 – 1250 °C was studied. Ratios of the contents of martensite (its amount was identified with the proportion of austenite before quenching) and high-temperature delta ferrite on metallographic sections were analyzed. It was found that behavior of structure of the studied FHMS upon heating to temperatures of 1150 °C and above depends on the steels structural class. In steels whose structure at room temperature consists of martensite and delta ferrite, or in which delta ferrite begins to form at heating temperatures of 1200 °C and higher, size of austenite grain decreases with increasing temperature in the range of 1200 – 1250 °C, and the amount of delta ferrite – increases. Such structural transformations can be associated with features of the phase equilibrium diagrams of steels of this class. Such structural transformations can be associated with a change in the position and (or) inclination of boundaries of the high-temperature region of coexistence of austenite and delta-ferrite in the phase equilibrium diagrams of FHMS at a change in heating temperature in this range. Compression tests at 20 °C of 15Cr12Mn3SiMoW2VB steel samples after heat treatment with heating to temperatures for hardening 1000 – 1250 °C showed that formation of an additional amount of delta ferrite at temperatures above 1200 °C is a stronger factor than the refinement of austenite grains. This causes a decrease in yield strength of the samples quenched from these temperatures followed by high tempering.

Keywords: heat-resistant steels, martensite, delta ferrite, heat treatment, yield strength, Petch-Hall equation

For citation: Belomyttsev M.Yu. Features of formation of austenite grains in 12 % Cr heat-resistant ferritic-martensitic steels. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):168–176. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-168-176>

ВВЕДЕНИЕ

Стали, содержащие 10 – 13 % (по массе) хрома (ферритно-мартенситные жаропрочные высокохромистые стали (ФМХС)), в зависимости от содержания легирующих элементов могут испытывать мартенситное превращение при охлаждении с высоких температур и иметь после этого смешанную структуру, состоящую из мартенсита, бейнита и высокотемпературного дельта-феррита (δ -феррита) [1 – 3]. Ниже приведены обоснования для применения высоких температур нагрева для таких сталей в процессе термических обработок:

- высокое содержание легирующих элементов, которое приводит к повышению критических температур (A_{c1} и A_{c3});

- образование в структуре карбидов легирующих элементов (V, Mo, W, Nb, Ta), имеющих высокие температуры растворения в аустените [4];

- сложный химический состав, который делает ФМХС склонными в процессе кристаллизации к формированию сильно развитой химической неоднородности, основа которой – ликвация легирующих элементов [5].

Все эти причины влекут за собой повышение применяемых температур нагрева под закалку до 1000 °C (чаще 1050 – 1100 °C) [6; 7], а температур гомогенизационного отжига для уменьшения ликвационных явлений до 1050 – 1240 °C с выдержкой до 10 ч [8; 9]. Нагревы до указанных температур вызывают опасения, связанные с ростом размеров аустенитного зерна и изменением соотношения фазовых составляющих (аустенита и δ -феррита). Возможность второго процесса иллюстрируется экспериментально полученными диаграммами фазового равновесия [10]. В соответствии с этими диаграммами при указанных температурах может изменяться соотношение между аустенитом (который при охлаждении превращается в мартенсит) и δ -ферритом из-за перехода сплава из фазовой области γ в фазовую область $\gamma + \delta$, а также из-за изменения положения границы областей $\gamma \leftrightarrow \gamma + \delta$ при изменении температуры.

Во всех работах, в которых описано влияние высоких температур нагрева при гомогенизации на изменения в структуре ФМХС, большее внимание уделяется количеству δ -феррита, ухудшающего некоторые механические и технологические характеристики этих сталей [10 – 12]. В основополагающей работе [10] показана возможность немонотонного (с минимумом при некотором времени гомогенизационного отжига) изменения содержания δ -феррита в стали 1X16H4Б. В работе [7] отмечено, что итоговая термическая обработка, проводимая после гомогенизационного отжига с нагре-

вом на 1050 °C для стали 07X12НМФБ, обеспечивает некоторое среднее содержание δ -феррита независимо от его содержания после гомогенизирующих отжигов. Однако авторы работы [6] в сталях 10X9K3B2МФБР, 02X9K3B2МФБР, 00539K3B2МФБР не наблюдали изменения количества δ -феррита при температурах гомогенизации 1000 – 1200 °C, а авторы работы [8] при нагреве стали 10X11B3K2ФБТaNdP (SAVE12) до температуры 1050 – 1100 °C с выдержкой до 20 ч отмечали только уменьшение количества δ -феррита. Вопросам размеров зерен δ -феррита и образующихся зерен аустенита целенаправленного внимания в работах [13 – 15] практически не уделено. В том же плане представлены и результаты, полученные в работе [16] для стали P92. Как сопутствующие гомогенизационным отжигам отмечены рост или постоянство [7] размеров зерен δ -феррита для стали 07X12НМФБ в интервале температур гомогенизации 1150 – 1240 °C, неизменность [6] или увеличение [6; 17; 18] размеров зерен аустенита в сталях 10X9K3B2МФБР, 02X9K3B2МФБР, 005X9K3B2МФБР (при 1000 – 1200 °C) [6] и в стали 27X16M2B2Ф при 900 – 1150 °C [18]. В целом единого поведения структуры для всех ФМХС в анализируемом диапазоне температур не наблюдается.

Целью работы является исследование влияния температуры нагрева в фазовую область аустенит + δ -феррит на размер аустенитного зерна, размер зерен (областей) δ -феррита и предела текучести экспериментальных ФМХС с разным «исходным» соотношением структурных составляющих мартенсит – δ -феррит.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследования проводили на пяти сталях экспериментального состава, выплавленных в вакуумной индукционной печи, и стали 40X12 промышленной плавки.

Представленные в работе стали отобраны по признаку содержания в них δ -феррита. Они иллюстрируют собой «крайние точки» по содержанию δ -феррита (0 и 100 %) (табл. 1, стали 1 и 5), с минимальным (~ 0 – 1,5 %) содержанием δ -феррита (табл. 1, сталь 2), наиболее часто получаемые значения в сталях с оптимальными механическими свойствами (табл. 1, сталь 3), а также сталь с большим (40 %) содержанием δ -феррита (табл. 1, сталь 4).

Слитки экспериментальных сталей массой 3 кг подвергали горячей ковке на прутки квадратного сечения со стороной ~14 мм. Сталь 40X12 использовалась в виде прутка круглого сечения диаметром 40 мм. Химический состав всех сталей определялся масс-спектрометрическим методом и представлен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав и некоторые характеристики исследованных сталей

Table 1. Chemical composition and some indicators of the studied steels

Сталь	Содержание легирующих элементов, % (по массе)											Значения хромоникелевых эквивалентов		Значения критических точек, °C			Содержание δ-феррита, % (об.)	
	C	Cr	Ni	Si	Mn	Mo	W	V	Nb	Ta	B	Cr-эквивалент	Ni-эквивалент	Ac1	Ac3	Mn	1100*	1250*
I**	0,38	12,1	0,24	0,23	0,51	—	—	—	—	—	—	9,82	9,1	810	870	323	0	0
2	0,13	11,7	0,28	0,48	1,98	0,11	0,06	0,30	—	—	0,004	10,86	4,29	760	880	250	0	1,5
3	0,15	12,2	0,11	0,50	2,80	0,56	1,42	0,17	—	—	0,006	11,97	4,78	780	965	240	2,8	9,8
4	0,11	11,8	0,20	0,21	—	1,70	—	0,12	0,35	—	0,004	11,98	2,92	900	1010	220	40	65
5	0,14	12,3	0,13	0,55	1,33	1,60	2,10	0,31	0,34	0,1	0,004	15,21	5,07	—	—	—	100	100

* Указание на температуру закалки, °C

** В этой стали дополнительно содержится медь в количестве 0,1 % (по массе)

* Указание на температуру закалки, °C

** В этой стали дополнительно содержится медь в количестве 0,1 % (по массе)

Структура и механические свойства сталей во многом определяются соотношением легирующих элементов, способствующих стабилизации либо аустенита (γ-стабилизаторов), либо феррита (α-стабилизаторов). В качестве обобщенных параметров, описывающих это свойство, принято использовать Cr- и Ni-эквиваленты по Шеффлеру [1]. Формулы, используемые для их расчетов, могут быть различны (известны варианты таких формул Шеффлера, Шнейдера, Бидули, Потака, Рагхавана, Юферова и др.). Каждый автор выбирает ту модель, которая дает лучшее совпадение прогнозных значений структурного состава с наблюдаемым. В настоящей работе использован собственный вариант таких формул, найденных экспериментально. В приведенных ниже формулах, использованных для определения эквивалентов, концентрации легирующих элементов, обозначенных их химическими символами, берутся в весовых процентах. Рассчитанные значения Cr- и Ni-эквивалентов приведены в табл. 1. Параметр «обобщенный Cr-Ni-эквивалент = (Cr-эквивалент) – (Ni-эквивалент)» описывает сигмоидальной зависимостью количество δ-феррита в сталях, использованных в проведенных исследованиях, где представлены также данные по всем изучавшимся сталям (более 70) (рис. 1). Значения обобщенных эквивалентов вместе с значениями критических точек Ac1, Ac3, Mn показаны в табл. 1.

$$\begin{aligned} \text{Cr-эквивалент} = & 0,75\text{Cr} + 4,13\text{Al} + 3,75\text{V} + \\ & + 1,5\text{Si} + 1,31\text{Nb} + 1,13\text{Mo} + 1,88\text{Ti} + 0,56\text{W} + \\ & + 0,38\text{Ta} + 0,75\text{Zr} + 1,5\text{Ce}, \text{Y} + 1,157; \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Ni-эквивалент} = & 0,75\text{Ni} + 22,5\text{C} + 18,78\text{N} + \\ & + 0,75\text{Co} + 0,38\text{Mn} + 0,23\text{Cu} - 0,593. \end{aligned}$$

Термическая обработка образцов во всех случаях проводилась в среде аргона. Образцы в ампуле, заполненной

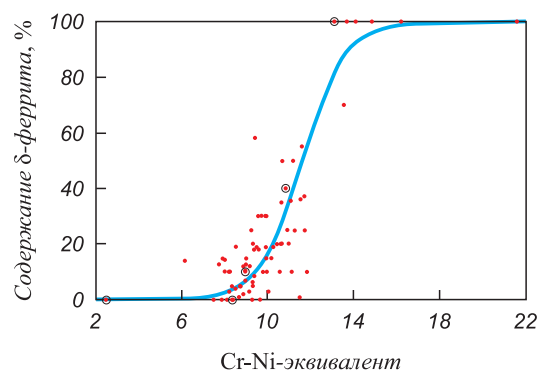


Рис. 1. Связь обобщенного Cr-Ni-эквивалента и количества δ-феррита в экспериментальных сталях (описываемые в данной работе стали выделены кружками)

Fig. 1. Relationship between generalized Cr-Ni-equivalent and amount of δ-ferrite in experimental steels (the steels described in the article are highlighted in circles)

инертным газом, помещали в предварительно разогретую печь. После выдержки 15 мин их закаливали в масло.

Типовой термической обработкой для ферритно-мартенситных сталей исследуемого класса, применяемой для получения требуемого комплекса эксплуатационных свойств, является закалка от температур 1050 – 1120 °С с отпуском при 650 – 780 °С [19]. От тех же температур 1050 – 1120 °С проводят и нормализацию образцов ферритно-мартенситных сталей для определения их структурного класса (по методу Гийе). В настоящем исследовании закалка от температуры 1100 °С с последующим отпуском при 720 °С в течение 2 ч применялась для придания всем образцам однотипного исходного состояния. Именно в этом состоянии определялось содержание δ -феррита в сталях, данные о котором представлены на рис. 1 и в табл. 1 в графе, отвечающей за температуру закалки 1100 °С. Для исследования влияния собственно температуры закалки на структуру опытных сталей образцы подвергались повторному нагреву до температур 900 – 1250 °С, выдержке при этих температурах 15 мин и закалке в масло. Отпуск после повторной закалки на образцах для металлографических исследований не проводился.

Образцы для изучения структуры представляли собой кубики со стороной 6 – 8 мм. Перед приготовлением шлифа с выбранной плоскости удаляли слой металла не менее 0,7 мм. Структуру металла выявляли реактивом Виллелла (слабый раствор соляной, азотной и пикриновой кислот в этиловом спирте) и далее анализировали на микроскопе Axio Lab.A1. Изображения сохраняли в виде электронных документов. Размеры аустенитных зерен (отождествляемые с размерами мартенситных областей) определяли методом секущих. Размеры областей (зерен) δ -феррита почти всегда рассчитывали по измерениям их максимальных диаметров. Эти же данные использовали и для расчета объемной доли δ -феррита.

Для оценки механических свойств из «кубиков» со стороной ~8 мм, подвергнутых закалке, изготавливали цилиндрические образцы диаметром и высотой 5 – 6 мм, после чего их отпускали при 720 °С в течение 2 ч в среде аргона с последующим охлаждением на воздухе. Проводили испытания на сжатие при 20 °С с определением предела текучести.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Типичная структура ФМХС после закалки с различным содержанием δ -феррита и размером зерна мартенсита приведена на рис. 2.

Анализ структуры сталей в зависимости от температуры нагрева под закалку показывает, что для всех сталей в интервале температур 950 – 1175 °С наблюдается ожидаемый рост аустенитного зерна. Однако во всех сталях с исходными ферритно-мартенситной и мартенситной

структурами (кроме стали 40X12) при дальнейшем увеличении температуры картина меняется – размеры образующегося аустенитного зерна начинают уменьшаться. Одновременно с этим возрастает количество δ -феррита (рис. 3). Такое поведение характерно для сталей 2 – 4.

Такой эффект наблюдается только в том случае, если в стали при данной температуре нагрева начинает появляться δ -феррит (сталь 2), его количество начинает резко возрастать (стали 3, 4). Так, в стали 2 δ -феррит не обнаруживается металлографическим методом после закалки от 1100 °С, что позволило отнести эту сталь к мартенситному классу. Однако он начинает фиксироваться при температурах нагрева 1200 °С и выше и этому сопутствует измельчение образующегося аустенитного зерна (рис. 3, а).

В стали 1 (марка 40X12) после нагрева до любых (из исследованных) температур δ -феррит не обнаруживается. В этой стали наблюдается классический непрерывный рост аустенитного зерна с увеличением температуры нагрева под закалку от 950 до 1250 °С (рис. 3, б). В однофазных сталях (сталь 5 со 100 % феррита или аустенитная сталь 08X18H10T) эффекта измельчения зерна с ростом температуры нагрева не наблюдается (рис. 3, в, г).

Дельта-феррит, являясь температурно-устойчивой формой железа, не подвергается полиморфным превращениям при нагреве, в отличие от мартенсита, являющегося основной структурной составляющей ФМХС при комнатной температуре. В этом отношении δ -феррит мог бы являться той фазой, которая служила бы «механическим» препятствием для роста аустенитных зерен. Однако сопоставление расстояния между объемами δ -феррита («межферритного расстояния») и размерами образующегося при этом аустенитного зерна (рис. 4) такое предположение не подтверждает (рис. 5) (в противном случае точки на рис. 5 располагались бы вдоль сплошной линии, проведенной под углом 45° к осям координат).

Описываемая последовательность изменения размера аустенитного зерна в сталях 2 – 4 и характеристик δ -феррита в зависимости от температуры закалки не зависит от исходного состояния ОЦК-фазы, предшествующей нагреву (мартенсит закалки или феррит от изотермического превращения). Так, в стали 3 изотермическими закалками при 650 – 680 °С и выдержкой 350 – 500 ч была сформирована полностью ферритная структура (смесь α - и δ -феррита) с некоторым количеством (~0,3 %) первичных карбидов, выделяющихся на первой стадии изотермического распада переохлажденного аустенита. Последующие опыты, проведенные на стали с такой структурой, дают аналогичную зависимость размера аустенитного зерна от температуры, как и на стали с исходной структурой мартенсит + δ -феррит (рис. 3, а).

Необычная зависимость структуры от температуры нагрева поставила вопрос об обратимости наблюдаемых изменений. Для исследования были проведены

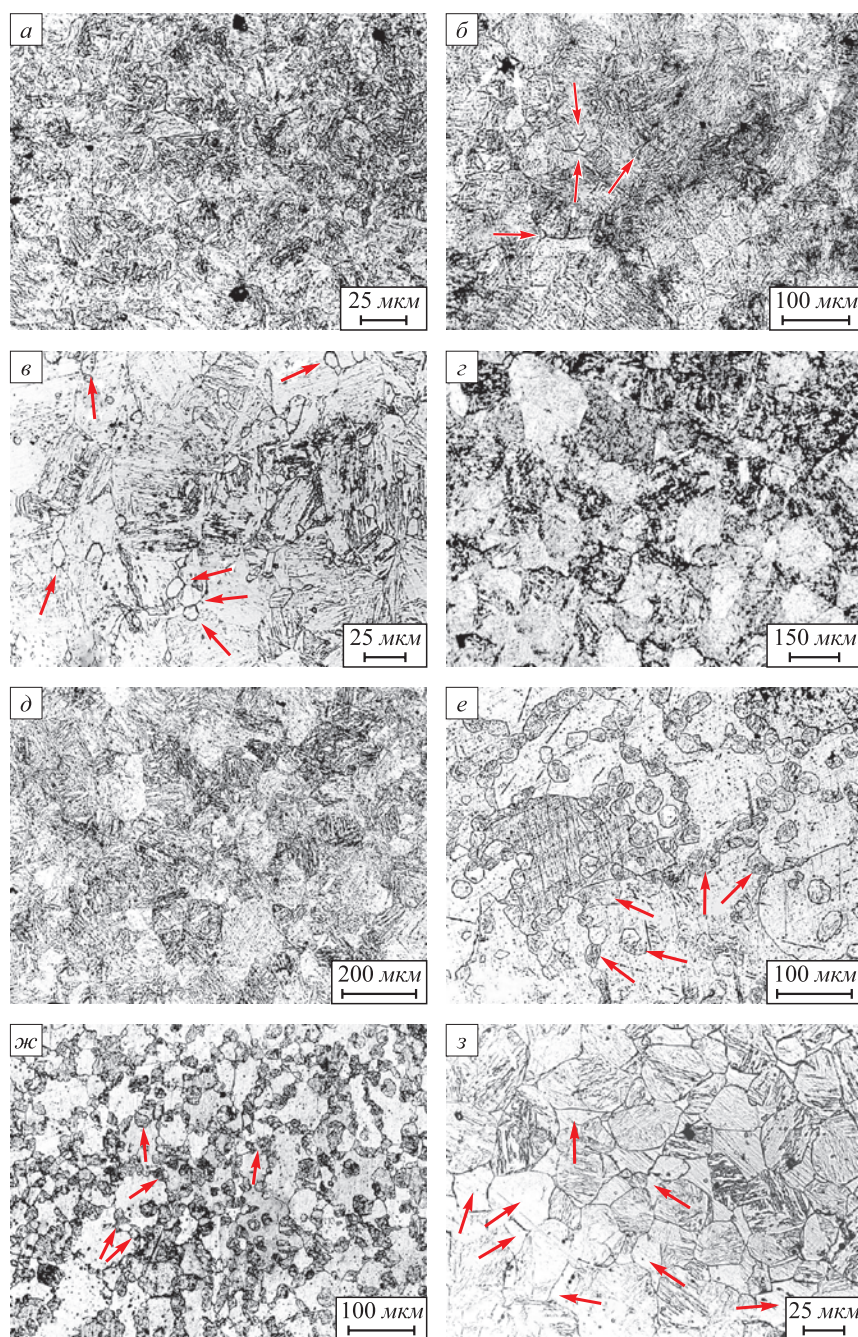


Рис. 2. Структуры ФМХС после термической обработки:
а, б – сталь 1 (мартенсит); в, г – сталь 2 (после закалки от 1100 °С – мартенсит, после закалки от 1250 °С – мартенсит + δ-феррит – указан стрелками); д, е – сталь 3 (мартенсит + δ-феррит – указан стрелками); ж, з – сталь 4 (δ-феррит + мартенсит – указан стрелками);
а, в, д, ж – закалка от 1100 °С; б, г, е, з – закалка от 1250 °С

Fig. 2. Structures of FMHS after heat treatment:
а, б – steel 1 (martensite); в, г – steel 2 (after quenching from 1100 °С – martensite; after quenching from 1250 °С – martensite + δ-ferrite – indicated by arrows); д, е – steel 3 (martensite + δ-ferrite – indicated by arrows); ж, з – steel 4 (δ-ferrite + martensite – indicated by arrows);
а, в, д, ж – quenching from 1100 °С; б, г, е, з – quenching from 1250 °С

двухступенчатые опыты с нагревами в высокотемпературную область стали 3:

- первые нагревы до 1200 – 1250 °С – для формирования условно большого количества δ-феррита (~9 %);
- вторые нагревы – до типовых температур закалки 1080 – 1110 °С, при которых количество δ-феррита в сталях значительно меньше (~3 %).

Результаты таких опытов показали, что повторные нагревы в область, где содержание δ-феррита должно быть небольшим (с выдержкой в этой области до 3 ч), не приводят к восстановлению значений как содержания, так и размеров «областей» δ-феррита до значений, характерных для «низкой» температуры (табл. 2): в стали продолжает наблюдаться 6 – 8 % δ-феррита.

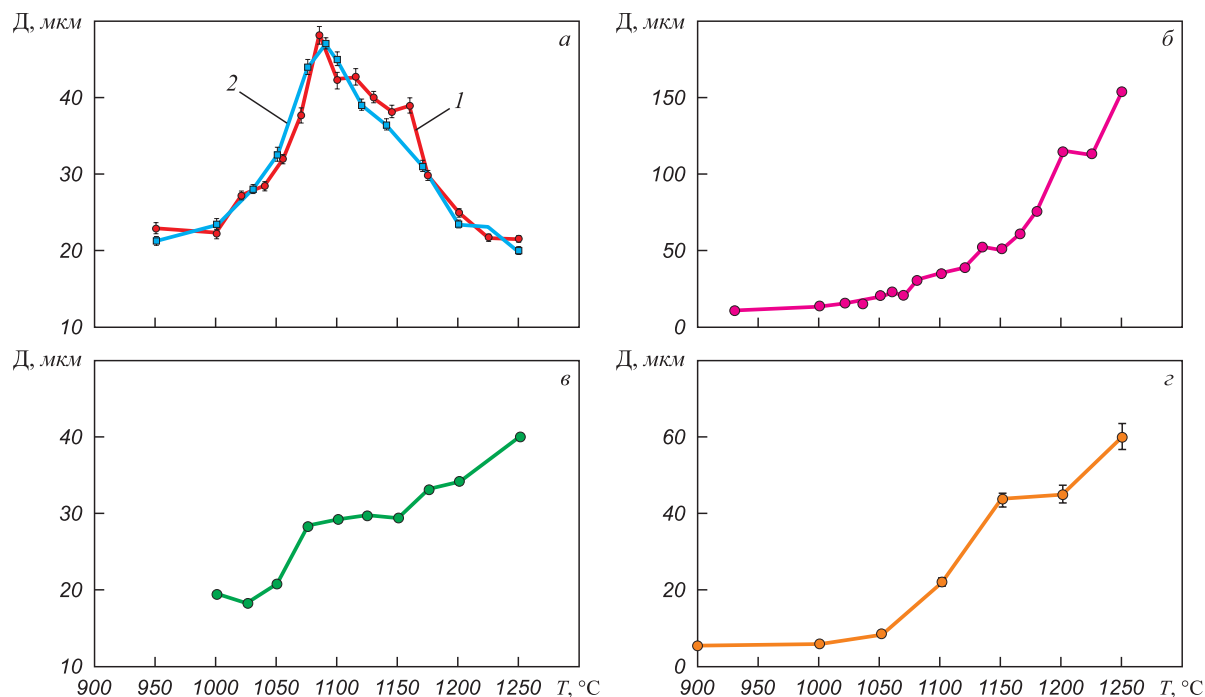


Рис. 3. Зависимость размера зерна аустенита от температуры нагрева в сталях:
а – сталь 3 (1, 2 – с исходной структурой δ -феррит + мартенсит и δ -феррит + α -феррит соответственно);
б – сталь 1; в – зерна феррита в стали 5; г – 08X18N10T

Fig. 3. Dependence of grain size of austenite in steels on heating temperature:
а – steel 3 (1, 2 – with the initial structure δ -ferrite + martensite and δ -ferrite + α -ferrite, respectively);
б – steel 1; в – ferrite grains in steel 5; г – 08Kh18N10T

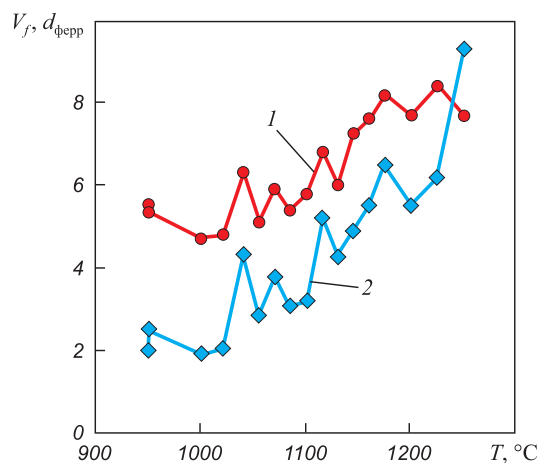


Рис. 4. Размеры ($d_{\text{ферр}}$), мкм (1) и количество (V_f), % (об.) (2) «областей» δ -феррита в стали 3

Fig. 4. Dimensions (d_{ferr}), μm (1) and number (V_f), vol.% (2) of “regions” of δ -ferrite in steel 3

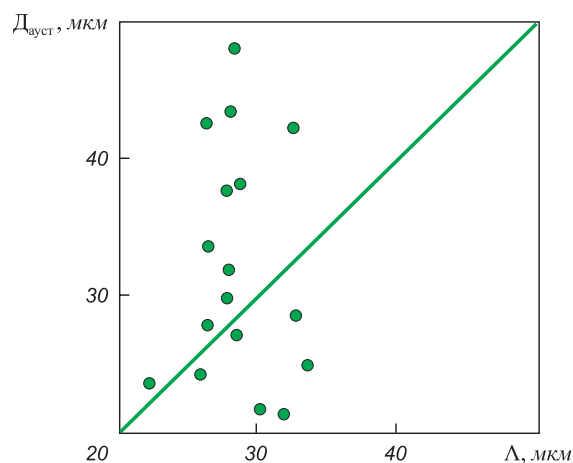


Рис. 5. Взаимное соответствие размеров зерна аустенита ($D_{\text{ауст}}$) и расстояния между объемами δ -феррита (Λ)

Fig. 5. Relationship between grain sizes of austenite (D_{aust}) and distance between the volumes of δ -ferrite (Λ)

Однако характеристики областей мартенсита (изначально, при высокой температуре, им соответствовали области аустенита) после повторных закалок от более низких температур стремятся к своим исходным значениям. Как и при однофазовых закалках, размеры мартенситных областей (зерен мартенсита) после двухступенчатых закалок плохо коррелируют с расстоянием между областями δ -феррита.

Наблюдения, описывающие изменения количества δ -феррита с ростом температуры нагрева в области температур выше 1080°C , могут отражать особенности «перемещения» точки, соответствующей химическим составам сталей на диаграммах фазового состояния. На рис. 6 приведены варианты фазовых диаграмм для сталей с 12 – 16 % Cr систем Fe – 12 % Cr – C и Fe – 16 % Cr – 2 % Ni – C [9 – 10]. Экспериментально

Характеристики областей феррита и мартенсита в стали 3 после двойных закалок

Table 2. Characteristics of ferrite and martensite regions in steel 3 after double quenching

Характеристика*	Параметры первичной закалки					
	1250 °С – 15 мин			1225 °С – 15 мин		1100 °С – 15 мин
	Параметры повторной закалки					
	без повторной закалки	1100 °С – 15 мин	1100 °С – 3 ч	без повторной закалки	1100 °С – 15 мин	без повторной закалки
% δ-феррита	9,6 ± 3,10	5,85 ± 0,75	8,0 ± 1,00	6,2 ± 2,40	5,9 ± 1,80	2,8 ± 0,10
$d_{\text{ферр}}$, мкм	7,7 ± 0,56	9,90 ± 0,31	11,2 ± 0,21	8,4 ± 0,26	7,3 ± 0,15	5,8 ± 0,13
$d_{\text{март}}$, мкм	19,6 ± 0,57	34,10 ± 0,69	42,9 ± 0,96	21,6 ± 0,40	40,7 ± 0,60	42,2 ± 1,10
$\lambda_{\text{ферр}}$, мкм	22,2	47,1	32,5	30,1	26,6	32,4

* $d_{\text{ферр}}$ – размеры областей δ-феррита; $d_{\text{март}}$ – размеры областей мартенсита; $\lambda_{\text{ферр}}$ – расстояние между областями δ-феррита

построенные фазовые диаграммы для сталей с более сложным легирующим комплексом, которым обладают современные ФМХС, не найдены, а диаграммы, построенные программами синтеза фазовых областей типа TemoCalc, не представляются в достаточной степени достоверными. На представленных диаграммах матовой вертикальной линией выделена область с характерным для исследуемых ФМХС содержанием углерода. Из приведенных диаграмм следует два вывода:

– с повышением температуры нагрева в составе сталей может появляться (если при более низких температурах нагрева его не наблюдали) или нарастать количество δ-феррита, это определяется положением и наклоном линии, разграничивающей область δ + γ с областью существования только фазы γ;

– с повышением легированности сталей область сосуществования δ + γ наблюдается при все более низких температурах и расширяется до все больших содержаний углерода. Видимо, этот эффект и проявляется в опытах, проведенных в настоящей работе.

Анализ предела текучести сталей, измеренный при 20 °C, в зависимости от температуры нагрева показывает, что повышение количества δ-феррита в структуре при увеличении температуры закалки от 1200 °C и выше вызывает снижение характеристики $\sigma_{0,2}^{20}$ (рис. 7).

Разница в характеристиках прочности определяется двумя факторами:

– измельчение зерна должно вызывать упрочнение сталей в соответствии с законом Петча-Холла [20]:

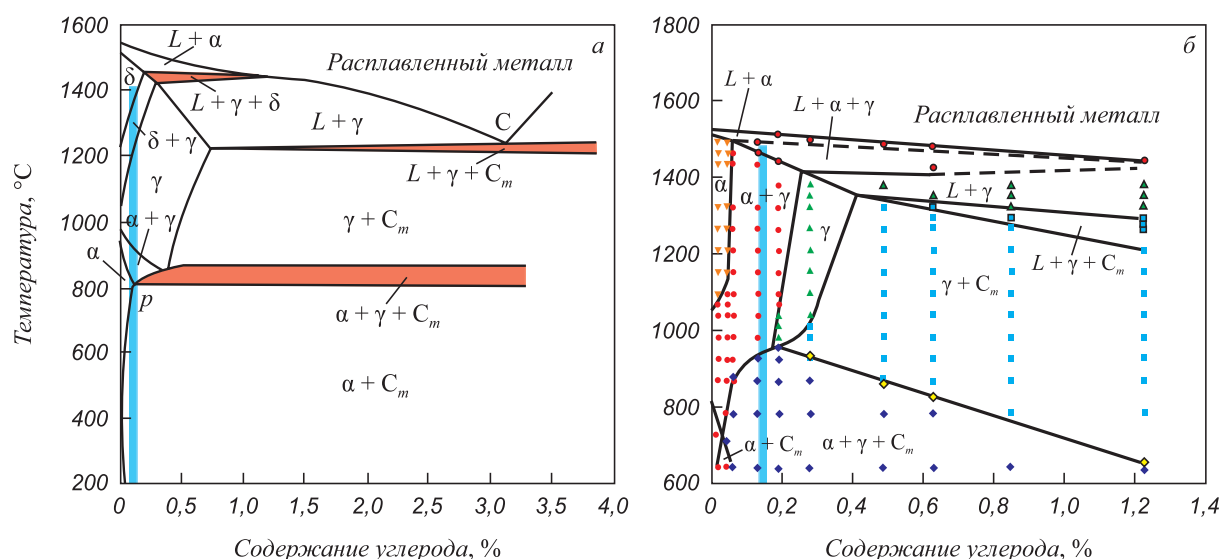


Рис. 6. Диаграммы фазового равновесия системы Fe – 12 % Cr – C (а) и Fe – 16 % Cr – 2 % Ni – C (б) (обозначение C_m на рисунках указывает на образование карбидов)

Fig. 6. Phase equilibrium diagrams of the systems Fe – 12 % Cr – C (а) and Fe – 16 % Cr – 2 % Ni – C (б) (C_m indicates the formation of carbides)

$$\Delta\sigma \sim \frac{K_y}{\sqrt{D_{\text{зерна}}}},$$

где K_y – постоянная Петча-Холла; $D_{\text{зерна}}$ – размер зерна;
– увеличение количества δ -феррита в структуре стали должно снижать ее прочность:

$$\Delta\sigma \sim (1 - kV_f^n),$$

где k , n – константы; V_f – объемная доля феррита [20], так как предел текучести феррита примерно в два раза ниже предела текучести мартенсита того же состава, как это было показано в работе [21].

Снижение прочности свидетельствует о том, что в данных условиях испытаний упрочнение от уменьшения размера зерна аустенита – это более слабый фактор, чем разупрочнение от нарастания количества δ -феррита. Связь измеряемых характеристик ($\sigma_{0,2}^{20}$, V_f , $D_{\text{зерна}}$) в этом температурном интервале (1175 – 1250 °C) можно описать общим уравнением

$$\sigma_{0,2}^{20} = 201V_f^{0,053} D_{\text{зерна}}^{0,41}.$$

Описанные выше явления свидетельствуют о том, что количество δ -феррита, содержание которого может являться браковочным признаком для промышленных ФМХС, можно уменьшать в некоторых пределах, снижая температуру нагрева под закалку и одновременно увеличивая время выдержки при этой температуре. Это может быть реализовано как на этапе гомогенизирующих отжигов, так и на этапе заключительной термической обработки по типу «закалка + отпуск».

Выводы

В жаропрочных высокохромистых сталях с мартенситно-ферритной структурой размер мартенситного зерна с ростом температуры нагрева ведет себя не монотонно: при нагреве на температуры 1200 °C и выше он уменьшается. В структуре при этом повышается содержание δ -феррита.

В ФМХС δ -феррит образуется не только в высокотемпературной области диаграммы фазового равновесия (в интервале температур кристаллизации), но и значительно ниже – вплоть до типовых температур нагрева под закалку таких сталей.

Повышение содержания δ -феррита в ФМХС при температурах закалки 1200 °C и выше приводит к снижению предела текучести таких сталей при 20 °C, несмотря на измельчение аустенитного зерна.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Калинин Б.А., Платонов П.А., Тузов Ю.В., Чернов И.И., Штромбах Я.И. *Физическое материаловедение. Т. 6.*

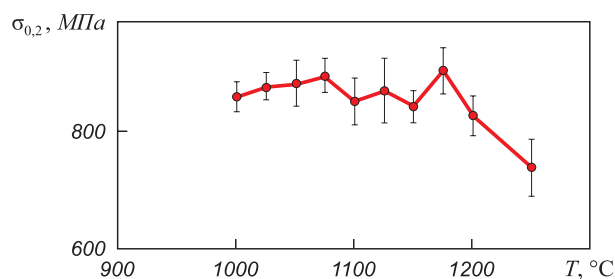


Рис. 7. Зависимость предела текучести стали 3 при испытании на сжатие при 20 °C в зависимости от температуры нагрева под закалку

Fig. 7. Dependence of yield strength of steel 3 during compression test at 20 °C depending on heating temperature for quenching

Конструкционные материалы ядерной техники. Москва: НИЯУ МИФИ; 2012:736.

Kalin B.A., Platonov P.A., Tuzov Yu.V., Chernov I.I., Shtrombach Ya.I. *Physical Materials Science. Vol. 6. Structural Materials of Nuclear Technology.* Moscow: National Research Nuclear University MEPhI; 2012:736. (In Russ.).

2. Escobar J.D., Faria G.A., Maia E.L., Oliveira J.P., Boll T., Seils S., Mei P.R., Ramirez A.J. Fundamentals of isothermal austenite reversion in a Ti-stabilized 12Cr – 6Ni – 2Mo super martensitic stainless steel: Thermodynamics versus experimental assessments. *Acta Materialia*. 2019;174:246–259. <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.05.026>
3. Bettanini A.M., Ding L., Mithieux J.-D., Parrens C., Idrissi H., Schryvers D., Delannay L., Pardoën T., Jacques P.J. Influence of $M_{23}C_6$ dissolution on the kinetics of ferrite to austenite transformation in Fe-11Cr-0.06C stainless steel. *Materials and Design*. 2019;162:362–374. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.005>
4. Оленин М.И., Павлов В.Н., Быковский Н.Г., Осипова И.С., Башаева Е.Н., Гусельникова Т.М., Прийма Т.А. Влияние гомогенизации на хладостойкость высокопрочной коррозионно-стойкой стали марки 07X16H4B. *Вопросы материаловедения*. 2009;2(58):33–37.
- Olenin M.I., Pavlov V.N., Bykovskii N.G., Osipova I.S., Bashaeva E.N., Gusel'nikova T.M., Priimina T.A. Effect of homogenization on the cold resistance of high-strength corrosion-resistant steel 07Kh16N4V. *Voprosy materialovedeniya*. 2009;2(58):33–37. (In Russ.).
5. Бережко Б.И., Оленин М.И., Горынин В.И., Стольный В.И. Повышение сопротивления хрупкому разрушению высокохромистых сталей мартенситного и мартенситно-ферритного классов за счет гомогенизирующего отжига. *Вопросы материаловедения*. 2016;3(87):7–13.
- Berezhko B.I., Olenin M.I., Gorynin V.I., Stol'nyi V.I. Increasing resistance of high-chromium martensitic and ferritic-martensitic steels to brittle fracture by homogenizing. *Voprosy materialovedeniya*. 2016;3(87):7–13. (In Russ.).
6. Козлов П.Ю., Скоробогатых В.Н., Щенкова И.А., Дуб В.К., Астахов М.В. Влияние углерода на структуру и свойства жаропрочных 9 %-ных хромистых сталей. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2011;54(3):48–51.
- Kozlov P.Yu., Skorobogatykh V.N., Shchenkova I.A., Dub V.K., Astakhov M.V. Influence of carbon on structure and properties of high-temperature steels with 9% of chromium. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2011;54(3):48–51. (In Russ.).

7. Кудрявцев А.С., Охупкин К.А., Маркова Ю.М. Влияние технологических параметров горячей прокатки на структуру и свойства 12 %-ной хромистой стали. *Металлург.* 2018;(10):48–53.
Kudryavtsev A.S., Okhapkin K.A., Markova Yu.M. Influence of technological parameters of hot rolling on the structure and properties of 12 %-Cr steel. *Metallurg.* 2018;(10): 48–53. (In Russ.).
8. Eliniyaz Z., Zhang L., Suna F., Shen Y., Shan A. Microstructural evolution of delta ferrite in SAVE12 steel under heat treatment and short-term creep. *Materials Characterization.* 2012;73:144–152.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2012.08.009>
9. Оленин М.И., Каштанов А.Д., Романов О.Н., Махорин В.В. Влияние гомогенизирующего отжига на снижение содержания δ -феррита в высокопрочной высокохромистой стали мартенситного класса марки 07X15H5Д4Б, полученной методом селективного лазерного сплавления. *Вопросы материаловедения.* 2021;2(106):47–54.
Olenin M.I., Kashtanov A.D., Romanov O.N., Makhorin V.V. Influence of homogenizing annealing on the reduction of δ -ferrite content in high-strength high-chromium martensitic steel grade 07Kh15N5D4B obtained by selective laser alloying. *Voprosy materialovedeniya.* 2021;2(106):47–54. (In Russ.).
10. Чернявская С.Г., Красникова С.Н., Сулименко А.В. Изменение дельта-феррита в стали 1X16H3Б при гомогенизации. *Металловедение и термическая обработка металлов.* 1972;(9):66–67.
Chernyavskaya S.G., Krasnikova S.N., Sulimenko A.V. Change of delta ferrite in steel 1Kh16N3B during homogenization. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov.* 1972;(9):66–67. (In Russ.).
11. Корнеев Е.А., Громов А.Ф., Киселев А.М. Влияние дельта-феррита на свойства мартенситных сталей. *Металловедение и термическая обработка металлов.* 2013;698(8):46–50.
Korneev E.A., Gromov A.F., Kiselev A.M. Effect of delta ferrite on the properties of martensitic steels. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov.* 2013;698(8):46–50. (In Russ.).
12. Kuper M.W., Alexandrov B.T. Retention of delta ferrite in the heat-affected zone of Grade 91 steel dissimilar metal welds. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019;50(6): 2732–2747. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05182-4>
13. Niessen F., Tiedje N.S., Hald J. Kinetics modeling of delta-ferrite formation and retainment during casting of supermartensitic stainless steel. *Materials and Design.* 2017;118: 138–145. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.01.026>
14. Ji Y.P., Li Y.M., Zhang M.X., Qu W., Zhao T.X., Ren H.P. Grain refinement mechanism of the δ -ferrite in steels through cerium addition. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2020;51:1707–1718.
<https://doi.org/10.1007/s11661-020-05645-z>
15. Zhou X., Liu Y., Qiao Z., Guo Q., Liu C., Yu L., Li H. Effects of cooling rates on ferrite-austenite formation and martensitic transformation in modified ferritic heat resistant steel. *Fusion Engineering and Design.* 2017;125:354–360.
<https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2017.05.095>
16. Saini N., Mulik R.S., Mahapatra M.M., Kannan R., Sharma N.K., Li L. Dissolution of δ -ferrite and its effect on mechanical properties of P92 steel welds. *Materials Science and Engineering: A.* 2020;796:139370.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139370>
17. Chen K., Yan J., Li N., Luo M., Shi H., Zhu X., Liu Y., Zhao X., Zhang R. The effect of the annealing temperature on the damping capacity under constant prestress, mechanical properties and microstructure of an Fe-11Cr-2.5Mo-0.1 Zr-1.0Ni forged damping alloy. *Journal of Alloys and Compounds.* 2020;815:152429.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152429>
18. Zheng S., Yuan X., Gong X., Le T., Ravindra A.V. Hot deformation behavior and microstructural evolution of an Fe-Cr-W-Mo-V-C steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019;50(5):2342–2355.
<https://doi.org/10.1007/s11661-019-05162-8>
19. Бобков В.П., Румянцев В.Н., Соловьев В.А., Тарасиков В.П. *Справочник по свойствам материалов для перспективных реакторных технологий. Том 5. Свойства реакторных сталей и сплавов.* Москва: ИздАТ; 2014:584.
Bobkov V.P., Rumyantsev V.N., Solov'ev V.A., Tarasikov V.P. *Handbook on the Properties of Materials for Advanced Reactor Technologies. Vol. 5. Properties of Reactor Steels and Alloys.* Moscow: Izdat; 2014:584. (In Russ.).
20. Штремель М.А. *Прочность сплавов. Ч. 2. Деформация.* Москва: МИСиС; 1997: 527.
Shtremel' M.A. *Alloy Strength. Part 2. Deformation.* Moscow: MISIS; 1997:527. (In Russ.).
21. Беломятцев М.Ю., Образцов С.М., Моляров А.В. О соотношении жаропрочности и содержания феррита в 12 %-ных хромистых сталях с ферритно-мартенситной структурой. *Металлург.* 2017;(9):46–51.
Belomytsev M.Yu., Obraztsov S.M., Molyarov A.V. Effect of ferrite content on high temperature strength of ferritic-martensitic steels with 12% Cr. *Metallurg.* 2017;(9):46–51. (In Russ.).

Сведения об авторе

Михаил Юрьевич Беломятцев, д.т.н., профессор кафедры металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: myubelom@yandex.ru

Information about the Author

Mikhail Yu. Belomytsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Metallography and Physics of Strength", National University of Science and Technology "MISIS"

E-mail: myubelom@yandex.ru

Поступила в редакцию 29.09.2022
После доработки 30.12.2022
Принята к публикации 30.12.2022

Received 29.09.2022
Revised 30.12.2022
Accepted 30.12.2022



УДК 621.785:669.14.018.29

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-177-183



Оригинальная статья

Original article

СТРУКТУРНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ WC – Co ПОСЛЕ ИМПУЛЬСНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ

Г. И. Бровер[✉], Е. Е. Щербакова

Донской государственный технический университет (Россия, 344002, Ростов-на-Дону, пл. Гагарина, 1)

✉ brover@mail.ru

Аннотация. Приведены результаты металлофизических исследований эффектов структурообразования в поверхностных слоях твердых сплавов системы WC–Co при экстремальном термомеханическом воздействии импульсного лазерного излучения. Структурная организация и свойства твердых сплавов VK6, VK8, VK10 при обработке с плотностью мощности излучения 175 МВт/м² определяются состоянием зон, формирующихся вокруг включений карбидов вследствие появления на границах композиции карбид – связка напряжений разного рода, в том числе термострикционных и фазовых. Результатом является растворение пограничных зон карбидов за счет контактного плавления, что сопровождается взаимным массопереносом атомов на границах в системе карбид – связка с возможным формированием тонкой супертвердой оболочки. Эти процессы позволяют создавать в твердых сплавах композиции с набором дифференцированных свойств, задаваемых варьируемыми параметрами процесса лазерной обработки и составом исходных материалов. Показано, что после лазерного легирования с плотностью мощности излучения 200 МВт/м² появляющиеся в поверхностных слоях твердых сплавов с покрытиями (кобальтовыми, никелевыми) температурные градиенты и термические напряжения способствуют конвективному перемешиванию расплавленных компонентов покрытий и их проникновению в твердый сплав на глубину более 20 мкм. Одновременно, несмотря на чрезвычайно малое время лазерного импульса (10^{–3} с), в облученных зонах возможен массоперенос атомов вольфрама, углерода, титана от подплавленных пограничных зон карбидов в прилежащие зоны связки с их упрочнением. После высокотемпературного лазерного нагрева карбиды, в отличие от исходных, приобретают глобулярную форму зерен, происходит их диспергирование, в пограничных со связкой локальных зонах изменяются стехиометрические характеристики (формируется сложный карбид Co_xW_yC_z). В результате перечисленных процессов повышается вязкость поверхностных слоев твердых сплавов и работоспособность облученных изделий. По сравнению с необлученными образцами твердого сплава прочность повышается на 15 %, вязкость и долговечность – на 30 – 40 %.

Ключевые слова: лазерное облучение, твердые сплавы, структура, свойства

Для цитирования: Бровер Г.И., Щербакова Е.Е. Структурная организация и свойства поверхностных слоев твердых сплавов системы WC – Co после импульсной лазерной обработки. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):177–183.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-177-183>

STRUCTURAL ORGANIZATION AND PROPERTIES OF SURFACE LAYERS OF WC–Co HARD ALLOYS AFTER PULSED LASER PROCESSING

G. I. Brover[✉], E. E. Shcherbakova

Don State Technical University (1 Gagarin Sqr, Rostov-on-Don 344002, Russian Federation)

✉ brover@mail.ru

Abstract. The article presents the metal-physical studies results of the structure formation effects in surface layers in the hard alloys of the WC–Co system under extreme thermal and deformation effects of pulsed laser radiation. It is shown that the structural organization and properties of hard alloys VK6, VK8, VK10 upon radiation treatment with a power density of 175 MW/m² are determined by state of the zones which are formed around carbide inclusions due to the various kinds of stresses appearance at the “carbide-bond” composition boundaries, including thermosensitive and phase stresses. The result is dissolution of the carbides boundary zones due to contact melting, which is accompanied by mutual mass transfer of atoms at the boundaries in the “carbide-bond” system with the possible formation of a thin amorphous-like super hard shell. These processes make it possible to create compositions in hard alloys with a set of differentiated properties specified by varying the laser treatment process parameters and composition of the starting materials. After laser alloying with a radiation power density of 200 MW/m², temperature gradients and thermal stresses appearing in the surface layers of hard alloys with coatings (cobalt, nickel) contribute to convective mixing of the molten coating components and

their penetration into the hard alloy to a depth of more than 20 μm . Simultaneously, despite the extremely short laser pulse time (10^{-3} s), mass transfer of tungsten, carbon and titanium atoms from the melted boundary zones of carbides to the adjacent bond zones with their hardening is possible in the irradiated zones. It was established that after high-temperature laser heating, carbides, in contrast to the initial ones, achieve a globular shape of grains. They are dispersed, and stoichiometric characteristics change in the local zones bordering the bond (the complex type carbide $\text{Co}_x\text{W}_y\text{C}_z$ is formed). As a result, due to these processes, the surface layers' viscosity of hard alloys and the irradiated products performance increase. Compared to non-irradiated samples of hard alloy, the ultimate strength increases by 15 %, strength and durability – by 30 – 40 %.

Keywords: laser irradiation, hard alloys, structure, properties

For citation: Brover G.I., Shcherbakova E.E. Structural organization and properties of surface layers of WC–Co hard alloys after pulsed laser processing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):177–183. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-177-183>

ВВЕДЕНИЕ

В современном производстве широко применяются высокоэффективные твердые сплавы, которые сочетают высокую твердость, прочность и отсутствие адгезионного взаимодействия в контакте с металлами при трении, что является их основным преимуществом перед другими инструментальными материалами [1 – 3].

В процессе эксплуатации в изделиях из твердых сплавов возникают напряжения и деформации. Они складываются с внутренними термическими напряжениями, уже имеющимися в деталях машин и инструменте, что часто приводит к их преждевременному разрушению [4 – 6].

Повысить эксплуатационные характеристики и, тем самым, увеличить долговечность изделий из твердых сплавов можно путем применения методов высокоэнергетической обработки поверхностных слоев, изменяющих их состав и структуру [7 – 10].

Следует отметить, что эти процессы изучены недостаточно полно, что связано со сложностью структурных превращений при скоростной термической обработке и необходимостью изыскания возможностей уменьшения хрупкости поверхностных слоев твердых сплавов, то есть повышения их надежности при эксплуатации.

Наибольшей перспективностью в этом плане обладает способ легирования поверхностных слоев твердых сплавов с использованием лазерного нагрева, при котором высокая плотность мощности лазерного излучения используется для расплавления предварительно нанесенных на поверхность изделий покрытий и тонкого слоя расположенной под ними подложки. В этих условиях появляется возможность получения широкого диапазона химических и микроструктурных состояний вследствие резкого охлаждения из жидкой фазы. Среди возможных типов микроструктур могут присутствовать обширные области твердых растворов, метастабильные кристаллические фазы и металлические стекла.

С целью выяснения причин повышения свойств при лазерном воздействии и оценки технологических перспектив лазерной обработки и легирования твердых сплавов в настоящей работе проведен цикл экспериментов по их облучению и определению основных структурных изменений.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В настоящей работе поверхностной лазерной обработке подвергали твердые сплавы ВК6, ВК8, ВК10. Импульсное лазерное облучение проводили на технологической установке Квант-16. Изменение энергии излучения, степени расфокусировки луча (3 – 6 мм), длительности излучения ($1 \div 6 \cdot 10^{-3}$ с) позволило варьировать плотность мощности излучения в широком диапазоне (70 – 250 МВт/м²). Определение фазового состава и изучение структуры материалов после лазерной обработки осуществляли с использованием сканирующей зондовой микроскопии, дифрактометрического и дюрметрического анализов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Металлофизические исследования в настоящей работе проводили на образцах твердых сплавов, в состав которых входили карбиды вольфрама WC и кобальтовая связка.

Для определения режимов лазерной обработки твердых сплавов использовали программу расчета MathCAD. Принимали следующие требования к качеству облученной поверхности и к изменениям в исходной структуре: не должно происходить значительного нарушения исходной микрогеометрии поверхности образца и появления сетки микротрещин; карбидные зерна и кобальтовая связка должны быть оплавлены на глубину примерно 2 мкм.

Установлено, что лазерное облучение твердых сплавов необходимо проводить с плотностью мощности 175 – 200 МВт/м².

Использовали два варианта лазерной обработки. В первом случае поверхность твердых сплавов для увеличения поглощательной способности покрывали тонким слоем пекового лака и облучали с плотностью мощности 175 МВт/м². Во втором случае на образцы наносили никелевое или кобальтовое порошковое или гальваническое покрытие, облучали с плотностью мощности 200 МВт/м², то есть проводили лазерное легирование поверхностных слоев твердых сплавов.

Исследования строения твердого сплава ВК8 до и после лазерной обработки без легирования с использованием сканирующего зондового микроскопа (СЗМ), работающего в режиме атомно-силовой микроскопии

(рис. 1, а, б), позволили установить, что после лазерной обработки происходит сглаживание рельефа поверхности образцов.

Высота рельефа, определяемая размерами зерен карбидной фазы, уменьшилась после облучения до 100 – 250 нм (рис. 1, б) при исходных значениях 150 – 400 нм (рис. 1, а). Это свидетельствует об оплавлении зерен карбидов и возможных структурных изменениях в поверхностных слоях твердых сплавов при лазерной обработке.

С целью расширения представлений о процессах структурообразования при лазерном облучении твердого сплава ВК8 проведены рентгеновские исследования, которые выявили присутствие на дифрактограммах рефлексов следующих фаз (рис. 1, в, кривая 2): карбида вольфрама (WC), метастабильного карбида вольфрама (W_2C) и небольшого количества двойных карбидов $Co_xW_yC_z$.

Следует отметить, что формирующийся при лазерной обработке карбид вольфрама W_2C , имеющий более высокую твердость, чем исходный карбид WC (29,4 и 24 ГПа) [10 – 12], способствует упрочнению поверхностных слоев облученного твердого сплава.

Зафиксированное на дифрактограммах образование сложных карбидов $Co_xW_yC_z$, а также определенное при СЗМ исследованиях изменение размеров зерен карбидов свидетельствуют о возможном протекании при лазерной обработке нетривиальных процессов структурообразования на границах фаз в композиции карбид – связка.

Изучена структурная организация локальных зон на границах карбидов с кобальтовой связкой, формирующихся при высокотемпературном воздействии импульсного лазерного излучения и имеющих высокую дисперсность строения, повышенную твердость и износостойкость. Образование этих зон связано с формированием при лазерном оплавлении поверхности оболочки жидкого сплава вокруг карбидов, способствующей ускоренному массопереносу атомов углерода и легирующих элементов из карбидов в прилегающий слой связки. Результатом этого процесса является формирование упомянутых выше двойных карбидов.

Анализ изменений микроструктуры поверхностных слоев твердых сплавов после лазерного облучения показал, что в кобальтовой связке происходят превращения мартенситного типа, переход связующего кобальта из кубической в гексагональную модификацию с соответствующим повышением деформационных характеристик.

Установлено, что при лазерной обработке с оплавлением происходит диспергирование исходных карбидной и связующей фаз, увеличивается удельная поверхность межфазных границ карбид – карбид и карбид – связка, протекают превращения в кобальтовой связке.

Одним из путей повышения уровня вязкости поверхностных слоев твердых сплавов является увеличение доли кобальтовой или никелевой связующей фазы в поверхностных слоях. Например, увеличение количества кобальта с 3 до 30 % повышает вязкость твердых сплавов с $1,3 \cdot 10^{-4}$ до $5,0 \cdot 10^{-4}$ Дж/м² [11].

Лазерную обработку твердых сплавов с использованием насыщающих обмазок и покрытий проводили по пути их микроструктурного проектирования, то есть формирования на поверхности композиций различных материалов, которые могут обеспечить требуемые эксплуатационные свойства. При этом учитывалось, что мелкозернистые, дисперсные состояния, а также микроструктуры (в которых в максимальной степени реализуются процессы торможения, отклонения, ветвления и взаимодействия трещин) являются наиболее перспективными для формирования высокопрочных состояний с гарантированным запасом вязкости в поверхностных слоях материалов [13 – 16].

Легирование поверхностных слоев кобальтом или никелем проводили с целью уменьшения микронапряжений в твердом сплаве. При впавлении металлической связки (кобальта или никеля) существенно уменьшается пористость образцов как по размеру, так и по количеству пор.

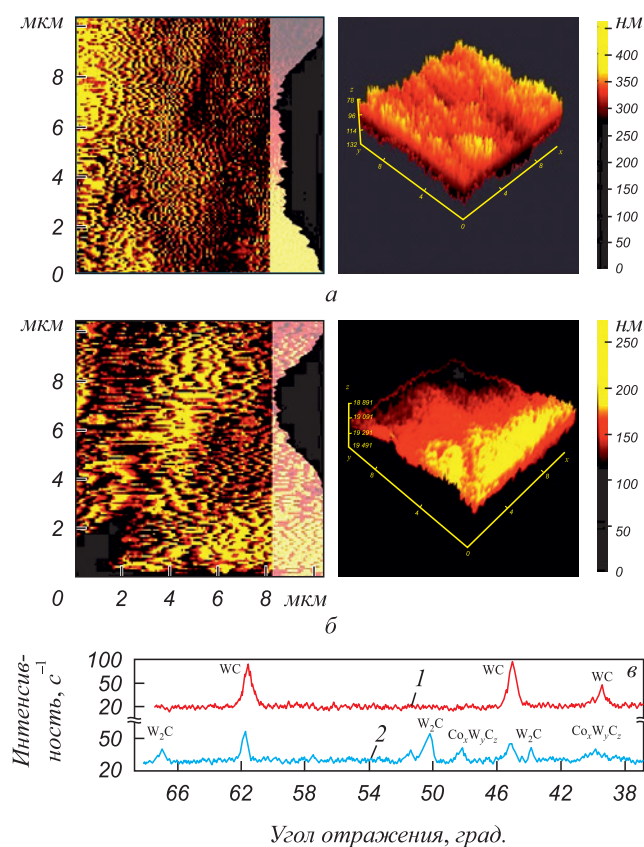


Рис. 1. Сканированные изображения твердого сплава ВК8 до (а) и после (б) лазерной обработки; фрагменты дифрактограмм (в) твердого сплава ВК8 до (1) и после (2) лазерного облучения

Fig. 1. Scanned images of VK8 hard alloy before (a) and after (b) laser processing; fragments of diffractograms (v) of VK8 hard alloy before (1) and after (2) laser irradiation

Карбиды за счет подплавления при лазерном облучении приобретают не угловатую, а скругленную форму, что уменьшает опасность концентрации напряжений в поверхностном слое сплава и повышает трещиностойкость облученного изделия. Это также способствует активному поглощению поверхностными слоями расплавленного кобальта или никеля из покрытий.

Эффект упрочнения твердых сплавов при лазерном облучении можно проследить, анализируя кривые распределения микротвердости по глубине облученного участка (рис. 2). Глубина зоны лазерного воздействия составляет 60 – 120 мкм, что превышает глубину оплавленного слоя в 3 – 5 раз.

Результаты расчета (рис. 3) распределения температуры по глубине образца твердого сплава BK10 при лазерном облучении, выполненного в программе MathCAD, показали, что на этой глубине слоя температура плавления карбидов вольфрама ($T_{пл} = 2600$ K) и кобальтовой связки не достигается, но твердость имеет высокие значения.

В этом случае эффект упрочнения твердого сплава имеет несколько иную природу, чем при лазерном оплавлении поверхности, но по-прежнему связан со структурообразованием в локальных зонах на границах зерен в композиции карбид – связка.

Образование этих зон при термодеструкционном импульсном лазерном облучении может быть связано с совместным действием напряжений разного рода (термострикционных напряжений, вызванных огромными температурными градиентами; напряжений, обусловленных разными теплофизическими коэффициентами в композиции и других).

В результате релаксации напряжений вокруг включений карбидов возможно формирование сложной структурной картины. Согласно предлагаемой модели

в непосредственной близости от границ в композиции карбид – связка при облучении создаются условия для контактного плавления и возможного формирования тонкой оболочки жидкого сплава. Это может способствовать ускоренному массопереносу атомов углерода и легирующих элементов из карбидов в прилегающий слой связки. После высокоскоростной кристаллизации вокруг карбидов возможно образование супертвердой оболочки, что приводит к дополнительному упрочнению локальных зон твердого сплава и наблюдается при измерении микротвердости (рис. 2, кривая 1).

Следует отметить, что предлагаемая модель строения межфазных границ в твердых сплавах подтверждается результатами исследований [12], где установлено, что контактное плавление может происходить при температурах на сотни градусов ниже температуры плавления компонентов системы. При этом в процессе растворения в кобальтовой связке от 6 до 30 % WC микротвердость ее повышается с 1660 до 3440 МПа.

Таким образом, наблюдаемый эффект (рис. 2, кривая 1) упрочнения твердого сплава BK10 после лазерной обработки может быть связан, во-первых, с формированием карбидов вольфрама W_2C , имеющих более высокую твердость, чем исходный карбид WC, во-вторых, с зернограничным взаимодействием в композиции карбид – связка, приводящим к диспергированию карбидной фазы [13 – 16].

В случае лазерного легирования кобальтом или никелем (рис. 2, кривые 3 и 4) твердость поверхностных слоев понижается, что неизбежно приводит к повышению их вязкости и трещиностойкости, особенно при использовании никелевых легирующих покрытий. Это связано с тем, что в экстремальных термодеструкционных условиях лазерной обработки возможна пластическая деформация материала связки и ее динамическая полигонизация. В результате связка может приобрести

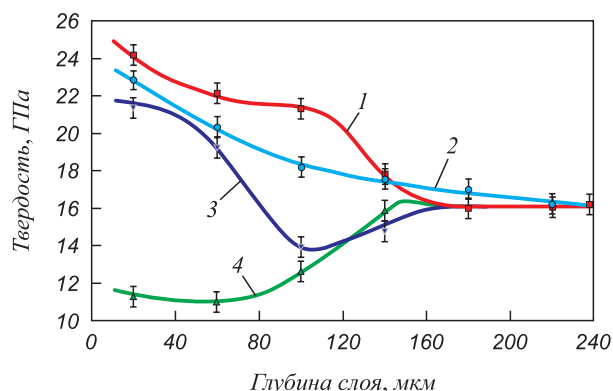


Рис. 2. Распределение твердости по глубине упрочненного слоя твердого сплава BK10 после облучения без легирования (1), легирования порошком карбида титана с никелем (2), кобальтом (3), никелем (4)

Fig. 2. Hardness distribution over the depth of hardened layer in VK10 hard alloy after irradiation without alloying (1), alloying with titanium carbide powder with nickel (2), alloying with Co (3), alloying with Ni (4)

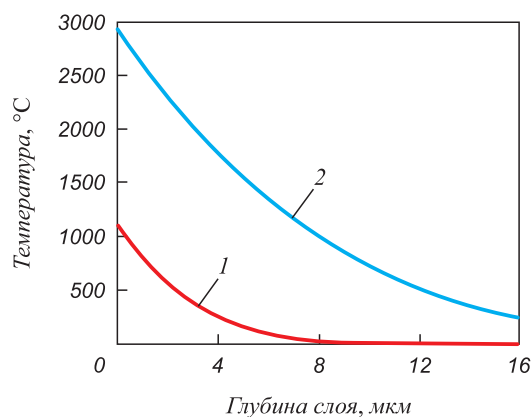


Рис. 3. Распределение температуры по глубине твердого сплава BK10 на стадии нагрева:

1 и 2 – начало и конец действия лазерного импульса

Fig. 3. Temperature distribution over the depth of VK10 hard alloy at heating stage:

1 and 2 – beginning and end of laser pulse action

дисперсное строение с достаточно высокой плотностью дефектов кристаллического строения.

Для изучения и подтверждения описанных процессов структурообразования, протекающих в связующем материале твердых сплавов при лазерном облучении, были проведены эксперименты по лазерной обработке «модельного» никелевого сплава, имитирующего структурные превращения в связке твердого сплава при лазерной обработке.

Тонкие никелевые образцы подвергали дифрактометрическому анализу до и после лазерного поверхностного облучения. На дифрактограмме (рис. 4, а, кривая 2) наблюдаются размытие и асимметрия рефлексов никеля в сравнении с аналогичными рефлексами дифрактограммы никеля до лазерной обработки (рис. 4, а, кривая 1), особенно рефлекса (311). Обращает на себя внимание триплетный характер дифракционных линий. Четко прослеживается тенденция смещения первого

максимума в сторону меньших углов отражения, второго – к большим углам, что свидетельствует о появлении в решетке искажений, дефектов упаковки атомов. Это является следствием динамических эффектов – локальных пластических сдвигов при лазерном облучении.

Для обработки результатов дифрактометрических исследований использовался пакет современных программных средств New_Profile. Это позволило разделить сложный профиль накладывающихся дифракционных пиков рефлекса $(311)_{Ni}$ (рис. 4, б).

При компьютерной обработке полученных профилей рефлексов установлено, что до лазерной обработки рефлекс $(311)_{Ni}$ фиксировали на углах $2\theta = 131,55558^\circ$, межплоскостное расстояние d/n составляло 1,06142. После лазерного облучения наблюдаются два рефлекса: меньший по интенсивности рефлекс $2\theta = 130,1939^\circ$, $d/n = 1,0672$, больший по интенсивности рефлекс $2\theta = 131,45776^\circ$, $d/n = 1,06184$.

Перечисленное является свидетельством изменения параметров решетки никеля, появления значительных динамических искажений решетки.

Можно сделать вывод, что при лазерной обработке происходит бездиффузионная трансформация границентрированной решетки никеля в границентрированную ромбическую решетку с невысокой степенью ромбичности $c/a = 1,005$. Это является следствием появления достаточно большого количества дефектов кристаллического строения и возможности протекания локальных пластических сдвигов в связке при высокоскоростном лазерном нагреве.

Следует отметить, что содержание связки в поверхностных слоях твердых сплавов является одним из определяющих факторов повышения их долговечности [1; 17 – 19].

Особый интерес представляют эксперименты по лазерному легированию поверхности твердого сплава ВК10 из никелевого покрытия с добавками порошка TiC (рис. 2, кривая 2). Для этого варианта облучения характерно монотонное снижение твердости до исходного уровня, причем значения твердости несколько ниже по сравнению с лазерным облучением без покрытий. Важным моментом является ожидаемое повышение вязкости за счет изменения химического состава поверхностных слоев путем вплавления карбидов титана.

Таким образом, если введение в поверхностные слои твердого сплава кобальта или никеля оказывает определяющее влияние на их вязкость, то использование порошков никеля с карбидами титана предоставляет возможность изменения функционального назначения облучаемых изделий.

При этом на поверхности твердых сплавов системы WC – Co создаются композиционные материалы, практически отвечающие составу безвольфрамового твердого сплава типа КНТ. В свою очередь, вследствие повышения твердости поверхностных слоев твердого

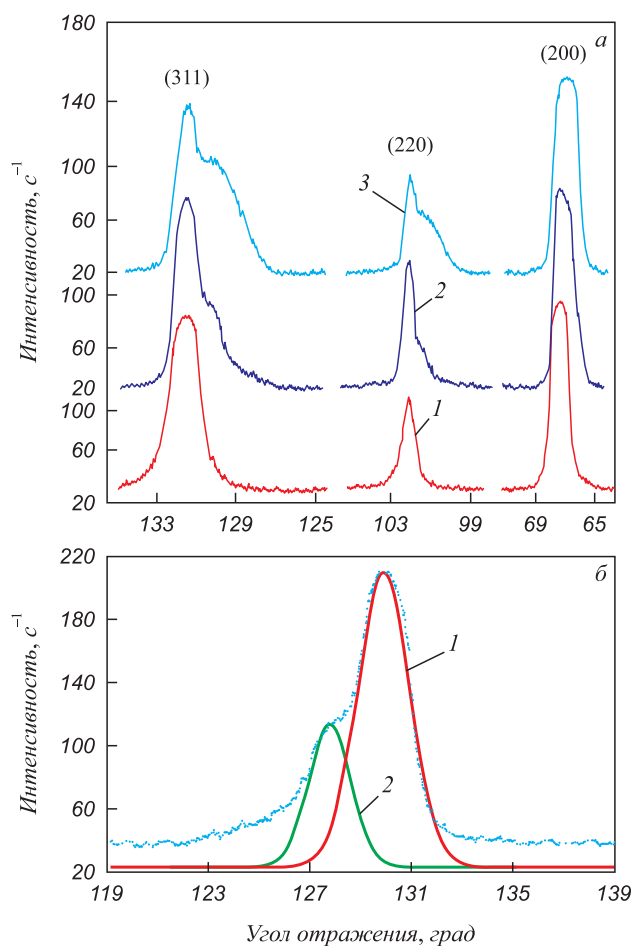


Рис. 4. Фрагменты дифрактограмм (а) образцов никеля в исходном состоянии (1), после лазерной обработки с плотностью мощности излучения 175 (2) и 200 МВт/м² (3); обработка результатов в программе New_Profile для рефлекса $(311)_{Ni}$ (б)

Fig. 4. Fragments of diffractograms (a) of nickel samples in the initial state (1), after laser processing with a radiation power density of 175 (2) and 200 MW/m² (3); processing of the results in the New_Profile program for reflex $(311)_{Ni}$ (b)

сплава появляется возможность перейти от обработки хрупких материалов (чугунов) к обработке вязких материалов (сталей) режущим инструментом из лазерно-легированных твердых сплавов.

Описанные выше фазовые превращения и эффекты структурообразования в поверхностных слоях твердого сплава при скоростной лазерной обработке и легировании предопределяют их общую высокую износостойкость.

С целью прогнозирования износостойкости твердых сплавов после лазерной обработки и выбора режима эксплуатации для разных условий трения изделий из твердых сплавов использовали статистическое моделирование с помощью программы Statistica. На рис. 5 представлены карты регрессионного моделирования (карты линий уровня) зависимости коэффициента трения от времени испытаний при различной скорости скольжения в парах трения [20]. На карты нанесены проверочные точки, подтверждающие целесообразность выбора по картам режимов эксплуатации лазерно-облученных твердых сплавов (рис. 5, б) в сравнении с необлученными образцами (рис. 5, а).

Эксперименты, выполненные на машине трения МИ-1М с использованием пары трения твердый сплав – закаленная сталь марки ШХ15, подтвердили результаты, полученные моделированием, и пока-

зали, что коэффициент трения облученного твердого сплава уменьшается примерно в два раза, что приводит к повышению износостойкости по сравнению с исходным необлученным состоянием.

Выводы

Установлено, что эффект упрочнения твердого сплава системы WC – Co после лазерной обработки с плотностью мощности излучения 175 МВт/м^2 связан с формированием карбидов вольфрама W_2C , имеющих более высокую твердость, чем исходный карбид WC, а также с зернограницным плавлением и взаимным массопереносом атомов в композиции карбид – связка с возможным формированием вокруг карбидов сверх-твердой оболочки. Эти процессы приводят к диспергированию карбидной фазы и связки, следствием чего является повышение твердости и износостойкости поверхностных облученных слоев твердых сплавов.

Показано, что после лазерного легирования с плотностью мощности излучения 200 МВт/м^2 появляющиеся в поверхностных слоях твердых сплавов с покрытиями (кобальтовыми, никелевыми) температурные градиенты и термические напряжения способствуют конвективному перемешиванию расплавленных компонентов покрытий и их проникновению в твердый сплав на глубину свыше 20 мкм.

Одновременно, несмотря на чрезвычайно малое время лазерного импульса (10^{-3} с), в облученных зонах возможен массоперенос атомов вольфрама, углерода, титана от контактно-подплавленных пограничных зон карбидов в прилежащие зоны связки с их упрочнением.

Установлено, что после высокотемпературного лазерного нагрева карбиды, в отличие от исходных, приобретают глобулярную форму зерен, происходит их диспергирование, в пограничных со связкой локальных зонах изменяются стехиометрические характеристики (формируется сложный двойной карбид). В результате перечисленных процессов повышаются вязкость облученных поверхностных слоев твердых сплавов и работоспособность облученных изделий.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Katancik M., Mirzababaei S., Ghayoor M., Pasebani S. Selective laser melting and tempering of H13 tool steel for rapid tooling applications. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020;849:156319. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156319>
2. Wu X., Shen J., Jiang F., Wu H., Li L. Study on the oxidation of WC–Co cemented carbide under different conditions. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020;94:105381. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105381>
3. Büttner H., Michael K., Gysel J., Gugger P., Saurenmann S., de Bortoli G., Stirnimann J., Wegener K. Innovative micro-tool manufacturing using ultra-short pulse laser abla-

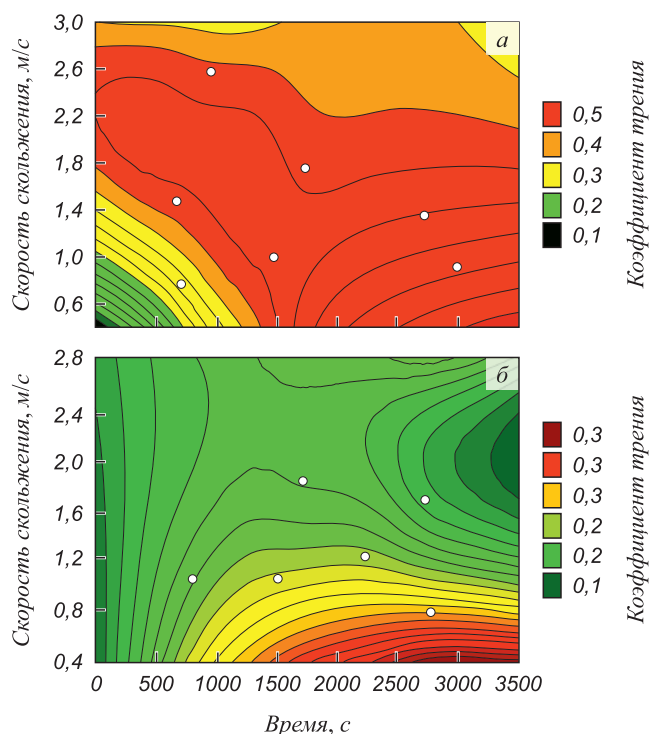


Рис. 5. Карты регрессионного моделирования зависимости коэффициента трения от времени испытаний при различной скорости скольжения в паре трения твердый сплав ВК8 – закаленная сталь ШХ15 до (а) и после (б) лазерной обработки

Fig. 5. Regression modeling maps of dependence of the friction coefficient on test time at different sliding speeds in a friction pair of VK8 hard alloy – hardened steel ShKh15 before (a) and after (b) laser processing

- tion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2020;285:116766. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116766>
4. Davoren B., Sacks N., Theron M. Laser engineered net shaping of WC–9.2 wt % Ni alloys: A feasibility study. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2019;86:105136. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2019.105136>
 5. Li X., Guan Y. Theoretical fundamentals of short pulse laser – metal interaction: A review. *Nanotechnology and Precision Engineering*. 2020;3(3):105–125. <https://doi.org/10.1016/j.npe.2020.08.001>
 6. Cramer C.L., Preston A.D., Ma K., Nandwana P. In-situ metal binder-phase formation to make WC–FeNi Cermets with spark plasma sintering from WC, Fe, Ni, and carbon powders. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020;88:105204. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2020.105204>
 7. Gabdrakhmanov A., Galiakbarov A., Gaisin I. Increasing efficiency of the laser action to materials. *Materials Today: Proceedings*. 2019;19(5):1965–1967. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.052>
 8. Mariani M., Goncharov I., de Gaudenzi G.P., Popovich A., Lecis N., Vedani M. Mechanical and microstructural characterization of WC–Co consolidated by binder jetting additive manufacturing. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2021;100:105639. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2021.105639>
 9. Parker S.R., Whiting M.J., Yeomans J.A. Control of carbon content in WC–Co hardmetal by heat treatment in reducing atmospheres containing methane. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2017;66:204–210. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2017.02.009>
 10. Garcia-Ayala E.M., Tarancon S., Ferrari B., Pastor J.Y., Sanchez-Herencia A.J. Thermomechanical behaviour of WC–W₂C composites at first wall in fusion conditions. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2021;98:105565. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2021.105565>
 11. Chen Y., Chen H., Chen J.Q., Xiong J., Wu Y., Dong S.Y. Numerical and experimental investigation on thermal behavior and microstructure during selective laser melting of high strength steel. *Journal of Manufacturing*. 2020;57:533–542. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.06.041>
 12. Matthews S., Ansbro J., Berndt C.C., Ang A.S.M. Carbide dissolution in WC–17Co thermal spray coatings: Part 1 – project concept and as-sprayed coatings. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020;856:157464. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157464>
 13. Tolotti de Almeida D., Rosauo Clarke T.G., Corrêa de Souza J.H., Haupt W., Fernandes de Lima M.S., Mohrbacher H. The effect of laser welding on microstructure and mechanical properties in heavy-gage press hardening steel alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2021;821:141341. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141341>
 14. Sridar S., Zhao Y., Li K., Wang X., Xiong W. Post-heat treatment design for high-strength low-alloy steels processed by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2020;788:139531. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139531>
 15. Jucan O.D., Gădălean R.V., Chicinaș H.F., Hering M., Bâlc N., Popa C.O. Study on the indirect selective laser sintering (SLS) of WC–Co/PA12 powders for the manufacturing of cemented carbide parts. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2021;96:105498. <https://doi.org/10.1016/j.jrmhm.2021.105498>
 16. Arif U.Z., Khalid M.Y., ur Rehman E., Ullah S., Atif M., Tariq A. A review on laser cladding of high-entropy alloys, their recent trends and potential applications. *Journal of Manufacturing Processes*. 2021;68(B):225–273. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.06.041>
 17. Lapouge J.P., Dirrenberger J., Coste F., Schneider M. Laser heat treatment of martensitic steel and dual-phase steel with high martensite content. *Materials Science and Engineering: A*. 2019;752:128–135. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.016>
 18. Sagar V.R., Warmefjord K., Soderberg R. Geometrical variation from selective laser heat treatment of boron steels. *Procedia CIRP*. 2018;75:409–414. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.04.062>
 19. Li Y., Nie J., Liang Z., Bai P., Yang Y., Chen B., Liu S., Guan Q., Cai J. Microstructure evolution and high-temperature oxidation behavior of FeCrAlNbNi alloyed zone prepared by laser surface alloying on 304 stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2021;888:161468. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.161468>
 20. Brover A.V., Brover G.I., Topolskaya I.A. Wear resistance structural aspects of materials after laser processing. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;969(1):012008. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/969/1/012008>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Галина Ивановна Бровер, д.т.н., профессор кафедры «Физическое и прикладное материаловедение», Донской государственный технический университет
E-mail: brover@mail.ru

Елена Евгеньевна Щербакова, к.т.н., доцент кафедры «Физическое и прикладное материаловедение», Донской государственный технический университет
E-mail: sherbakovaee@mail.ru

Galina I. Brover, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair “Physical and Applied Material Science”, Don State Technical University
E-mail: brover@mail.ru

Elena E. Shcherbakova, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair “Physical and Applied Material Science”, Don State Technical University
E-mail: sherbakovaee@mail.ru

Поступила в редакцию 27.05.2022
После доработки 05.10.2022
Принята к публикации 12.10.2022

Received 27.05.2022
Revised 05.10.2022
Accepted 12.10.2022



УДК 669.018.4:621.745.55

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-184-190



Оригинальная статья

Original article

ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ПЯТНА ЛАЗЕРА НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА CompoNiAl-M5-3, ПОЛУЧЕННОГО СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ СПЛАВЛЕНИЕМ

Ю. Ю. Капланский¹, М. И. Агеев¹, М. Я. Бычкова¹,
А. А. Фадеев^{1,2}, Е. А. Левашов¹

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

² Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 49)

✉ ykaplansky@mail.ru

Аннотация. Исследуемый в работе жаропрочный сплав марки CompoNiAl-M5-3 на основе моноалюминид никеля получен методом селективного лазерного сплавления (СЛС) сфероидизированного порошка фракции 20–45 мкм. Порошок сплава изготовлен по интегральной технологии, включающей в себя самораспространяющийся высокотемпературный синтез из элементов, измельчение спеков, ситовую и воздушную классификацию, последующую сфероидизацию порошковых частиц в потоке термической плазмы и ультразвуковую очистку сфероидизированных частиц от нанодисперсии. Путем параметрических исследований осуществлена отработка режимов СЛС на установках SLM 280H и TruPrint 1000. Механические испытания образцов проведены по схеме одноосного сжатия со скоростью деформирования $de/dt = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в интервале температур 1023–1273 К. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии исследовано влияние размера пятна лазера на эволюцию микроструктуры и термомеханические свойства консолидированного методом СЛС материала в сравнении с полученным методом горячего изостатического прессования (ГИП). Установлено влияние постобработки ГИП + ТО (старение в вакууме) на структуру и механические свойства материала. Условный предел текучести при 1073 К сплава, выращенного на аддитивной установке с диаметром пятна лазера 38 мкм, в состоянии СЛС + ГИП + ТО составил 500 МПа, что превышает на 220 МПа предел текучести образцов, изготовленных с помощью гранульной металлургии с применением ГИП.

Ключевые слова: интерметаллидные сплавы, жаропрочные сплавы, СВС, СВС-металлургия, сферические порошки, аддитивные технологии, селективное лазерное сплавление

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 19-79-10226, <https://rscf.ru/project/19-79-10226/>.

Авторы выражают благодарность к.т.н. Самохину А.В. (ИМЕТ РАН) и к.ф.-м.н. Коротичкому А.В. (НИТУ МИСИС) за помощь в проведении плазменной сфероидизации и термомеханических испытаний.

Для цитирования: Капланский Ю.Ю., Агеев М.И., Бычкова М.Я., Фадеев А.А., Левашов Е.А. Влияние размера пятна лазера на структуру и свойства жаропрочного сплава CompoNiAl-M5-3, полученного селективным лазерным сплавлением. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):184–190. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-184-190>

INFLUENCE OF LASER SPOT SIZE ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF HIGH-TEMPERATURE COMPO-NIAL-M5-3 ALLOY PRODUCED BY SELECTIVE LASER MELTING

Yu. Yu. Kaplanskii¹, M. I. Ageev¹, M. Ya. Bychkova¹,
A. A. Fadeev^{1,2}, E. A. Levashov¹

¹ National University of Science and Technology “MISIS” (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

² Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

✉ ykaplansky@mail.ru

Abstract. The CompoNiAl-M5-3 high-temperature alloy based on nickel monoaluminide was obtained by selective laser melting (SLM) of a spheroidized powder with particle size in the range of 20 – 45 μm . The powder was manufactured using an integral technology including self-propagating high-temperature synthesis (SHS), briquette grinding, sieve and air classification followed with spheroidization of powder particles in a thermal plasma flow and ultrasonic purification of spheroidized particles from nanofraction. Using parametric studies, the SLM modes were tested on SLM 280H and TruPrint 1000 machines. Mechanical tests of the samples were carried out using the uniaxial compression scheme with the strain rate $de/dt = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ in the temperature range 1023 – 1273 K. Scanning and transmission electron microscopy methods were used to study the influence of laser spot size on the evolution of microstructure and thermomechanical properties of the SLM-consolidated material in comparison with that obtained by hot isostatic pressing (HIP). The authors established the effect of HIP + HT (aging in vacuum) post-treatment on the structure and mechanical properties of the material. The yield strength at 1073 K of the alloy built on the additive machine with a laser spot diameter of 38 μm after SLM + HIP + HT was 500 MPa, which exceeded the yield strength of the HIP-samples by 220 MPa.

Keywords: intermetallic alloys, superalloys, SHS, SHS metallurgy, spherical powders, additive technologies, selective laser melting

Acknowledgements: The study was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 19-79-10226, <https://rscf.ru/project/19-79-10226/>.

The authors express their gratitude to Samokhin A.V. and Korotitskii A.V. for their assistance in plasma spheroidization and thermomechanical testing.

For citation: Kaplanskii Yu.Yu., Ageev M.I., Bychkova M.Ya., Fadeev A.A., Levashov E.A. Influence of laser spot size on structure and properties of high-temperature CompoNiAl-M5-3 alloy produced by selective laser melting. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):184–190. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-184-190>

ВВЕДЕНИЕ

Иерархически-структурированные гетерофазные сплавы на основе моноалюминид никеля (NiAl) относятся к конструкционным материалам для статорных лопаток, улучшающих массогабаритные характеристики энергетических установок [1 – 3]. Перспективность применения данной группы сплавов обусловлена высокой температурой конгруэнтного плавления их матричной фазы NiAl (1638 – 1700 °C), превосходной теплопроводностью ($\lambda \approx 90 \text{ Вт/(м·К)}$), относительно низкой плотностью (<5,5 – 6,8 г/см³) и хорошей стойкостью к высокотемпературному (>800 °C) окислению по сравнению с никелевыми суперсплавами [4 – 6]. Факторами, ограничивающими промышленное применение NiAl-сплавов для деталей со сложными геометрическими параметрами, являются их низкая пластичность при нормальных условиях и восприимчивость к зарождению и развитию микротрещин при лезвийной обработке и ударе [7 – 9]. Поэтому перспективным направлением является апробация интерметаллидных сплавов в аддитивном производстве сложнопрофильных изделий, не требующих доводки с применением лезвийной обработки тонкостенных элементов, например, пера лопатки [10; 11].

Обеспечить высокую точность и качество поверхности синтезированных деталей позволяет технология селективного лазерного сплавления (СЛС). Качество тонкостенных элементов конструкции деталей зависит от режимов сплавления контура и характеристик аддитивной установки, а именно размера пятна лазера. Размер пятна лазера влияет не только на качество поверхности, но и структуру материала через изменение объема ванны расплава при сплавлении порошкового слоя.

В ранее опубликованных работах показаны результаты исследований, направленные на разработку составов и режимов получения порошков жаропрочных сплавов на основе NiAl для технологий аддитивного производства [12 – 16]. Наиболее высокие механические

свойства при температурах испытаний до 800 °C имел иерархически структурированный дисперсионно-твердеющий сплав CompoNiAl-M5-3. Показано, что механические свойства сплава зависят от способов получения и постобработки, оказывающих непосредственное влияние на формирование микроструктуры [13; 14]. Временное сопротивление (σ_b) и степень пластической деформации (δ) литого сплава со средним размером дендритных ячеек 100 мкм и колоний величиной 5 мм не превышали 1720 МПа и 8 % соответственно. Напротив, аналогичный сплав, полученный методом горячего изостатического прессования (ГИП) сферического порошка в формообразующей оснастке, обладал повышенным на 40 % показателем $\sigma_b = 2870 \text{ МПа}$ и $\delta = 16,8 \%$. Кроме того, сплав имел высокое сопротивление вязкопластической деформации: при температуре испытаний 800 °C и скорости деформации 0,01 с⁻¹ значение условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) составляло до 392 МПа [14].

Значительный рост прочностных свойств авторы связывали с уменьшением размера зерен NiAl и когерентных твердорастворных выделений $\alpha\text{-Cr}$, а также дисперсных частиц на основе Hf и образованием вдоль межзеренных границ термостабильных наночастиц фазы Гейслера – Ni_2AlHf . Повышение механических свойств достигалось в результате применения мелкодисперсного порошка фракции 20 – 45 мкм, полученного по интегральной технологии, включающей в себя:

- приготовление реакционной смеси из элементарных порошков;
- самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС);
- измельчение спеков в порошок;
- ситовую и воздушную классификацию;
- сфероидизацию порошковых частиц в потоке термической плазмы;
- ультразвуковую очистку частиц.

CompoNiAl-M5-3 – сфероидизированный порошок сплава успешно опробован в СЛС-технологии изготов-

ления лопаток энергетических установок [17]. В этой связи аналогичный порошок использовался в настоящей работе с целью исследования влияния размера пятна лазера на структуру и механические свойства синтезированного материала CompoNiAl-M5-3.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Сферический порошок многокомпонентного сплава CompoNiAl-M5-3 дисперсностью 20 – 45 мкм получен методом сфероидизации синтезированного СВС-порошка в потоке термической плазмы на электродуговой плазменной установке производства ИМЕТ РАН. Текучесть и насыпная плотность порошка при степени сфероидизации 98 % составляли 19 с и 3,95 г/см³ соответственно.

Разработку режимов СЛС проводили на промышленной установке SLM 280HL (SLM Solution, Германия) с волоконным лазером мощностью 400 Вт и диаметром пятна 80 мкм и на лабораторной установке TruPrint 1000 (TRUMPF GmbH + Co. KG, Германия) с волоконным лазером мощностью 200 Вт и диаметром пятна 38 мкм. Обработку режимов СЛС осуществляли путем параметрических исследований процесса синтеза экспериментальных образцов простой формы в интервале значений мощности лазера $P = 175 \div 330$ Вт, скорости сканирования $v = 200 \div 500$ мм/с и интервала сканирования $h = 0,10 \div 0,12$ мм на установке SLM 280 HL; а также при $P = 50 \div 90$ Вт, $v = 400 \div 1000$ мм/с и $h = 0,05 \div 0,10$ мм на установке TruPrint 1000.

В ходе исследований оценивалось влияние параметров синтеза на величину остаточной пористости и наличие микротрещин в синтезированном материале. По результатам исследований выбраны режимы синтеза (плотность энергии лазерного излучения 120 Дж/мм³ для SLM 280HL и 97,4 Дж/мм³ для TruPrint 1000), обеспечивающие наименьшую остаточную пористость синтезированного материала, не превышающую 0,5 %. По разработанным режимам изготовлены экспериментальные образцы для проведения структурных исследований и механических испытаний. Внешний вид образцов показан на рис. 1.

Термообработку синтезированных образцов проводили по ранее отработанному режиму [17]. Образцы отжигали вместе с платформой построения в вакуумной печи сопротивления Термионик Т1-2000–160 (ООО «Термионика», Россия) при остаточном давлении $1,3 \cdot 10^{-5}$ Па и температуре 1150 °С в течение 3 ч для релаксации усадочных напряжений в синтезированном материале. Выбранные условия термообработки способствуют рекристаллизации дендритных ячеек с формированием зеренной структуры и дисперсионному твердению матричной фазы вследствие выделения избыточной α -Cr фазы [17].

С целью устранения микродефектов и повышения механических свойств проводили ГИП с последующим

старением образцов. Параметры постобработки: ГИП при температуре 1250 °С и рабочем давлении 145 МПа; старение в вакууме (ТО) при 800 °С в течение 1,5 ч.

Структуру исследовали на сканирующем электронном микроскопе S-3400N (Hitachi, Япония) с энергодисперсионной приставкой NORAN System 7 X-ray Microanalysis System (Thermo Scientific, США) и на просвечивающем электронном микроскопе высокого разрешения (ПЭМ ВР) модели JEM-2100 (Jeol, Япония) в держателе фольг JEOL Dual Tilt Beryllium Holder. Ультратонкие фольги для ПЭМ ВР изготавливали на установке ионного травления PIPS II System (Gatan, Inc., USA).

Механические испытания образцов проводили по схеме одноосного сжатия со скоростью деформирования $d\varepsilon/dt = 10^{-4}$ с⁻¹ в интервале температур 1023 – 1273 К на универсальном испытательном комплексе Gleeble System 3800 (Dynamic Systems Inc., USA) при остаточном давлении в рабочей камере $\sim 10^{-3}$ Па.



Рис. 1. Внешний вид экспериментальных образцов, синтезированных на установках SLM 280HL (а) и TruPrint 1000 (б)

Fig. 1. Experimental view of the samples synthesized on SLM 280HL (a) and TruPrint 1000 (b) machines

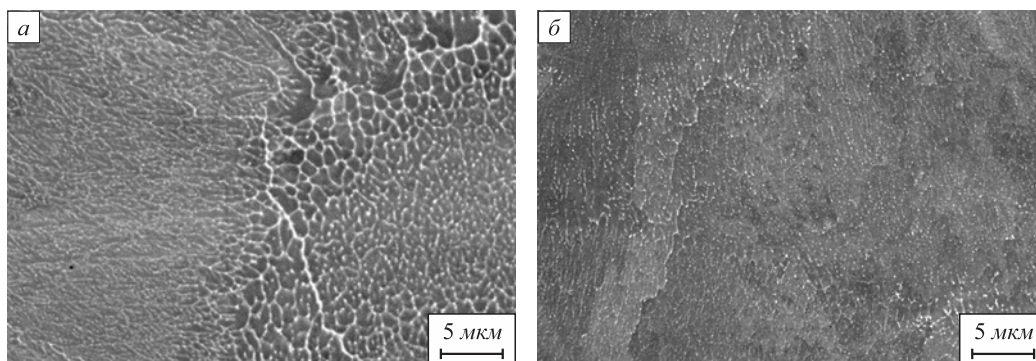


Рис. 2. Микроструктура СЛС-образцов сплава CompoNiAl-M5-3, синтезированных на установках:
а – SLM 280HL (диаметр пятна лазера 80 мкм); б – TruPrint 1000 (диаметр пятна лазера 38 мкм)

Fig. 2. Microstructure of SLM-samples synthesized on the machines:
а – SLM 280HL (laser spot diameter – 80 μm); б – TruPrint 1000 (laser spot diameter – 38 μm)

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура полученных СЛС-образцов в сечении XZ приведена на рис. 2. Независимо от режима сплавления порошкового слоя в сплаве формируется дендритная структура зерен с непрерывными прослойками (толщиной 50 – 400 нм) вырожденной $\text{Cr}(\text{Co})_e$ эвтектики в междендритном пространстве. Однако уменьшение пятна лазера с 80 до 38 мкм и, следовательно, интервала сканирования приводит к измельчению зерен и дендритных ячеек NiAl в два раза, что связано с уменьшением объема и времени затвердевания ванны расплава. Размер ячеек уменьшился от 0,5 – 3,0 мкм до 0,2 – 1,0 мкм. Дисперсно-упрочняющие наночастицы гафнийсодержащей фазы размером

менее 100 нм выделялись иррегулярно внутри $\text{Cr}(\text{Co})_e$ фазы или на межфазной границе $\text{NiAl}/\text{Cr}(\text{Co})_e$. Структурно-фазовые составляющие исследуемого сплава в состоянии СЛС описаны в работе [18].

Формирование дендритной структуры обусловлено неравновесными условиями затвердевания ванны расплава при скорости охлаждения порядка 10^6 К/с во время СЛС и избыточным содержанием легирующей добавки хрома [14; 18].

Рис. 3 показывает эволюцию структуры синтезированного материала CompoNiAl-M5-3 после отжига и газостатической обработки. Отжиг способствовал рекристаллизации дендритных ячеек NiAl и формированию неравноосных зерен размером до 50 мкм (рис. 3, б, д). В структуре сплава обнаружены равно-

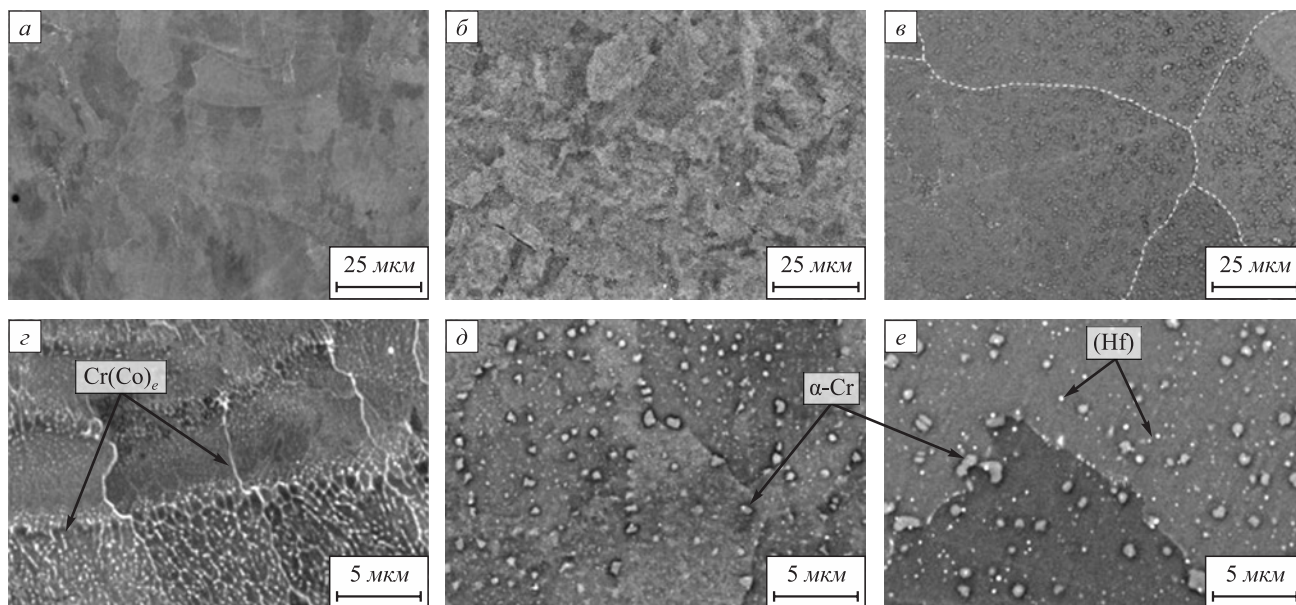


Рис. 3. Эволюция структуры СЛС-сплава CompoNiAl-M5-3:
а, с – исходные СЛС-образцы; б, д – СЛС-образцы после отжига; е, е – отожженные СЛС-образцы после ГИП + ТО

Fig. 3. Structure evolution of CompoNiAl-M5-3 SLM-alloy:
а, с – initial SLM-samples; б, д – SLM-samples after annealing; е, е – annealed SLM-samples after HIP + HT

мерно распределенные вдоль границ и внутри зерен NiAl выделения α -Cr размером менее 1,5 мкм. Выделения α -Cr сформировались в результате концентрационного расслоения пересыщенного твердого раствора NiAl(Cr) (частицы внутри зерен) и сегрегации прослоек вырожденной эвтектики Cr(Co)_e (частицы вдоль межзеренных границ). Действующие механизмы (спинодальный распад и гетерогенная нуклеация) зарождения и роста выделений α -Cr подробно исследованы *in-situ* методами ПЭМ в работах [13; 14; 17; 18]. Наночастицы гафнийсодержащей фазы (белый контраст), выделяющиеся в виде тонких прослоек вырожденной эвтектики Cr(Co)_e во время сплавления порошкового слоя, сохранили свое первоначальное расположение при сегрегации Cr(Co)_e после отжига и были окружены α -Cr.

Газостатическая обработка отожженных СЛС-образцов сплава CompoNiAl-M5-3 при 1250 °С сформировала однородную крупнозернистую структуру, состоящую из NiAl матрицы, выделений α -Cr и наночастиц гафнийсодержащих фаз (рис. 3, в, е). Размер зерен находился в диапазоне 100 – 450 мкм. Интенсивный рост зерен обусловлен активацией диффузии и проявлением механизмов пороговой ползучести в условиях одновременного воздействия высокой температуры и давления. При 1250 °С исследуемый сплав переходит в однофазное состояние пересыщенного твердого раствора, что обеспечивает растворение α -фазы и гомогенизацию сплава. Последующее охлаждение сплава в камере газостата способствовало зарождению и росту α -фазы. Выделения избыточной α -Cr фазы, преимуще-

ственно сосредоточенные внутри зерен, имели размер не более 1,5 мкм и характерную сферическую форму. Напротив, вдоль границ зерен образовались вытянутые частицы α -Cr размером до 3 мкм.

Температурные зависимости условного предела текучести при скорости деформирования 10^{-4} с⁻¹ для образцов сплава CompoNiAl-M5-3 в состоянии СЛС + ГИП + ТО, полученных на установках SLM280HL и TruPrint 1000, в сравнении с образцами после ГИП и СЛС приведены на рис. 4. По уровню сопротивления пластической деформации в исследуемом диапазоне температур СЛС-образцы (SLM280HL) после отжига сопоставимы с образцами, полученными методом ГИП при использовании аналогичных сферических порошков. Применение комплексной постобработки (ГИП + ТО) повысило сопротивление сжимающим напряжениям синтезированного материала в интервале 1023 – 1173 К. Например, при 1073 К условный предел текучести образцов сплава после СЛС + ГИП + ТО составил 390 – 500 МПа, что заметно выше 260 – 280 МПа для образцов, полученных методом СЛС и ГИП. С ростом температуры разница в соответствующих значениях снижается до 11 – 20 МПа. Максимальный уровень сопротивления во всем температурном диапазоне испытаний показали образцы из сплава CompoNiAl-M5-3, полученные на установке TruPrint 1000 с размером пятна лазера 38 мкм. При одинаковых структурно-фазовых составляющих образцов, полученных на разных аддитивных установках, увеличение свойств синтезированного материала при уменьшении диаметра пятна лазера и, следовательно, объема ванны расплава может быть связано с измельчением и более равномерным перераспределением тугоплавких гафнийсодержащих фаз.

Величина показателя $\sigma_{0.2}$ при температурах испытаний до 1173 К сплава в различных состояниях зависела от структуры, в частности от среднего размера зерен. Средний размер зерна NiAl образцов исследуемого сплава после СЛС + ГИП + ТО составлял порядка 350 мкм, тогда как образцов в состоянии ГИП и СЛС + отжиг – менее 15 мкм. Увеличение на порядок размера зерен предположительно способствовало замедлению диффузионной ползучести Кобла, которая вносит тем больший вклад в пластическое течение, чем ниже температура и меньше размер зерен [19 – 22]. При температурах выше 1173 К интенсивность разупрочнения сплава замедляется, так как высокодисперсные когерентные выделения α -Cr в объеме зерен, вносящие наибольший вклад в упрочнение сплава в интервале температур до 1073 К, растворяются в матричной фазе.

Выводы

Результаты исследования микроструктуры и термомеханических свойств синтезированного материала CompoNiAl-M5-3 показали, что уменьшение диаметра пятна лазера повышает сопротивление вязкопласти-

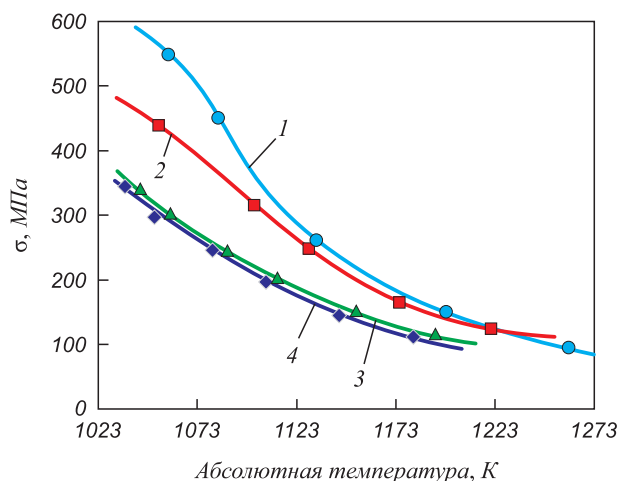


Рис. 4. Температурные зависимости условного предела текучести образцов сплава CompoNiAl-M5-3, полученных по различным технологиям:
1 – СЛС (TruPrint 1000) + ГИП + ТО;
2 – СЛС (SLM 280HL) + ГИП + ТО;
3 – СЛС (SLM280HL); 4 – ГИП

Fig. 4. “Yield strength – temperature” graphs of CompoNiAl-M5-3 samples, obtained by different technologies:
1 – SLM (TruPrint 1000) + HIP + HT;
2 – SLM (SLM 280HL) + HIP + HT;
3 – SLM (SLM280HL); 4 – HIP

ческой деформации при температурах до 1173 К за счет измельчения и более равномерного распределения термостабильных гафнийсодержащих фаз в матрице NiAl.

Применение газостатической обработки с последующим вакуумным старением способствует дополнительному росту сопротивления вязкопластической деформации вследствие укрупнения зерен и их упрочнения когерентными выделениями избыточной α -Cr фазы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

- Pelleg J. *Basic Compounds for Superalloys: Mechanical Properties*. Amsterdam: Elsevier Inc.; 2018:494. <https://doi.org/10.1016/c2017-0-04724-9>
- Bochenek K., Basista M. Advances in processing of NiAl intermetallic alloys and composites for high temperature aerospace applications. *Progress in Aerospace Sciences*. 2015;79:136–146. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2015.09.003>
- Shang Z., Shen J., Wang L., Du Y., Xiong Y., Fu H. Investigations on the microstructure and room temperature fracture toughness of directionally solidified NiAl–Cr(Mo) eutectic alloy. *Intermetallics*. 2015;57:25–33. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.09.012>
- Wu S., Wu X., Wang R., Liu Q., Gan L. Effects of Ni vacancy, Ni antisite, Cr and Pt on the third-order elastic constants and mechanical properties of NiAl. *Intermetallics*. 2014;55: 108–117. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.04.022>
- Noebe R.D. Physical and mechanical properties of the B2 compound NiAl. *International Materials Reviews*. 2012; 38(4):193–232. <https://doi.org/10.1179/imr.1993.38.4.193>
- Wang L., Shen J., Shang Z., Fu H. Microstructure evolution and enhancement of fracture toughness of NiAl–Cr(Mo)–(Hf,Dy) alloy with a small addition of Fe during heat treatment. *Scripta Materialia*. 2014;89:1–4. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.07.002>
- Dey G.K. Physical metallurgy of nickel aluminides. *Sadhana*. 2003;28:247–262. <https://doi.org/10.1007/BF02717135>
- Geist D., Gammer C., Rentenberger C., Karnthaler H.P. Sessile dislocations by reactions in NiAl severely deformed at room temperature. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015; 621:371–377. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.09.226>
- Miracle D.B. Overview No. 104. The physical and mechanical properties of NiAl. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1993;41(3):649–684. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90001-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90001-9)
- Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. New York: Springer; 2010:459. <https://doi.org/10.1007/978-1-4419-1120-9>
- Plessis A. Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography. *Additive Manufacturing*. 2019;30:100871. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100871>
- Ning H., Wang D., Zhao J., Wang B., Liu G. Fabrication and joining of NiAl and TiAl intermetallics by additive sintering. *Materials Science and Engineering: A*. 2022;849:143493. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143493>
- Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogozhev Yu.S., Sanin V.N., Loginov P.A., Petrzhik M.I. Structure and properties of NiAl–Cr(Co,Hf) alloys prepared by centrifugal SHS casting. Part 1: Room temperature investigations. *Materials Science and Engineering: A*. 2017;690:463–472. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.075>
- Kaplanskii Yu.Yu., Korotitskiy A.V., Levashov E.A., Sentyurina Zh.A., Loginov P.A., Samokhin A.V., Logachev I.A. Microstructure and thermomechanical behavior of Heusler phase Ni₂AlHf-strengthened NiAl–Cr(Co) alloy produced by HIP of plasma-spheroidized powder. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;729:398–410. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.087>
- Nazarov A., Safronov V.A., Khmyrov R.S., Shishkovsky I. Fabrication of gradient structures in the Ni–Al system via SLM Process. *Procedia IUTAM*. 2017;23:161–166. <https://doi.org/10.1016/j.piutam.2017.06.017>
- Khomutov M., Potapkin P., Cheverikin V., Petrovskiy P., Travyanov A., Logachev I., Sova A., Smurov I. Effect of hot isostatic pressing on structure and properties of intermetallic NiAl–Cr–Mo alloy produced by selective laser melting. *Intermetallics*. 2020;120:106766. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2020.106766>
- Kaplanskii Yu.Yu., Levashov E.A., Korotitskiy A.V., Loginov P.A., Sentyurina Zh.A., Mazalov A.B. Influence of aging and HIP treatment on the structure and properties of NiAl-based turbine blades manufactured by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing*. 2020;31:100999. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100999>
- Kaplanskii Yu.Yu., Zaitsev A.A., Levashov E.A., Loginov P.A., Sentyurina Zh.A. NiAl based alloy produced by HIP and SLM of pre-alloyed spherical powders. Evolution of the structure and mechanical behavior at high temperatures. *Materials Science and Engineering: A*. 2018;717:48–59. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2018.01.057>
- Kassner M.E. *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. 3rd Edition. Oxford: Butterworth-Heinemann; 2015:338.
- Nanocrystalline Titan*. Garbacz H., Semenova I.P., Zhreb-tsov S., Motyka M. eds. Amsterdam: Elsevier; 2019:259.
- Mouritz A.P. *Introduction to Aerospace Materials*. Amsterdam: Elsevier; 2012:600.
- Zhang J.S. *High Temperature Deformation and Fracture of Materials*. Cambridge: Elsevier; 2010:365.

Сведения об авторах

Information about the Authors

Юрий Юрьевич Капланский, к.т.н., научный сотрудник лаборатории «In situ диагностика структурных превращений» Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
ORCID: 0000-0002-2153-0743
E-mail: ykaplanskyy@mail.ru

Yurii Yu. Kaplanskii, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory "In situ Diagnostics of Structural Transformations" of the Scientific and Educational Center SHS MISIS-ISMAN, National University of Science and Technology "MISIS"
ORCID: 0000-0002-2153-0743
E-mail: ykaplanskyy@mail.ru

Максим Игоревич Агеев, аспирант кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий, младший научный сотрудник лаборатории «In situ диагностика структурных превращений» Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0003-2079-8710

E-mail: aheievmi@gmail.com

Марина Яковлевна Бычкова, к.т.н., старший преподаватель кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий, научный сотрудник Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0002-9233-4707

E-mail: bychkova@shs.misis.ru

Андрей Андреевич Фадеев, к.т.н., научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; инженер научного проекта Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0003-2147-1787

E-mail: fadeevandrei@gmail.com

Евгений Александрович Левашов, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор Научно-учебного центра СВС МИСИС-ИСМАН, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

ORCID: 0000-0002-0623-0013

E-mail: levashov@shs.misis.ru

Maksim I. Ageev, Postgraduate of the Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings, Junior Researcher of the Laboratory "In situ Diagnostics of Structural Transformations" of the Scientific and Educational Center SHS MISiS-ISMAN, National University of Science and Technology "MISIS"

ORCID: 0000-0003-2079-8710

E-mail: aheievmi@gmail.com

Marina Ya. Bychkova, Cand. Sci. (Eng.), Senior Lecturer of the Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings, Research Associate of the Scientific and Educational Center SHS MISiS-ISMAN, National University of Science and Technology "MISIS"

ORCID: 0000-0002-9233-4707

E-mail: bychkova@shs.misis.ru

Andrei A. Fadeev, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; Scientific Project Engineer of the Scientific and Educational Center SHS MISiS-ISMAN, National University of Science and Technology "MISIS"

ORCID: 0000-0003-2147-1787

E-mail: fadeevandrei@gmail.com

Evgeny A. Levashov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings, Director of the Scientific and Educational Center SHS MISiS-ISMAN, National University of Science and Technology "MISIS"

ORCID: 0000-0002-0623-0013

E-mail: levashov@shs.misis.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Ю. Ю. Капланский – отработка режимов СЛС, проведение микроструктурных исследований методом ПЭМ, обработка и анализ полученных экспериментальных результатов.

М. И. Агеев – проведение работ по синтезу и консолидации порошка сплава, обработка полученных экспериментальных результатов.

М. Я. Бычкова – проведение микроструктурных исследований, анализ полученных экспериментальных результатов.

А. А. Фадеев – проведение работ по плазменной сфероидизации порошка, анализ полученных экспериментальных результатов.

Е. А. Левашов – разработка общей концепции статьи, обсуждение полученных результатов.

Yu. Yu. Kaplanskii – development of SLM modes, microstructural TEM studies, processing and analysis of the experimental results.

M. I. Ageev – synthesis and consolidation of the powder, processing of the experimental results.

M. Ya. Bychkova – microstructural studies, analysis of the experimental results.

A. A. Fadeev – plasma spheroidization of the powder, analysis of the experimental results.

E. A. Levashov – conceptualization of the article, discussion of the results.

Поступила в редакцию 07.02.2023

После доработки 28.02.2023

Принята к публикации 01.03.2023

Received 07.02.2023

Revised 28.02.2023

Accepted 01.03.2023



УДК 536.425:539.25:669.017

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-191-196



Оригинальная статья
Original article

МНОГОСЛОЙНЫЕ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ПЛЕНКИ

Ю. Ф. Иванов[✉], Н. А. Прокопенко, Е. А. Петрикова,
В. В. Шугуров, А. Д. Тересов

■ Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический 2/3)

✉ yufi55@mail.ru

Аннотация. Высокоэнтروпийные сплавы являются многоэлементными материалами и содержат не менее пяти элементов близкой концентрации. Высокоэнтропийные сплавы являются, как правило, однофазными термодинамически стабильными твердыми растворами замещения, преимущественно на основе объемноцентрированной кубической и гранецентрированной кубической кристаллической решеток. Стабилизация твердого раствора при кристаллизации высокоэнтропийного сплава обеспечивается взаимодействием ряда факторов, а именно, высокой энтропией смешения, низкой скоростью диффузии компонентов, малой скоростью роста кристаллитов из расплава. Целью настоящей работы являлось получение новых знаний о структуре и свойствах высокоэнтропийных пленок, синтезированных на металлической подложке при осаждении многоэлементной металлической плазмы в среде аргона. Плазма была сформирована в результате электродугового с плазменным ассистированием независимого распыления катодов титана, алюминия, меди, ниобия, циркония. В результате выполненных исследований выявлен режим осаждения, который позволяет формировать пленки различной толщины близкого к эквиаtomному состава. Методами просвечивающей электронной микроскопии установлено, что пленки являются многослойными образованиями, имеют наноразмерную аморфно-кристаллическую структуру. Микротвердость пленок существенным образом зависит от соотношения количества образующих элементов и изменяется в пределах от 12 до 14 ГПа, модуль Юнга – от 230 до 310 ГПа. Кристаллизацию пленок осуществляли путем облучения импульсным электронным пучком. В результате обработки формируется двухфазное состояние. Основной фазой является α -NbZrTiAl с объемноцентрированной кубической кристаллической решеткой с параметром 0,32344 нм; вторая фаза состава CuZr имеет простую кубическую решетку.

Ключевые слова: высокоэнтропийный сплав, пленка-подложка, многоэлементная плазма, импульсный электронный пучок, структура, твердость, износостойкость, коэффициент трения

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований, проект № 20-58-00006 (анализ структуры пленки ВЭС) и гранта Российского научного фонда, проект № 19-19-00183, <https://rscf.ru/project/19-19-00183/> (изготовление пленок ВЭС).

Авторы выражают благодарность О.С. Толкачеву за активное участие в работе. Результаты ПЭМ-анализа получены на базе Научно-образовательного инновационного центра «Наноматериалы и нанотехнологии» НИ ТПУ.

Для цитирования: Иванов Ю.Ф., Прокопенко Н.А., Петрикова Е.А., Шугуров В.В., Тересов А.Д. Многослойные аморфно-кристаллические высокоэнтропийные металлические пленки. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):191–196.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-191-196>

MULTILAYER AMORPHOUS-CRYSTALLINE HIGH-ENTROPY METAL FILMS

Yu. F. Ivanov[✉], N. A. Prokopenko, E. A. Petrikova,
V. V. Shugurov, A. D. Teresov

■ Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/3 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ yufi55@mail.ru

Abstract. High-entropy alloys (HEA) are multi-element materials and contain at least five elements of similar concentration. HEA are, as a rule, single-phase thermodynamically stable substitutional solid solutions, mainly based on a body-centered cubic and face-centered cubic crystal lattice. Solid solution stabilization during the crystallization of a high-entropy alloy is provided by the interaction of a number of factors, namely, a high mixing entropy and a low diffusion rate of components, and a low growth rate of crystallites from the melt. The purpose of this work was to obtain new

knowledge about the structure and properties of high-entropy films synthesized on a metal substrate during deposition of a multi-element metal plasma in argon atmosphere. The plasma was formed as a result of independent plasma-assisted electric arc cathodes of the following metals: Ti, Al, Cu, Nb, Z sputtering. As a result of the performed studies, the deposition mode was revealed, which allows the formation of films of various thicknesses of close to equiatomic composition. Transmission electron microscopy methods have established that the films are multilayer formations and have nanoscale amorphous-crystalline structure. Microhardness of the films significantly depends on the ratio of number of the forming elements and varies from 12 to 14 GPa, Young's modulus – from 230 to 310 GPa. Crystallization of the films was carried out by irradiation with a pulsed electron beam. As a result of processing, a two-phase state is formed. The main phase is α -NbZrTiAl with a volume-centered cubic crystal lattice with a parameter of 0.32344 nm; the second phase of CuZr composition has a simple cubic lattice.

Keywords: high-entropy alloy, substrate film, multi-element plasma, pulsed electron beam, structure, hardness, wear resistance, friction coefficient

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Foundation for Basic Research, grant No. 20-58-00006 (analysis of the HEA film structure) and by Russian Science Foundation, grant No. 19-19-00183, <https://rscf.ru/project/19-19-00183/> (production of HEA films).

The authors express their gratitude to O.S. Tolkachev for active participation in the work. The results of the TEM analysis were obtained on the basis of the Scientific and Educational Innovation Center “Nanomaterials and Nanotechnologies” of the National Research Tomsk Polytechnic University.

For citation: Ivanov Yu.F., Prokopenko N.A., Petrikova E.A., Shugurov V.V., Teresov A.D. Multilayer amorphous-crystalline high-entropy metal films. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):191–196. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-191-196>

ВВЕДЕНИЕ

Называемые высокоэнтропийными сплавы состоят из нескольких (как правило, пяти и более) основных элементов близкой концентрации в отличие от обычных сплавов с одним и редко двумя основными элементами и большим количеством легирующих элементов. Разработка таких сплавов указывает на появление новой парадигмы в дизайне современных материалов [1 – 3]. Как правило, высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) обладают уникальным сочетанием механических, трибологических, физических, химических и многих других свойств. В большинстве случаев ВЭС являются однофазными термодинамически стабильными твердыми растворами замещения, преимущественно на основе ОЦК или ГЦК кристаллической решетки [4].

Предполагается, что стабилизация твердого раствора при кристаллизации ВЭС обеспечивается высокой энтропией смешения компонентов сплава в жидком состоянии, искажением кристаллической решетки, замедлением диффузии атомов и так называемым «коктейльным эффектом» [5]. В многочисленных исследованиях показано, что ВЭС могут иметь наноразмерную структуру или даже находиться в аморфном состоянии, что является следствием низкой скорости диффузии элементов и малой скорости роста кристаллитов [6; 7].

В работе [8] показано, что ВЭС могут заменить жаропрочные сплавы на основе никеля и могут быть использованы в качестве высокотемпературного материала следующего поколения. Высказано мнение, что ввиду уникальности свойств использование ВЭС в качестве потенциального материала покрытия для высокотемпературных применений является весьма перспективным. В качестве примера приведены исследования покрытия ВЭС состава $\text{NiCo}_{0,6}\text{Fe}_{0,2}\text{Cr}_{1,5}\text{SiAlTi}_{0,2}$, обработанного SPS (электроискровое спекание) и APS (распыление атмосферной плазмой) методами, в сравнении с результатами испытания литого MCrAlY сплава. Авторы работы [8] пришли к выводу, что покрытия ВЭС, обработанные SPS и APS, могут заменить обычные MCrAlY сплавы в качестве наплавочного материала для высоко-

температурного применения из-за их значительной высокотемпературной твердости, хорошего сопротивления окислению, низкой теплопроводности при низком температурном расширении.

Авторы работы [5] считают, что фокус исследования ВЭС должен отойти от попыток получить однофазные сплавы эквиатомного состава и вместо этого разрабатывать сплавы, которые обладают правильным балансом механизмов упрочения и механических свойств. Подтверждая выводы авторов работы [5], в ряде работ [9 – 12] показано, что к высокоэнтропийным сплавам могут быть отнесены многокомпонентные сплавы неэквиатомного состава, к тому же не являющиеся однофазными твердыми растворами. По результатам, представленным в работах [13 – 15], к недостаткам ВЭС можно отнести то, что ВЭС из тугоплавких элементов обладают высокими плотностью (высокий удельный вес) и хрупкостью. Несмотря на то, что годовая публикационная активность в области исследований ВЭС (на основе анализа результатов поиска «высокоэнтропийные сплавы» в Scopus) [16; 17] стремительно возрастает, до настоящего времени нет единой точки зрения о природе формирования замечательных свойств этих материалов.

Целью выполненных исследований является получение новых знаний о структуре и свойствах ВЭС, синтезированных в виде тонких (до 5 мкм) пленок ионно-плазменным методом, заключающимся в осаждении многоэлементной металлической плазмы, которая создана электродуговым плазменно ассистированным одновременным независимым распылением катодов выбранных элементов.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве элементов, формирующих ВЭС, использованы титан, алюминий, медь, цирконий и ниобий. Подложками, на которые напыляли пленки ВЭС, являлись предварительно полированные образцы стали аустенитного класса 12X18H10T, сплава титана BT1-0 и твердого сплава ВК8. Формирование пленок ВЭС

толщиной до 5 мкм проводили на ионно-плазменной установке КВИНТА, разработанной в лаборатории плазменной эмиссионной электроники Института сильноточной электроники Сибирского отделения РАН и входящей в составе комплекса УНИКУУМ в перечень уникальных электрофизических установок России (<https://ckp-rf.ru/usu/434216/>) [18]. Часть пленок ВЭС была дополнительно облучена импульсным электронным пучком (установка СОЛО [19]) при следующих параметрах: длительность импульса пучка электронов 50 мкс; плотность энергии пучка электронов 20 Дж/см²; количество импульсов воздействия 3 при частоте следования импульсов 0,3 с⁻¹. Особенностью воздействия импульсного пучка электронов, позволяющей формировать ультрамелкую (вплоть до аморфного состояния) структуру, является сверхвысокая (до 10⁶ К/с) скорость охлаждения материала за счет теплоотвода в интегрально холодную подложку [20].

Исследования структуры, фазового и элементного составов пленок ВЭС осуществляли методами сканирующей и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии. Состояние кристаллической решетки анализировали методами рентгеноструктурного анализа. Механические свойства пленок определяли путем измерения микротвердости.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе работы были проведены эксперименты по нанесению многоэлементных пленок металлов, исследованы режимы генерации газо-металлической плазмы, исследовано радиальное распределение плотности ионного тока из плазмы для источников металлической и газовой плазмы, измерены скорости нанесения пленок отдельных компонентов, определен элементный состав пленки,

выполненный методами микрорентгеноспектрального анализа, выявлен оптимальный режим нанесения пленок ВЭС. Методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа выполнены исследования элементного и фазового составов, состояния дефектной субструктуры (относительная концентрация атомов, размеры, форма, расположение и объемная доля фаз, скалярная плотность дислокаций и тип дислокационной субструктуры, размер зерен и субзерен) сформированных ВЭС и ВЭС, облученных импульсным электронным пучком. Показано, что пленки ВЭС являются многослойным рентгеноаморфным материалом (рис. 1). Толщина слоев изменяется в пределах от 12 до 23 нм. Размер кристаллитов, формирующих слои, составляет 2 – 3 нм. Установлено, что твердость пленок ВЭС изменяется в пределах 12 – 14 ГПа, модуль Юнга – 230 – 310 ГПа.

Облучение пленки ВЭС импульсным электронным пучком (20 Дж/см², 50 мкс, 3 имп.) сопровождается высокоскоростной кристаллизацией материала с образованием ячеистой структуры (рис. 2).

Размер ячеек изменяется в пределах 300 – 600 нм. Ячейки окаймлены прослойками второй фазы. Толщина прослоек изменяется в пределах 20 – 110 нм. Объем ячеек сформирован фазой состава α -NbZrTiAl, имеющей ОЦК кристаллическую решетку с параметром 0,32344 нм; прослойки второй фазы образованы сплавом CuZr (простая кубическая решетка).

Твердость пленок, измеренная при нагрузке на индентор 30 мН, изменяется в пределах от 6,9 до 8,8 ГПа и снижается при увеличении плотности энергии пучка электронов. Установлено, что высокие значения твердости исследуемого материала обусловлены субструктурным (упрочнение границами субзерен, ячеек высокоскоростной кристаллизации), дисперсионным

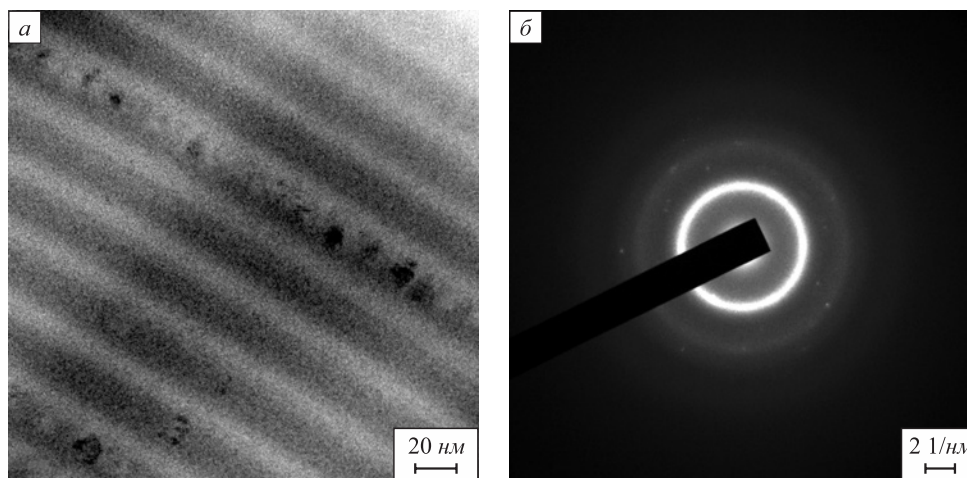


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение многослойной пленки ВЭС, сформированной в результате осаждения на подложку многоэлементной плазмы:
а – светлое поле; б – микроэлектроннограмма

Fig. 1. Electron microscopic image of HEA multilayer film formed as a result of multi-element plasma deposition on a substrate:
а – bright field; б – microelectron diffraction pattern

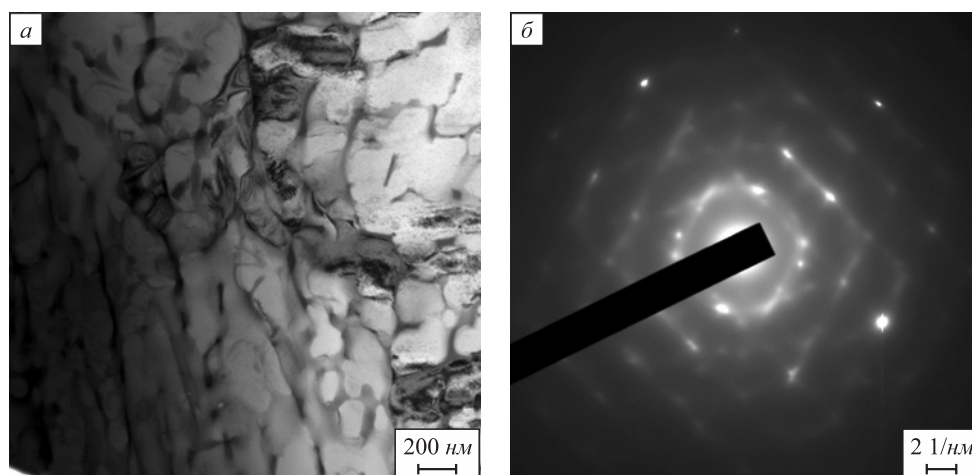


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение многослойной пленки ВЭС, сформированной в результате осаждения на подложку многоэлементной плазмы и дополнительно облученной импульсным электронным пучком: а – светлое поле; б – микроэлектроннограмма

Fig. 2. Electron-microscopic image of HEA multilayer film formed as a result of multi-element plasma deposition on a substrate and additionally irradiated with a pulsed electron beam: а – bright field; б – microelectron diffraction pattern

(упрочнение наноразмерными частицами второй фазы, расположенными по границам ячеек кристаллизации) и твердорастворным (упрочнение, имеющее место вследствие искажения кристаллической решетки атомами элементов, формирующих сплав) механизмами. Не следует также исключать упрочнение внутренними полями напряжений, формирующимися вследствие присутствия в материале фаз с различными коэффициентами термического расширения.

Выводы

Выявлен оптимальный режим нанесения пленок ВЭС (с позиции минимизации энергозатрат формирования ВЭС элементного состава, близкого к эквивалентному, обладающего высокими прочностными свойствами), позволивший сформировать многослойные аморфно-кристаллические пленки следующего элементного состава: 25,7Ti–17,0Al–21,9Nb–22,3Zr–13,6Cu. Установлено, что дополнительное облучение пленок импульсным электронным пучком приводит (в условиях высокоскоростного охлаждения) к формированию структуры ячеистой кристаллизации с субмикронным размером ячеек. Объем ячеек сформирован фазой состава α -NbZrTiAl, имеющей ОЦК кристаллическую решетку с параметром 0,32344 нм; по границам ячеек расположены прослойки второй фазы состава CuZr (простая кубическая решетка).

Полученные результаты позволяют рекомендовать экологически чистый, поддающийся полной автоматизации электронно-ионно-плазменный метод формирования ВЭС для оказания научных и технологических услуг, направленных на повышение служебных характеристик деталей и изделий различного назначения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Ye Y.F., Wang Q., Lu J., Liu C.T., Yang Y. High-entropy alloy: challenges and prospects. *Materials Today*. 2016;19(6): 349–362. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2015.11.026>
2. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Material Science and Engineering: A*. 2004;375-377: 213–218. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257>
3. Yeh J.-W., Chen S.-K., Lin S.-J., Gan J.-Y., Chin T.-S., Shun T.-T., Tsau C.-H., Chang S.-Y. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes. *Advanced Engineering Materials*. 2004;6(5):299–303. <https://doi.org/10.1002/adem.200300567>
4. Mao H., Chen H.L., Chen Q. TCHEA1: A thermodynamic database not limited for “high entropy” alloys. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2017;38:353–368. <https://doi.org/10.1007/s11669-017-0570-7>
5. Pickering E.J., Jones N.G. High-entropy alloys: A critical assessment of their founding principles and future prospects. *International Materials Reviews*. 2016;61(3):183–202. <https://doi.org/10.1080/09506608.2016.1180020>
6. Погребняк А.Д., Багдасарян А.А., Якущенко И.В., Береснев В.М. Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и нитридных покрытий на их основе. *Успехи химии*. 2014;83(11):1027–1061. <https://doi.org/10.1070/RCR4407>
Pogrebnyak A.D., Bagdasaryan A.A., Yakushchenko I.V., Beresnev V.M. The structure and properties of high-entropy alloys and nitride coatings based on them. *Russian Chemical Reviews*. 2014;83(11):1027–1061. (In Russ.). <https://doi.org/10.1070/RCR4407>
7. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*. 2017;122: 448–511. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

8. Praveen S., Kim H.S. High-entropy alloys: Potential candidates for high-temperature applications – An overview. *Advanced Engineering Materials*. 2018;20(1):1700645. <https://doi.org/10.1002/adem.201700645>
9. Nene S.S., Liu K., Frank M., Mishra R.S., Brennan R.E., Cho K.C., Li Z., Raabe D. Enhanced strength and ductility in a friction stir processing engineered dual phase high entropy alloy. *Scientific Reports*. 2017;7:16167. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-16509-9>
10. Li Zh., Körmann F., Grabowski B., Neugebauer J., Raabe D. Ab initio assisted design of quinary dual-phase high-entropy alloys with transformation-induced plasticity. *Acta Materialia*. 2017;136:262–270. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.07.023>
11. Basu S., Li Zh., Pradeep K.G., Raabe D. Strain rate sensitivity of a TRIP-assisted dual-phase high-entropy alloy. *Frontiers in Materials*. 2018;5. <https://doi.org/10.3389/fmats.2018.00030>
12. Li Zh., Tazan C.C., Springer H., Gault B., Raabe D. Interstitial atoms enable joint twinning and transformation induced plasticity in strong and ductile high-entropy alloys. *Scientific Reports*. 2017;7:40704. <https://doi.org/10.1038/srep40704>
13. Трофименко Н.Н., Ефимочкин И.Ю., Большакова А.Н. Проблемы создания и перспективы использования жаропрочных высокоэнтروпийных сплавов. *Авиационные материалы и технологии*. 2018;2(51):3–8. <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2018-0-2-3-8>
Trofimenko N.N., Efimochkin I.Yu., Bol'shakova A.N. Problems of creation and prospects of use of heat-resistant high-entropy alloys. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*. 2018; 2(51):3–8. (In Russ.). <https://doi.org/10.18577/2071-9140-2018-0-2-3-8>
14. Juan C.-C., Tsai M.-H., Tsai C.-W., Lin C.-M., Wang W.-R., Yang C.O.C., Chen S.-K., Lin S.-J., Yeh J.-W. Enhanced mechanical properties of HfMoTaTiZr and HfMoNbTaTiZr refractory high-entropy alloys. *Intermetallics*. 2015;62:76–83. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.03.013>
15. Schuh B., Mendez-Martin F., Völker B., George E.P., Clemens H., Pippan R., Hohenwarter A. Mechanical properties, microstructure and thermal stability of a nanocrystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy after severe plastic deformation. *Acta Materialia*. 2015;96:258–268. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.025>
16. Gu J., Zou J., Sun S.-K., Wang H., Yu S.-Y., Zhang J., Wang W., Fu Z. Dense and pure high-entropy metal diboride ceramics sintered from self-synthesized powders via boron/carbothermal reduction approach. *Science China Materials*. 2019;62(12):1898–1909. <https://doi.org/10.1007/s40843-019-9469-4>
17. Gromov V.E., Konovalov S.V., Ivanov Yu.F., Osintsev K.A. *Structure and Properties of High-Entropy Alloys*. Springer Nature Switzerland AG, 2021:110. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-78364-8>
18. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф., Тересов А.Д., Ахмадеев Ю.Х., Крысина О.В., Петрикова Е.А., Шугуров В.В., Лопатин И.В. Разработка комплексной технологии электронно-ионно-плазменного инжиниринга поверхности материалов и изделий. *Наноинженерия*. 2015;4(46):4–13. Koval' N.N., Ivanov Yu.F., Teresov A.D., Akhmadееv Yu.Kh., Krysinina O.V., Petrikova E.A., Shugurov V.V., Lopatin I.V. Development of complex technology of electronic ion-plasma engineering of a surface of materials and products. *Nanoinzheneriya*. 2015;4(46):4–13. (In Russ.).
19. Девятков В.Н., Коваль Н.Н., Щанин П.М. Получение высокоэнергетических электронно-ионных пучков в системах с плазменным эмиттером. *Известия вузов. Физика*. 2001;44(9):36–43. Devyatkov B.N., Koval' N.N., Shchanin P.M. Obtaining high-current low-energy electron beams in systems with plasma emitter. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2001;44(9):36–43. (In Russ.).
20. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке. *Известия вузов. Физика*. 2008;51(5):60–70. Koval' N.N., Ivanov Yu.F. Nanostructuring of surfaces of metaloceramic and ceramic materials by electron beams. *Izvestiya vuzov. Fizika*. 2008;51(5):60–70. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Юрий Федорович Иванов, д.ф.-м.н., профессор, главный научный сотрудник лаборатории плазменной эмиссионной электроники, Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-8022-7958
E-mail: yufi55@mail.ru

Никита Андреевич Прокопенко, младший научный сотрудник, Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-9381-872X
E-mail: nick08_phantom@mail.ru

Елизавета Алексеевна Петрикова, младший научный сотрудник лаборатории плазменной эмиссионной электроники, Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-1959-1459
E-mail: petrikova@opee.hcei.tsc.ru

Владимир Викторович Шугуров, научный сотрудник, Институт сильноточной электроники Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0001-6148-9442
E-mail: shugurov@opee.hcei.tsc.ru

Yurii F. Ivanov, Dr. Sci. (Phys.-Math.), Prof., Chief Researcher of the Laboratory of Plasma Emission Electronics, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-8022-7958
E-mail: yufi55@mail.ru

Nikita A. Prokopenko, Junior Researcher, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-9381-872X
E-mail: nick08_phantom@mail.ru

Elizaveta A. Petrikova, Junior Researcher of the Laboratory of Plasma Emission Electronics, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-1959-1459
E-mail: petrikova@opee.hcei.tsc.ru

Vladimir V. Shugurov, Research Associate, Institute of High Current Electronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0001-6148-9442
E-mail: shugurov@opee.hcei.tsc.ru

Антон Дмитриевич Тересов, научный сотрудник, Институт
сильноточной электроники Сибирского отделения РАН
ORCID: 0000-0002-5363-0108
E-mail: tad514@yandex.ru

Anton D. Teresov, Research Associate, Institute of High Current Elec-
tronics, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences
ORCID: 0000-0002-5363-0108
E-mail: tad514@yandex.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Ю. Ф. Иванов – формулирование концепции работы, написание
текста статьи, проведение электронно-микроскопических иссле-
дований, анализ и обсуждение результатов.

Н. А. Прокопенко – проведение процессов нанесения ВЭС покры-
тий, выявление оптимальных режимов напыления.

В. В. Шугуров – подготовка образцов и оборудования для нанесе-
ния ВЭС покрытий; обсуждение режимов, анализ результатов.

Е. А. Петрикова – проведение механических испытаний
полученных покрытий, проведение исследований поверхности
образцов методами сканирующей электронной микроскопии,
обсуждение результатов.

А. Д. Тересов – подбор оптимальных режимов электронно-пуч-
ковой обработки образцов, проведение облучения, обсуждение
результатов.

Yu. F. Ivanov – formulation of the work concept, writing the text,
conducting electron microscopic studies, analysis and discussion of
the results.

N. A. Prokopenko – applying HEA coatings, identification of the opti-
mal spraying modes.

V. V. Shugurov – preparation of the samples and equipment for apply-
ing HEA coatings, discussion of modes, analysis of the results.

E. A. Petrikova – conducting mechanical tests of the obtained coat-
ings, conducting studies of the samples surface by scanning electron
microscopy, discussion of the results.

A. D. Teresov – selection of optimal modes of the samples electron
beam processing, conducting irradiation, discussion of the results.

Поступила в редакцию 24.08.2022

После доработки 24.09.2022

Принята к публикации 10.01.2023

Received 24.08.2022

Revised 24.09.2022

Accepted 10.01.2023

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIAL SCIENCE



УДК 621:538.911:538.951

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-197-205



Оригинальная статья

Original article

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЕ АДДИТИВНОЕ ПРОИЗВОДСТВО КОМПОЗИЦИОННОГО СПЛАВА ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ И АЛЮМИНИЕВОЙ БРОНЗЫ: МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

А. П. Зыкова[✉], А. О. Панфилов, А. В. Чумаевский,
А. В. Воронцов, С. Ю. Тарасов

Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический 2/4)

✉ zykovaap@mail.ru

Аннотация. Исследованы микроструктура, фазовый состав и механические характеристики композита сталь – бронза, полученного методом электронно-лучевого аддитивного производства с одновременной подачей проволок алюминиевой бронзы БрАМц9-2 и нержавеющей стали 06Х18Н9Т. Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что композит содержит 25 % (об.) алюминиевой бронзы и это приводит к формированию трехфазной структуры, состоящей из зерен γ -Fe, α -Fe и α -Cu. По данным сканирующей электронной микроскопии объемная доля аустенита, феррита и бронзы в композите сталь – 25 % бронзы составляет 40,7, 35,7 и 23,6 % соответственно. Неравновесные условия процесса электронно-лучевого аддитивного производства приводят к выделению дисперсных частиц в зернах аустенита и феррита. В зернах аустенита выделяются дисперсионно упрочняемые частицы меди со средним размером частиц 40 нм, объемная доля которых составляет 47 %. В зернах феррита выделяются дисперсионно упрочняемые частицы NiAl с объемной долей 20 %, средний размер которых составляет 44 нм. Данные просвечивающей электронной микроскопии свидетельствуют о когерентном сопряжении решеток дисперсионно упрочняемых частиц с матрицей. Такая структура композита обеспечивает повышение предела текучести и предела прочности в среднем на 400 и 600 МПа по сравнению с пределом текучести и пределом прочности стали 06Х18Н9Т, полученной электронно-лучевым аддитивным производством без добавления бронзы. Микротвердость композита в среднем составляет 2,2 ГПа, что на 0,4 ГПа выше, чем у стали 06Х18Н9Т, полученной электронно-лучевым аддитивным производством без добавления бронзы.

Ключевые слова: электронно-лучевая аддитивная технология, двухпроволочное аддитивное производство, алюминиевая бронза, аустенитная сталь, композит сталь – бронза, микроструктура, механические свойства

Благодарности: Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки ведущих научных школ НШ-1174.2022.4 и государственного задания Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН, проект FWRW-2021-0012. Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН.

Авторы выражают благодарность профессору А.И. Лоткову за ценные замечания, которые помогли улучшить статью.

Для цитирования: Зыкова А.П., Панфилов А.О., Чумаевский А.В., Воронцов А.В., Тарасов С.Ю. Электронно-лучевое аддитивное производство композиционного сплава из нержавеющей стали и алюминиевой бронзы: микроструктура и механические характеристики. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):197–205. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-197-205>

ELECTRON BEAM ADDITIVE MANUFACTURING OF COMPOSITE ALLOY FROM STAINLESS STEEL AND ALUMINUM BRONZE: MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES

A. P. Zykova[✉], A. O. Panfilov, A. V. Chumaevskii,
A. V. Vorontsov, S. Yu. Tarasov

Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

✉ zykovaap@mail.ru

Abstract. The authors investigated the microstructure, phase composition and mechanical properties of the steel-bronze composite obtained by electron beam additive manufacturing with simultaneous supply of aluminum bronze wires BrAMc9-2 and stainless steel 06Kh18N9T. X-ray diffraction analysis revealed that the composite contains 25 % (vol.) of aluminum bronze, which leads to the formation of a three-phase structure consisting of γ -Fe, α -Fe and α -Cu grains. According to scanning electron microscopy, the volume fraction of austenite, ferrite and bronze in the steel – 25 % bronze composite is 40.7, 35.7 and 23.6 %, respectively. Unstable conditions of the electron beam additive manufacturing process lead to the release of dispersed particles in austenite and ferrite grains. Dispersion-hardened copper particles with an average particle size of 40 nm, the volume fraction of which is 47 %, are isolated in austenite grains. Dispersion-hardened NiAl particles with a volume fraction of 20 % are isolated in ferrite grains, the average size of which is 44 nm. Transmission electron microscopy data indicate the coherent conjugation of arrays of dispersion-hardened particles with the matrix. Such a composite structure provides an increase in yield strength and tensile strength by an average of 400 and 600 MPa compared with yield strength and tensile strength of 06Kh18N9T steel obtained by electron beam additive manufacturing without bronze addition. Microhardness of the composite is on average 2.2 GPa, which is 0.4 GPa higher than that of 06Kh18N9T steel obtained by electron beam additive manufacturing without bronze addition.

Keywords: electron beam additive technology, two-wire additive manufacturing, aluminum bronze, austenitic steel, steel – bronze composite, microstructure, mechanical properties

Acknowledgements: The work was supported by the grant No. NSh-1174.2022.4 of the President of the Russian Federation for state support of leading scientific schools. The work was also performed within the framework of the state task of the Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, projects FWRW-2021-0012. The research was carried out using the equipment of the Research Center “Nanotech” of the Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences. The authors express their gratitude to Professor A.I. Lotkov for valuable comments on the article.

For citation: Zyкова А.П., Панфилов А.О., Чумаевский А.В., Воронцов А.В., Тарасов С.Ю. Electron beam additive manufacturing of composite alloy from stainless steel and aluminum bronze: Microstructure and mechanical properties. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):197–205. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-197-205>

ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее производительных методов аддитивного производства (АП) является электронно-лучевое аддитивное производство (ЭЛАП) [1 – 3]. В качестве исходного сырья используется металлическая проволока, подача которой осуществляется в фокусное пятно электронного пучка. При плавлении проволоки образуется ванна расплава, далее наносимый слой кристаллизуется [4]. В отличие от порошковых методов ЭЛАП не позволяет изготавливать изделия сложной геометрии с небольшими (до 1 мм) размерами элементов, однако он обладает преимуществами, заключающимися в получении более качественных и бездефектных изделий, чего крайне проблематично достигнуть порошковыми технологиями [5; 6]. При изготовлении изделий методом ЭЛАП процесс протекает в условиях вакуума, что исключает попадание загрязнений в заготовку, окисление и устраняет газовую пористость получаемых материалов [7 – 9].

Аустенитная нержавеющая сталь благодаря своей превосходной коррозионной стойкости, высокотемпературным механическим свойствам и хорошей способности к обработке и сварке широко используется в химическом производстве, машиностроении, при производстве высокотемпературных болтов, ядерных реакторов. Изготовление стальных деталей сложной формы традиционными методами – сложный, дорогостоящий и трудоемкий процесс. Совершенствование АП может значительно ускорить и упростить производство деталей сложной формы, что приведет к снижению себестоимости продукции и положительно скажется на развитии многих отраслей промышленности. Но широкое использование АП ограничено некоторыми пробле-

мами: процессы АП характеризуются высокими температурными градиентами и скоростями охлаждения (зависящими как от этих градиентов, так и от повторных нагревов), что может приводить к формированию неоднородной структуры и фазового состава [10 – 12]. Изделия из нержавеющей стали, полученные селективным лазерным плавлением, анизотропны по структуре и механическим свойствам, что обусловлено высоким отношением ширины ванны расплава к толщине слоя [10 – 12]. Кроме того, такие изделия имеют и недоплавленные частицы порошка [13 – 15]. Избежать таких дефектов возможно при использовании технологии прямого лазерного спекания порошка нержавеющей стали с последующей пропиткой бронзой [16; 17]. Такая технология не только позволяет снизить пористость и повысить плотность образцов, но и приводит к повышению предела текучести и предела прочности изделий.

Получение изделий из нержавеющей стали методом проволоочной ЭЛАП позволяет избежать возникновения газовой пористости, однако остаются проблемы с образованием крупных столбчатых зерен вследствие низких скоростей охлаждения. Кроме того, при первичной кристаллизации столбчатых зерен аустенита в междендритных пространствах может кристаллизоваться δ -феррит, наличие которого ухудшает коррозионную стойкость стали [6; 7; 9]. Улучшения механических свойств путем устранения столбчатых зерен и их измельчения в изделиях из нержавеющей стали можно достичь при использовании ультразвука при ЭЛАП [18]. При такой комбинированной технологии достигается снижение содержания δ -феррита на 2 %.

Поскольку существуют большие различия между металлургическими процессами при АП с использо-

ванием порошков и проволок, то возникает вопрос об особенностях структурообразования композита при непосредственном введении нержавеющей стали и алюминиевой бронзы в ванну расплава. В связи с этим целью настоящей работы являлось исследование структурно-фазового состояния и механических характеристик композита сталь–бронза, полученного методом электронно-лучевого аддитивного производства с одновременной подачей двух проволок.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Методом ЭЛАП были получены заготовки композита сталь – 25 % бронзы размерами 80×120×8 мм. В качестве сырья использовались проволоки диаметром 1,6 мм из нержавеющей аустенитной стали марки 06X18H9T и алюминиевой бронзы марки БрАМц9-2. В качестве подложки использовалась пластина из нержавеющей стали толщиной 10 мм. Схема процесса получения композита сталь – 25 % бронзы представлена на рис. 1. Для получения композита использовалась установка ЭЛАП, оснащенная двумя податчиками проволоки (рис. 1). Параметры наплавки: ускоряющее напряжение пучка 30 кВ; ток пучка изменялся при печати от 77 до 44 мА; скорость перемещения стола составляла 400 мм/мин. Необходимое процентное соотношение стали и бронзы поддерживалось во время наплавки автоматическим регулированием соответствующего соотношения скоростей подачи проволок. Скорость подачи проволок 06X18H9T и БрАМц9-2 составляла 1300 и 250 мм/мин. В итоге был получен композит с объемным соотношением нержавеющая сталь:бронза 75:25.

Для исследования структурно-фазового состава и механических свойств образцы вырезались согласно схеме, представленной на рис. 1. Образцы композита сталь – 25 % бронзы подвергали традиционной пробоподготовке, включающей стадии шлифовки на наждачной бумаге (основа Al_2O_3) и полировки на алмазных пастах (с зернистостью 14/10, 3/2 и 1/0). Для выявления элементов микроstructures полированную поверхность композита подвергали химическому травлению в реактиве: 30 мл $HCl + 5 г FeCl_3 - 6H_2O + 60 мл H_2O$.

Микроструктуру и химический состав образцов исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ, Thermo Fisher Scientific Apreo S LoVac), оснащенного энергодисперсионным спектрометром (EDS). Средний размер зерен определяли методом секущих [19]. Фазовый состав исследовали на рентгеновском дифрактометре ДРОН-7 (CoK_α -излучение). Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ, JEOL-2100) использовалась для выявления микроструктурных особенностей композита. Микротвердость измеряли методом Виккерса на микротвердомере Duramin 5 с нагрузкой 100 г и шагом 1 мм. Испытания на одноосное растяжение проводили на универсальной

испытательной машине УТС-110М. Для испытаний на растяжение вырезали лопатки во взаимно перпендикулярных направлениях по схемам, представленным на рис. 1.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

По данным РФА композит сталь – 25 % бронзы состоит из γ -Fe, α -Fe и α -Cu (рис. 2). Таким образом можно предположить, что в результате сплавления нержавеющей стали и алюминиевой бронзы происходит превращение части аустенита в феррит.

По изображениям структур композита, полученным в режиме обратно-отраженных электронов (BSE) (то есть в режиме фазового контраста), можно видеть, что в микроструктуре композита сталь – 25 % бронзы присутствуют по крайней мере три фазы (рис. 3, а, б). Аустенит представлен светло-серыми дендритами (рис. 3, б). Элементный состав аустенитной фазы пропорционален составу исходной проволоки, но дополнительно обогащен примерно до 6 % Al и до 8 % Cu (ат.) (рис. 3, б; табл. 1, спектры 4 – 7). Средний размер зерен γ -Fe составляет примерно 4,3 мкм.

Светлые области соответствуют твердому раствору на основе меди, что подтверждается картами распределения химических элементов (рис. 3, б, з). Согласно EDS анализу в твердом растворе на основе α -Cu содержится примерно до 2 % Cr, 6 % Fe и 5 % Ni (ат.) (рис. 3, б; табл. 1, спектры 1 – 3). Средний размер зерен α -Cu составляет примерно 3,1 мкм.

Между частицами α -Cu располагаются темно-серые области, соответствующие пересыщенному твердому раствору хрома в α -Fe (рис. 3, б). В процессе перемеще-

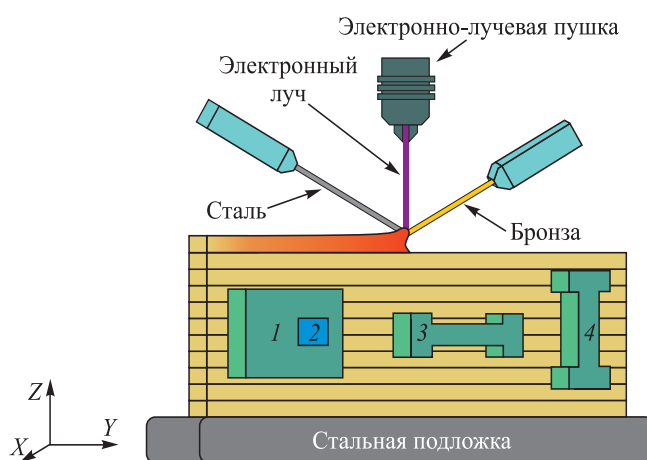


Рис. 1. Схема печати композита сталь – 25 % бронзы и схема вырезки образцов для исследований; 1, 2 – образцы для структурно-фазового исследования; 3, 4 – образцы для испытаний на растяжение

Fig. 1. Deposition path of steel – 25 % bronze composite and scheme of samples cutting for examination; 1, 2 – samples for microstructural and phase studies; 3, 4 – samples for tensile tests

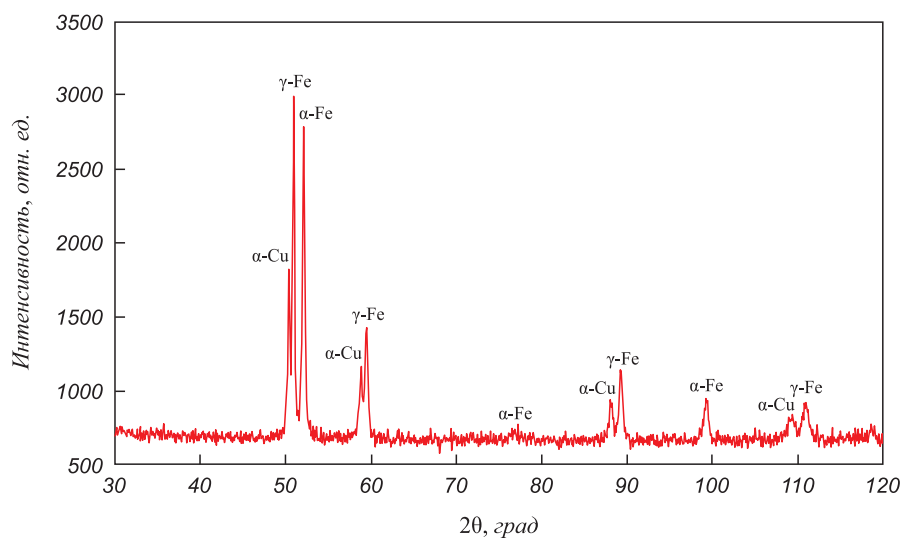


Рис. 2. Рентгенограмма композита сталь – 25 % бронзы

Fig. 2. XRD pattern of steel – 25 % bronze composite

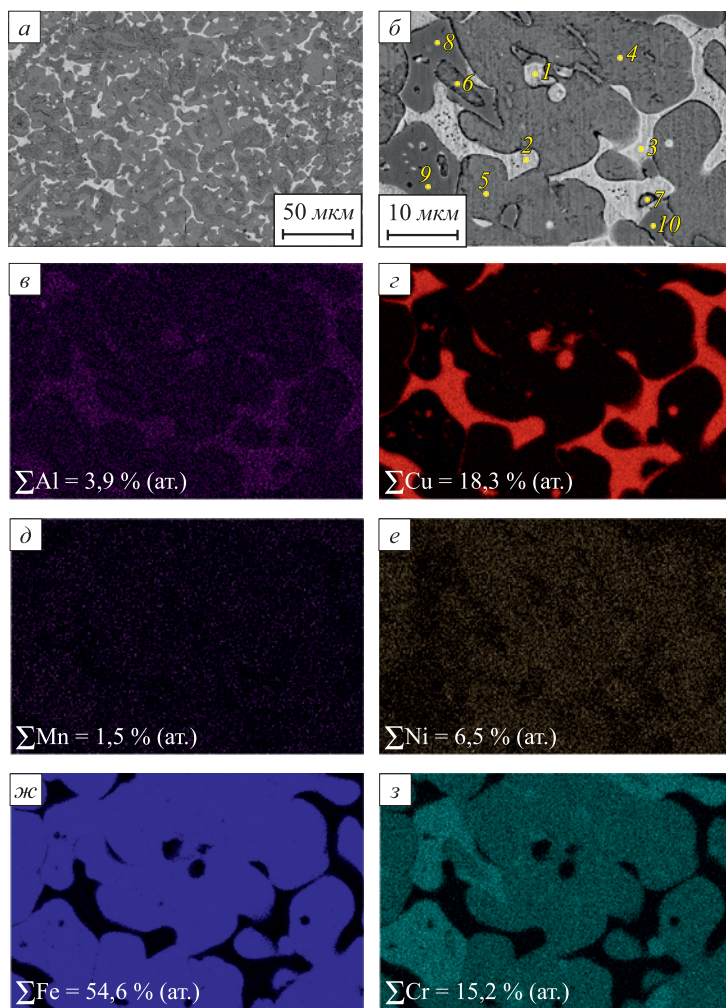


Рис. 3. РЭМ изображения в режиме BSE (*a, б*); карты распределения алюминия, меди, марганца, никеля, железа, хрома (*в – з*), снятых с участка *б*: *1 – 10* – EDS спектры, снятые локально в указанных точках (табл. 1)

Fig. 3. SEM-BSE images (*a, б*), distribution maps of chemical elements (*в – з*) from section *б*: *1 – 10* – EDS spectra in selected points (Table 1)

Т а б л и ц а 1

Данные EDS анализа композита сталь – 25 % бронзы

Table 1. EDS analysis of the steel – 25 % bronze composite obtained by SEM

Спектр	Содержание, % (ат.), элемента								Предполагаемая фаза
	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	
1	8,7	0,2	0,5	2,1	1,6	6,2	5,1	75,6	α -Cu
2	9,6	0,5	0,4	1,7	1,6	5,5	4,7	76,0	α -Cu
3	9,0	0,3	0,5	1,7	1,6	5,5	4,4	77,1	α -Cu
4	3,2	0,5	0,8	16,1	1,4	62,2	8,2	7,6	γ -Fe
5	3,2	0,6	0,7	16,1	1,4	62,8	8,2	7,0	γ -Fe
6	3,2	0,6	0,7	17,0	1,5	62,0	7,0	8,0	γ -Fe
7	5,5	0,7	0,5	13,0	1,4	64,2	6,7	8,0	γ -Fe
8	3,0	0,8	0,5	22,7	1,5	65,9	4,0	1,7	α -Fe
9	3,2	0,8	0,6	21,4	1,5	63,8	4,3	4,5	α -Fe
10	3,4	0,8	0,6	21,7	1,6	63,8	4,5	3,7	α -Fe

шивания компонентов в ванне расплава, а также в твердом состоянии атомы никеля могут диффундировать и растворяться в α -Cu. Это хорошо видно из карт распределения химических элементов (рис. 3, e, з), где частицы, принадлежащие ферриту, обедняются никелем (до 4 % (ат.)) и обогащаются хромом (до 22,7 % (ат.)). Средний размер зерен α -Fe составляет 3,3 мкм. По данным РЭМ объемная доля аустенита, феррита и бронзы в композите сталь – 25 % бронзы составляет 40,7, 35,7 и 23,6 % соответственно.

Карты распределения элементов также свидетельствуют о том, что в объеме аустенитных зерен содержатся частицы меди (рис. 3, z), а в областях α -Cu присутствуют атомы никеля (рис. 3, e). Характерно расположение областей с повышенным содержанием атомов хрома на периферии аустенитных зерен, то есть вблизи областей α -Cu (рис. 3, з), которые также обеднены по никелю по сравнению с основным фоном (рис. 3, e). Такое изменение величины хромоникелевого эквивалента происходит вследствие растворения атомов никеля в α -Cu и приводит к образованию твердого раствора на основе феррита.

Более детальное исследование микроструктуры композита сталь – 25 % бронзы методом ПЭМ показало, что внутри частиц α -Fe присутствуют сферические частицы NiAl (рис. 4, a – в). На границе между ферритом и бронзой формируются протяженные частицы NiAl, которые хорошо видны на темнопольном изображении (рис. 4, в). EDS анализ частиц NiAl подтверждает стехиометрический состав данной фазы (рис. 4, a, спектр 2; табл. 2). Средний размер частиц NiAl в α -Fe составляет $44 \pm 1,4$ нм.

На рис. 4, d представлен увеличенный фрагмент микроструктуры композита и микродифракция с прослойки между зернами аустенита и феррита. Микродифракция, полученная с прослойки, позволяет идентифицировать наличие ГЦК фазы с параметром решетки $a = 3,60$ Å, соответствующей как γ -Fe, так и α -Cu. Поскольку анализируемая область содержит большое количество меди (рис. 4, d, спектр 4; табл. 2), можно утверждать, что это твердый раствор на основе меди, обогащенный атомами хрома, железа и никеля. Темнопольное изображение, полученное в рефлексе ($\bar{1}11$) α -Cu (рис. 4, e), свидетельствует о том, что

Т а б л и ц а 2

Данные EDS анализа композита сталь – 25 % бронзы

Table 2. EDS analysis of the of steel – 25 % bronze composite obtained by TEM

Спектр	Содержание, % (ат.), элемента								Предполагаемая фаза
	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	
1	5,7	1,1	1,7	20,7	0,9	57,7	6,5	5,7	α -Fe
2	41,8	–	1,3	0,8	2,1	6,9	38,3	8,7	NiAl
3	3,8	1,4	–	16,2	1,3	61,8	7,4	8,1	γ -Fe
4	10,7	–	–	0,9	1,4	3,6	5,6	77,8	α -Cu

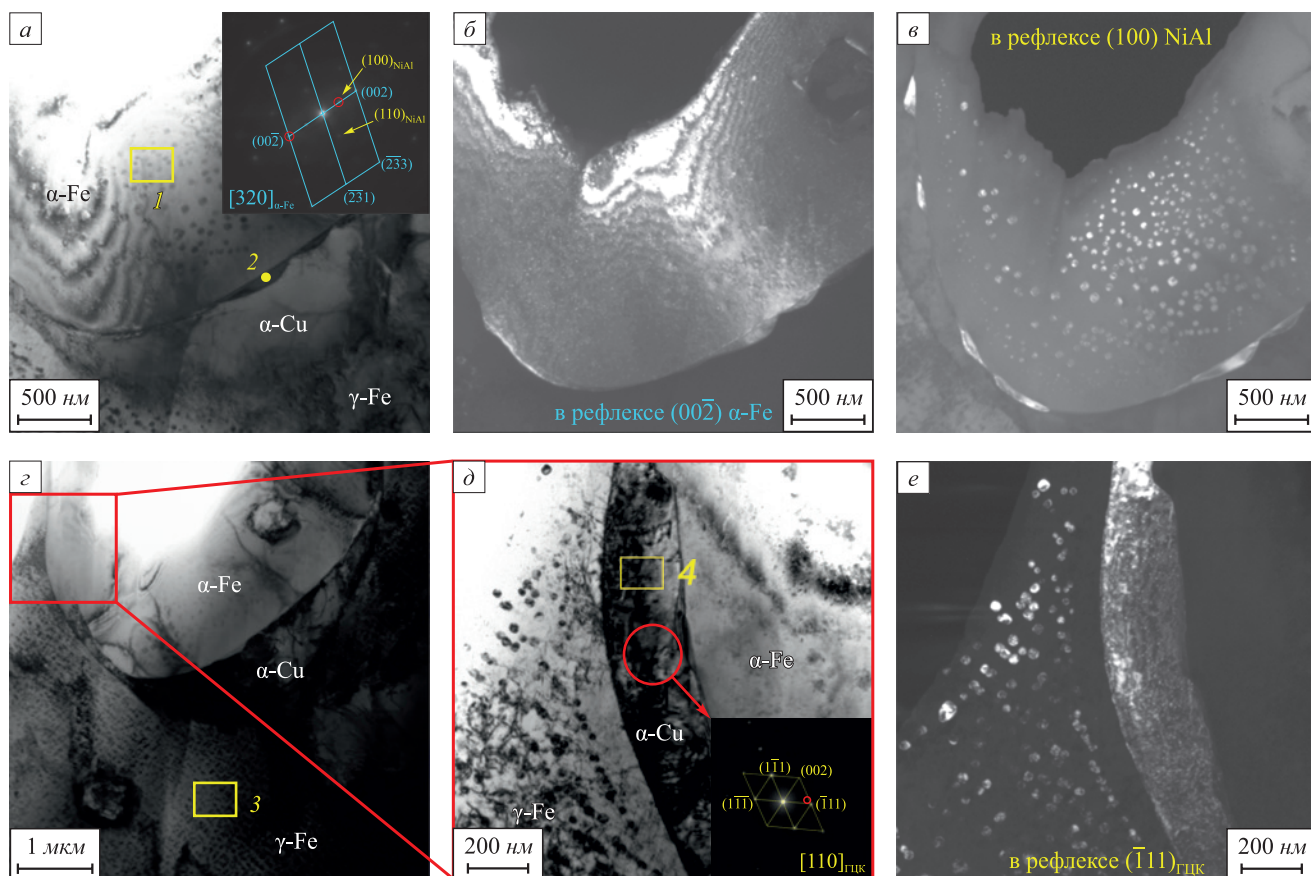


Рис. 4. Светлопольное ПЭМ-изображение фрагмента микроструктуры композита сталь – 25 % бронзы (а, з); темнопольные изображения (б, в), полученные в рефлексах $(002)_{\alpha\text{-Fe}}$ и $(100)_{\text{NiAl}}$ на микродифракции с участка (а); светлопольное изображение (д) участка (з); темнопольное изображение (е) в рефлексе $(111)_{\text{ГЦК}}$

Fig. 4. TEM bright-field (а, з) images of microstructures of as-deposited steel – 25 % bronze (а, з); dark-field images (б, в) obtained using $(002)_{\alpha\text{-Fe}}$ and $(100)_{\text{NiAl}}$ from SAED pattern (а); bright-field image (д) of section (з); dark-field image (е) obtained using $(111)_{\text{FCC}}$

в $\gamma\text{-Fe}$ присутствуют мелкодисперсные частицы меди. Средний размер этих частиц составляет примерно $40 \pm 1,4$ нм (рис. 4, е). Эти частицы предположительно могли быть сформированы в $\gamma\text{-Fe}$ за счет уменьшения растворимости меди и выделения атомов меди из пересыщенного твердого раствора $\gamma\text{-Fe}$ при охлаждении.

На рис. 5 представлены профили микротвердости стали марки 06X18H9T и композита сталь – 25 % бронзы. Профиль распределения значений микротвердости стали 06X18H9T скачкообразный, что связано с присутствием достаточно большой доли δ -феррита и неоднородностями дендритной микроструктуры [18]. Значения микротвердости композита сталь – 25 % бронзы в среднем достигают $2,2 \pm 0,03$ ГПа, что примерно на 0,4 ГПа выше, чем микротвердость стали, полученной ЭЛАП без добавления бронзы. Более высокие значения микротвердости (до 2,9 ГПа) композита сталь – 25 % бронзы связаны с попаданием индентора в зерна аустенита. Более низкие значения микротвердости (до 2 ГПа) соответствуют попаданию индентора на границу ферритно-бронзовых зерен (рис. 5).

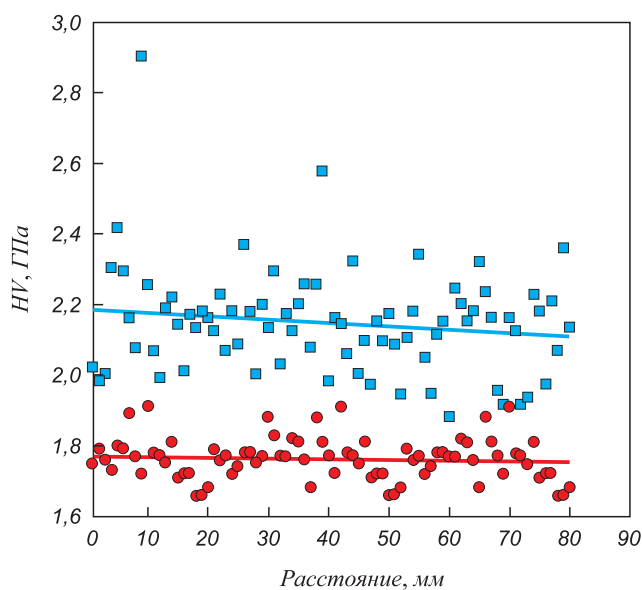


Рис. 5. Профили распределения микротвердости стали марки 06X18H9T (●) и композита сталь – 25 % бронзы (■)

Fig. 5. Microhardness distribution profiles for steel 06Kh18N9T (●) and steel – 25 % bronze composite (■)

Т а б л и ц а 3

Механические свойства стали
марки 06X18H9T и композита сталь – 25 % бронзы,
полученных ЭЛАП

Table 3. Mechanical properties
of steel 06Kh18N9T and steel – 25 % bronze composite
obtained by EBAM

Образец	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	Относительное удлинение, %
06X18H9T	300 ± 15	610 ± 30	35 ± 2
сталь – 25 % бронзы	840 ± 42	1200 ± 57	29 ± 2

Значения механических характеристик композита сталь – 25 % бронзы представлены в табл. 3. Для сравнения, пределы текучести и прочности стали марки 06X18H9T, полученной ЭЛАП без добавления бронзы, составляют примерно 300 и 610 МПа соответственно (табл. 3). Предел текучести и предел прочности композита сталь – 25 % бронзы повышаются до 840 ± 42 и 1200 ± 57 МПа соответственно. При этом значения относительного удлинения композита снижаются незначительно по сравнению с относительным удлинением стали марки 06X18H9T (табл. 3).

Таким образом, в результате введения расплавов двух проволок в ванну произошло перемешивание и взаимная диффузия компонентов сплавов. Это привело к изменению никельхромового эквивалента и образованию зерен твердого раствора на основе α -Fe в областях γ -Fe, примыкающих к твердому раствору на основе α -Cu. При этом произошло обогащение феррита хромом, что и привело к $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращению в результате охлаждения. В литературе также встречаются данные, подтверждающие $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращение при получении композиционных структур сталь – бронза проволоочной дуговой аддитивной технологией [19; 20].

Выводы

Проведено исследование структуры и механических свойств композита, полученного при сплавлении 25 % (об.) алюминиевой бронзы БрАМц9-2 с аустенитной нержавеющей сталью в условиях электронно-лучевой аддитивной плавки с одновременной подачей двух проволок. Исследования показали, что в композите сталь – 25 % бронзы формируется бездефектная трехфазная структура, состоящая из аустенита, феррита и бронзы. Преобладающими фазами в композите сталь – 25 % бронзы являются аустенит и феррит, дисперсионно-упрочненные частицами меди и NiAl соответственно. Полученный композит обладает повышенной микротвердостью (на 0,4 ГПа) по сравнению со сталью, полученной ЭЛАП без добавления бронзы.

Увеличение предела текучести и предела прочности композита сталь – 25 % бронзы составило в среднем 400 и 600 МПа соответственно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Stawovy M.T. Comparison of LCAC and PM Mo deposited using Sciaky EBAM™. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2018;73:162–167. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2018.02.009>
2. Madhavadas V., Srivastava D., Chadha U., Raj S.A., Sultan M.T.H., Shahar F.S., Shah A.U.M. A review on metal additive manufacturing for intricately shaped aerospace components. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*. 2022;39:18–36. <https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2022.07.005>
3. Le V.T., Paris H. Impact of total build height and batch size on environmental performance of electron beam melting. *Procedia CIRP*. 2018;69:112–117. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2017.11.013>
4. Galati M. Electron beam melting process: A general overview. In: *Handbooks in Advanced Manufacturing. Chapter 8*. 2021:277–301. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818411-0.00014-8>
5. Yin Q., Chen G., Cao H., Zhang G., Zhang B., Wei S. Transformation law of microstructure evolution and mechanical properties of electron beam freeform fabricated 321 austenitic stainless steel. *Vacuum*. 2021;194:110594. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110594>
6. Tarasov S.Yu., Filippov A.V., Shamarin N.N., Fortuna S.V., Maier G.G., Kolubaev E.A. Microstructural evolution and chemical corrosion of electron beam wire-feed additively manufactured AISI 304 stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019;803:364–370. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.246>
7. Panin V.E., Narkevich N.A., Durakov V.G., Shulepov I.A. Control of the structure and wear resistance of a carbon-nitrogen austenitic steel coating produced by electron beam cladding. *Physical Mesomechanics*. 2021;24:53–60. <https://doi.org/10.1134/S1029959921010082>
8. Zykova A., Nikonov S., Utyaganova V., Shamarin N., Ivanov A., Chumaevskii A. Process control features of electron-beam additive manufacturing of austenitic stainless steel. *Procedia Structural Integrity*. 2020;30:216–223. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.12.033>
9. Wanjara P., Brochu M., Jahazi M. Electron beam freeforming of stainless steel using solid wire feed. *Materials & Design*. 2007;28(8):2278–2286. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.08.008>
10. Yadollahi A., Shamsaei N., Thompson S.M., Seely D.W. Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2015;644:171–183. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.056>
11. Suryawanshi J., Prashanth K.G., Ramamurtya U. Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel.

- Materials Science and Engineering: A*. 2017;696:113–121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.058>
12. Casati R., Lemke J., Vedani M. Microstructure and fracture behavior of 316L austenitic stainless steel produced by selective laser melting. *Journal of Materials Science & Technology*. 2016;32(8):738–744. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.06.016>
 13. Narasimharaju S.R., Zeng W., See T.L., Zhu Z., Scott P., Jiang X., Lou S. A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends. *Journal of Manufacturing Processes*. 2022; 75:375–414. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.033>
 14. Leo P., D'Ostuni S., Perulli P., Sastre M.A.C., Fernández-Abia A.I., Barreiro J. Analysis of microstructure and defects in 17-4 PH stainless steel sample manufactured by Selective Laser Melting. *Procedia Manufacturing*. 2019;41:66–73. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.07.030>
 15. Cacace S., Demir A.G., Semeraro Q. Densification mechanism for different types of stainless steel powders in Selective Laser Melting. *Procedia CIRP*. 2017;62:475–480. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.06.010>
 16. Lu S.L., Meenashisundaram G.K., Wang P., Nai S.M.L., Wei J. The combined influence of elevated pre-sintering and subsequent bronze infiltration on the microstructures and mechanical properties of 420 stainless steel additively manufactured via binder jet printing. *Additive Manufacturing*. 2020;34: 10126. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101266>
 17. Pavankumar G., Elangovan M. Study on effect of post processing on Direct Metal LASER sintered 420 stainless steel infiltrated with bronze. *Materials Today: Proceedings*. 2018; 5(11):Part 3:24476–24485. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.244>
 18. Vorontsov A., Astafurov S., Melnikov E., Moskvina V., Kolubaev E., Astafurova E. The microstructure, phase composition and tensile properties of austenitic stainless steel in a wire-feed electron beam melting combined with ultrasonic vibration. *Materials Science and Engineering: A*. 2021;820: 141519. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141519>
 19. Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. *Металлофизика высокопрочных сплавов*. Москва: Металлургия; 1986:312. Gol'dshtein M.I., Litvinov V.S., Bronfin B.M. *Metallophysics of High-Strength Alloys*. Moscow: Metallurgiya; 1986: 312. (In Russ.).
 20. Kucita P., Wang S.C., Li W.S., Cook R.B., Starink M.J. The effects of substrate dilution on the microstructure and wear resistance of PTA Cu–Al–Fe aluminium bronze coatings. *Wear*. 2019;440–441:203102. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.203102>
 21. Tao X.P., Zhang S., Zhang C.H., Wu C.L., Chen J., Abdullah A.O. Effect of Fe and Ni contents on microstructure and wear resistance of aluminum bronze coatings on 316 stainless steel by laser cladding. *Surface and Coatings Technology*. 2018;342:76–84. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.02.032>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Анна Петровна Зыкова, к.ф.-м.н., старший научный сотрудник, заведующий лабораторией структурного дизайна перспективных материалов, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

ORCID: 0000-0001-8779-3784

E-mail: zykovaap@mail.ru

Александр Олегович Панфилов, аспирант, младший научный сотрудник лаборатории структурного дизайна перспективных материалов, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

ORCID: 0000-0001-8648-0743

E-mail: alexpl@ispms.ru

Андрей Валерьевич Чумаевский, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

ORCID: 0000-0002-1983-4385

E-mail: tch7av@gmail.com

Андрей Владимирович Воронцов, к.т.н., научный сотрудник лаборатории локальной металлургии в аддитивных технологиях, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

ORCID: 0000-0002-4334-7616

E-mail: vav@ispms.ru

Сергей Юльевич Тарасов, д.т.н., главный научный сотрудник лаборатории физики упрочнения поверхности, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

ORCID: 0000-0003-0702-7639

E-mail: tsy@ispms.ru

Anna P. Zykova, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Head of the Laboratory of Structural Design of Advanced Materials, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0001-8779-3784

E-mail: zykovaap@mail.ru

Aleksandr O. Panfilov, Postgraduate, Junior Researcher of the Laboratory of Structural Design of Advanced Materials, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0001-8648-0743

E-mail: alexpl@ispms.ru

Andrei V. Chumaevskii, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Local Metallurgy in Additive Technologies, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-1983-4385

E-mail: tch7av@gmail.com

Andrei V. Vorontsov, Cand. Sci. (Eng.), Research Associate of the Laboratory of Local Metallurgy in Additive Technologies, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-4334-7616

E-mail: vav@ispms.ru

Sergei Yu. Tarasov, Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher of the Laboratory of Physics of Surface Hardening, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0003-0702-7639

E-mail: tsy@ispms.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. П. Зыкова – формирование основной концепции статьи, подбор иллюстраций, расшифровка и анализ данных методом просвечивающей электронной микроскопии, описание результатов.

А. О. Панфилов – выполнение исследований микроструктуры методом оптической микроскопии, обработка и анализ результатов микроструктурных исследований, проведение механических испытаний на растяжение.

А. В. Чумаевский – выполнение исследований микроструктуры методом сканирующей электронной микроскопии, описание результатов.

А. В. Воронцов – анализ данных рентгеноструктурного анализа, расчет вкладов отдельных механизмов упрочнения.

С. Ю. Тарасов – анализ экспериментальных данных, доработка текста, формирование выводов, редактирование финальной версии статьи.

A. P. Zykova – formation of the main article concept, preparation of illustrations, interpretation and analysis of data by transmission electron microscopy, calculation of contributions of individual hardening mechanisms.

A. O. Panfilov – investigation of microstructure by optical microscopy, analysis of the results of microstructural studies, performing mechanical tensile tests.

A. V. Chumaevskii – investigation of microstructure by scanning electron microscopy, description of the results.

A. V. Vorontsov – analysis of X-ray data, calculation of contributions of individual hardening mechanisms.

S. Yu. Tarasov – analysis of experimental data, finalizing the text, writing conclusions, editing the article.

Поступила в редакцию 02.09.2022

После доработки 04.10.2022

Принята к публикации 17.10.2022

Received 02.09.2022

Revised 04.10.2022

Accepted 17.10.2022

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВPHYSICO-CHEMICAL BASICS
OF METALLURGICAL PROCESSES

УДК 669.18:669.046.55:669.017.3:544.015.4

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-206-214



Оригинальная статья

Original article

РАСКИСЛИТЕЛЬНАЯ СПОСОБНОСТЬ АЛЮМИНИЯ
В ЖЕЛЕЗО-МАРГАНЦЕВЫХ УГЛЕРОДСОДЕРЖАЩИХ РАСПЛАВАХЛ. А. Макровец[✉], О. В. Самойлова, Г. Г. Михайлов

Южно-Уральский государственный университет (Россия, 454080, Челябинск, пр. Ленина, 76)

[✉] makrovetsla@susu.ru

Аннотация. Раскисление (снижение концентрации растворенного в жидком металле кислорода) является неотъемлемой частью технологии производства сталей. Для получения глубоко раскисленного металла на металлургических предприятиях применяется в основном алюминий. Необходимо учитывать, что легирующие элементы сталей и сплавов при определенных условиях могут выступать как элементы-раскислители, внося вклад в комплексный характер процесса раскисления. Практически все стали содержат марганец в той или иной концентрации. Изучение процессов взаимодействия в системе Fe–Mn–Al–O–C при температурах сталеварения имеет прикладное значение. В настоящей работе проводится термодинамический анализ раскислительной способности алюминия в кислородсодержащих железо-марганцевых расплавах. При этом учитывается влияние углерода на ход процесса раскисления. Эффективным в исследовании является применение методики построения поверхности растворимости компонентов в металле (ПРKM) – диаграммы, которая связывает составы жидкого металла с составами сопряженных неметаллических фаз. В ходе настоящей работы были рассчитаны изотермы растворимости кислорода в системе Fe–Mn–O для интервала температур 1550 – 1650 °С. Для системы Fe–Mn–Al–O–C (1600 °С) построены изосоставные сечения ПРKM при фиксированных концентрациях углерода в стали [C] = 0; 0,1; 0,4; 0,8 и 1,2 % (здесь и далее по массе). При одновременном присутствии марганца и алюминия в кислородсодержащем расплаве на основе железа (при промышленно значимых концентрациях [Al] 0,001 – 0,010 % и [Mn] менее 1,0 %) алюминий в жидком металле будет выступать как раскисляющий агент, а в качестве продуктов взаимодействия будут образовываться включения корунда. Комплексное раскисление алюминием и марганцем с образованием шпинели характерно только для легированных марганцем сталей, где концентрация марганца составляет более 1,5 %.

Ключевые слова: термодинамическое моделирование, раскислительная способность, железо-марганцевый расплав, алюминий

Для цитирования: Макровец Л.А., Самойлова О.В., Михайлов Г.Г. Раскислительная способность алюминия в железо-марганцевых углеродсодержащих расплавах. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):206–214. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-206-214>

DEOXIDATION CAPACITY OF ALUMINUM
IN FERROMANGANESE CARBON-CONTAINING MELTSL. A. Makrovets[✉], O. V. Samoilova, G. G. Mikhailov

South Ural State University (76 Lenina Ave., Chelyabinsk 454080, Russia)

[✉] makrovetsla@susu.ru

Abstract. Deoxidation (reduction of oxygen concentration dissolved in liquid metal) is an integral part of steel production technology. For obtaining deeply deoxidized metal, mainly aluminum is used at metallurgical enterprises. It should be taken into account that alloying elements of steels and alloys under certain conditions can act as deoxidizing elements, contributing to the complex nature of the deoxidation process. Almost all steels contain manganese in one concentration or another. The study of interaction processes in the Fe–Mn–Al–O–C system at steelmaking temperatures is of applied importance. In this paper, a thermodynamic analysis of the deoxidation ability of aluminum in oxygen-containing iron-manganese melts was carried out. At the same time, influence of carbon on course of the deoxidation process was taken into account. In the study, it is effective to use a technique for constructing the solubility surface of components in metal (SSCM) – a diagram that connects the compositions of liquid metal with the compositions of conjugated non-metallic phases. In the course of this work, oxygen solubility isotherms in the Fe–Mn–O system were calculated for the temperature range of 1550 – 1650 °C. For the Fe–Mn–Al–O–C (1600 °C) system, composite sections of the SSCM were constructed at fixed carbon concentrations in steel [C] = 0; 0.1; 0.4; 0.8 and 1.2 % (hereafter by weight). It is shown that with the simultaneous presence of manganese and aluminum in an oxygen-containing iron-based melt (at industrially significant concentrations [Al] = 0.001 – 0.010 % and [Mn] – less than 1.0 %), aluminum in the liquid metal will act as a deoxidizing agent, and corundum inclusions will be formed as interaction products. Complex deoxidation by aluminum and manganese with the formation of spinel is typical only for manganese-alloyed steels, where the concentration of manganese is more than 1.5 %.

Keywords: thermodynamic modeling, deoxidation capacity, iron-manganese melt, aluminum

For citation: Makrovets L.A., Samoilova O.V., Mikhailov G.G. Deoxidation capacity of aluminum in ferromanganese carbon-containing melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):206–214. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-206-214>

ВВЕДЕНИЕ

Раскисление – один из важнейших технологических процессов при производстве сталей. Именно на этом этапе определяется количество остаточного кислорода в металле, формируются оксидные неметаллические включения (НВ), размер, форма и состав которых во многом определяют качество выпускаемой металлопродукции. Для раскисления большинства сталей практически обязательным условием является применение алюминия, благодаря его относительной дешевизне, возможности получения глубоко раскисленного металла и технологическому удобству использования [1]. На производстве обычно проводится комплексное раскисление, где наряду с алюминием в жидкий металл вводятся и другие раскислители (Si–Mn, Si–Ca и др.) [2; 3]. На ход процесса раскисления также влияет состав стали. Легирующие элементы в определенных условиях могут выступать как элементы-раскислители, что не всегда желательно для производства качественного металла. С учетом того, что практически все стали содержат марганец (от 0,4 до 20,0 % (здесь и далее по массе) в зависимости от марки стали), изучение процессов взаимодействия элементов в системе Fe–Mn–Al–O–C при температурах сталеварения является актуальным.

В работах [4; 5] показано, что марганец усиливает раскислительную способность алюминия, если содержание алюминия не превышает 0,05 %. В работе [6] не отмечается значительного влияния марганца на раскислительную способность алюминия. Механизм раскисления при одновременном присутствии марганца и алюминия в углеродсодержащем расплаве на основе железа требует уточнений и дальнейших исследований.

Для оценки раскислительной способности элементов в жидкой стали была разработана методика построения поверхности растворимости компонентов в металле (ПРКМ), базирующаяся на термодинамическом моделировании процессов взаимодействия компонентов в расплаве металла [7; 8]. Рассматриваемая методика представляет собой диаграмму, связывающую составы жидкого металла с составами сопряженных неметаллических фаз. Таким образом, фактически ПРКМ – это диаграмма стабильности фаз НВ, определяющая концентрационные границы областей формирования оксидных соединений в зависимости от состава металлического расплава (включая концентрацию растворенного в жидком железе кислорода). Это позволяет учитывать градиент концентраций по ходу процесса раскисления, что говорит о широкой области применимости проводимого термодинамического моделирования.

Целью настоящей работы является термодинамический анализ раскислительной способности алюминия в железо-марганцевых углеродсодержащих расплавах методом построения ПРКМ системы Fe–Mn–Al–O–C при температуре 1600 °C и концентрациях углерода [C] 0; 0,1; 0,4; 0,8 и 1,2 %.

МЕТОДИКА МОДЕЛИРОВАНИЯ

Подробно методика расчета ПРКМ описана в работе [9], но кратко ее можно представить следующим образом. Определяется количество химических реакций, протекающих в металлическом расплаве исследуемой системы при взаимодействии элементов с растворенным в жидком металле кислородом. Для каждой из реакций записывается константа равновесия, включающая активности участвующих веществ. Активности компонентов металлического расплава определяются через их равновесные концентрации и параметры взаимодействия первого порядка по Вагнеру. Активности компонентов оксидного расплава (в случае рассмотрения возможности образования жидких НВ) описываются, используя выбранную термодинамическую модель. Активности компонентов твердого раствора оксидов и/или шпинелей (в случае возможности образования твердых растворов в качестве сложных НВ) рассматриваются через выбранную термодинамическую модель, оптимальную для рассматриваемой системы. Активности чистых твердых веществ (в случае образования чистых оксидов в качестве НВ) принимаются равными единице. Активности компонентов газовой фазы выражаются через парциальные давления, при этом общее давление в системе принимается 1 атм. (0,1 МПа). Записывается система уравнений, где в качестве неизвестных величин выступают концентрации компонентов жидких металла и оксидных НВ (оксидного расплава), составы твердых растворов оксидов и/или шпинелей, а также парциальные давления компонентов газовой фазы. Полученные при расчете результаты представляются графически в виде диаграммы, связывающей составы жидкого металла с составами образующихся при раскислении неметаллических включений.

Для расчета ПРКМ системы Fe–Mn–Al–O–C необходимо рассмотреть предварительно ПРКМ систем Fe–Al–O и Fe–Mn–O. Для системы Fe–Al–O ПРКМ была построена ранее в работе [7]. Для системы Fe–Mn–O ПРКМ была рассчитана в ходе настоящей работы для интервала температур 1550 – 1650 °C.

Ключевой для построения ПРКМ системы Fe–Mn–O является реакция взаимодействия между марганцем

и кислородом (растворенных в жидком железе) с образованием в качестве продукта взаимодействия твердых частиц MnO. В табл. 1 представлены константы равновесия этой реакции для температуры 1600 °С, которые находятся в пределах –1,335 [10], –1,353 [17], –1,253 [14], за исключением значений –0,942 [15] и –1,760 [16]. В настоящей работе было использовано $\lg K_{[\text{MnO}]} = -1,265$ при температурной зависимости, приведенной в работах [11; 12].

Используемые при расчете ПРКМ Fe–Mn–O и Fe–Mn–Al–O–C зависимости для констант равновесия реакций от температуры приведены в табл. 2. Сведения о возможных продуктах взаимодействия в исследуемых системах были определены,

Т а б л и ц а 1

Температурные зависимости для константы равновесия реакции $[\text{MnO}] = [\text{Mn}] + [\text{O}]$

Table 1. Temperature dependences for the equilibrium constant of the reaction $[\text{MnO}] = [\text{Mn}] + [\text{O}]$

$\lg K = -A/T + B$	$\lg K (1600\text{ }^{\circ}\text{C})$	Источник
$-15\,049/T + 6,700$	–1,335	[10]
$-15\,050/T + 6,770$	–1,265	[11; 12]
$-14\,880/T + 6,670$	–1,274	[13]
$-11\,900/T + 5,100$	–1,253	[14]
$-25\,270/T + 12,550$	–0,942	[15]
$-10\,900/T + 4,060$	–1,760	[16]
$-15\,015/T + 6,664$	–1,353	[17]

исходя из диаграмм состояния систем FeO–MnO и FeO–MnO–Al₂O₃ [19]. Активности компонентов оксидных расплавов (FeO, MnO) и (FeO, MnO, Al₂O₃) рассчитывали по теории субрегулярных ионных растворов, энергетические параметры которой приведены в табл. 3. Активности компонентов твердого раствора оксидов $[\text{FeO}, \text{MnO}]_{\text{тв.р}}$ в системе Fe–Mn–O рассчитывали с использованием теории регулярных ионных растворов ($Q_{12} = +5034$ Дж/моль [19]). При моделировании фазовых равновесий с участием твердых растворов оксидов с использованием теории регулярных ионных растворов в системе Fe–Mn–Al–O–C учитывали, что оксид FeO неограниченно растворяется в оксиде MnO ($Q_{12} = +5034$ Дж/моль), а соединение Al₂O₃ ограниченно растворяется в оксиде MnO ($Q_{22} = +17\,713$ Дж/моль). Принимали, что в твердом растворе $[\text{FeO}, \text{MnO}]_{\text{тв.р}}$ частично растворяется оксид Al₂O₃ [19], то есть твердый раствор оксидов будет состоять из оксидов железа, марганца и следов оксида алюминия. Твердый раствор шпинелей $[\text{FeAl}_2\text{O}_4, \text{MnAl}_2\text{O}_4]_{\text{тв.р}}$ рассчитывали с использованием теории совершенных растворов.

Параметры взаимодействия первого порядка по Вагнеру для расчета активностей компонентов металлического расплава приведены в табл. 4. В работе [24] был проведен анализ влияния параметра взаимодействия e_{O}^{Mn} в интервале от –0,01 до –0,07 на раскислительную способность марганца. Влияние параметра усиливается при концентрациях марганца в жидком металле более 1 %. Согласно проведенным расчетам снижение параметра e_{O}^{Mn} до –0,07 приводит к сдвигу максимальной раскислительной способности марганца в сторону меньших его

Т а б л и ц а 2

Температурные зависимости для констант равновесия реакций, протекающих в металлическом расплаве систем Fe–Mn–O и Fe–Mn–Al–O–C

Table 2. Temperature dependences for the equilibrium constants of reactions in a metal melt of the Fe–Mn–O and Fe–Mn–Al–O–C systems

Химическая реакция	$\lg K = -A/T + B$	Источник
$(\text{FeO}) = [\text{Fe}] + [\text{O}]$	$-6320/T + 4,734$	[9]
$(\text{MnO}) = [\text{Mn}] + [\text{O}]$	$-12\,209/T + 5,450$	настоящая работа
$(\text{Al}_2\text{O}_3) = 2[\text{Al}] + 3[\text{O}]$	$-58\,383/T + 18,063$	[7]
$[\text{FeO}]_{\text{тв.р}} = [\text{Fe}] + [\text{O}]$	$-8069/T + 5,800$	[9]
$[\text{MnO}]_{\text{тв.р}} = [\text{Mn}] + [\text{O}]$	$-15\,050/T + 6,770$	[11; 12]
$[\text{Al}_2\text{O}_3]_{\text{тв.р}} = 2[\text{Al}] + 3[\text{O}]$	$-64\,000/T + 20,480$	[9]
$[\text{FeAl}_2\text{O}_4]_{\text{тв.р}} = [\text{Fe}] + 2[\text{Al}] + 4[\text{O}]$	$-76\,069/T + 27,365$	[7]
$[\text{MnAl}_2\text{O}_4]_{\text{тв.р}} = [\text{Mn}] + 2[\text{Al}] + 4[\text{O}]$	$-79\,472/T + 26,102$	настоящая работа
$\{\text{CO}\} = [\text{C}] + [\text{O}]$	$-1168/T - 2,070$	[18]
$\{\text{CO}_2\} = [\text{C}] + 2[\text{O}]$	$-9616/T + 2,510$	[18]

П р и м е ч а н и е. В круглых скобках представлены компоненты оксидного расплава; в квадратных – металлического расплава; в прямых скобках указаны твердые соединения; в фигурных скобках – газовая фаза.

Энергетические параметры теории субрегулярных ионных растворов (оксидный расплав) [19]

Table 3. Energy parameters of the theory of subregular ionic solutions (oxide melt) [19]

Система	Q_{ijk} , Дж/моль		
FeO–MnO	$Q_{1112} = +4792$	$Q_{1122} = -6194$	$Q_{1222} = +3563$
FeO–Al ₂ O ₃	$Q_{1113} = +212$	$Q_{1133} = -21\,502$	$Q_{1333} = -11\,091$
MnO–Al ₂ O ₃	$Q_{2223} = -25\,896$	$Q_{2233} = -97\,396$	$Q_{2333} = -54\,166$
FeO–MnO–Al ₂ O ₃	$Q_{1123} = -53\,208$	$Q_{1223} = -82\,223$	$Q_{1233} = -124\,166$

Параметры взаимодействия первого порядка в жидком железе (e_j^i) при 1600 °С

Table 4. First-order interaction parameters in liquid iron (e_j^i) at 1600 °С

Элемент i	Элемент j			
	Mn	Al	O	C
Mn	0 [20]	+0,024*	-0,083 [17]	-0,070 [20]
Al	+0,012 [21]	+0,045 [22]	-1,980 [22]	+0,091 [20]
O	-0,021 [17]	-1,170 [23]	-0,200 [22]	-0,450 [20]
C	-0,012 [20]	+0,043 [20]	-0,340 [20]	+0,140 [20]

П р и м е ч а н и е. * – данные, полученные в настоящей работе.

концентраций (примерно 6–7 %), что не согласуется с экспериментальными данными [11; 15; 25]. Поэтому было использовано значение $e_0^{\text{Mn}} = -0,021$ [17].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены результаты расчета координат ПРКМ системы Fe–Mn–O: в области I определены составы жидкого металла, равновесного с оксидным расплавом (О.р.) переменного состава (FeO, MnO); в области II – с твердым раствором оксидов $[\text{FeO}, \text{MnO}]_{\text{тв.р.}}$. Для концентрации марганца 0,1 % ($\lg [\text{Mn}] = -1$) в качестве НВ в металле образуется оксидный расплав, концентрация ионов железа $x_{\text{Fe}^{2+}}$ в этом расплаве согласно расчетам составляет 0,791 для температуры 1600 °С. Для области образования твердого раствора оксидов в качестве НВ (рис. 1, область II) при концентрации марганца 0,5 % ($\lg [\text{Mn}] = -0,3$) для температуры 1600 °С ионная доля железа в твердом растворе составляет 0,229; при 1,0 % ($\lg [\text{Mn}] = 0$) значение $x_{\text{Fe}^{2+}}$ снижается до 0,120; при 10 % ($\lg [\text{Mn}] = 1$) $x_{\text{Fe}^{2+}} = 0,011$. На основании проведенного термодинамического анализа можно сделать вывод о слабой раскислительной способности марганца в жидком железе и достаточно высокой концентрации ионов железа в продуктах раскисления.

При сравнении расчетных линий и экспериментальных точек (рис. 1) видно, что наибольшее совпадение имеется с данными работы [11]. Наименьшая раскислительная способность марганца в жидком железе опре-

делена в работе [24], что противоречит как настоящей работе, так и большинству экспериментальных данных [11; 15; 25].

В работах [27; 28] можно встретить результаты моделирования равновесных концентраций кислорода

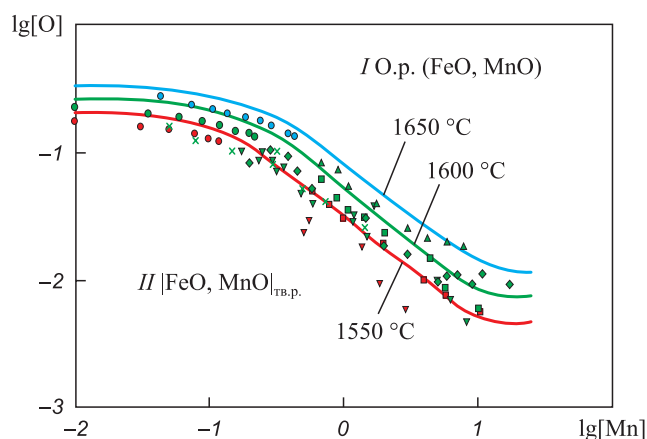


Рис. 1. Фазовые равновесия в жидком металле системы Fe–Mn–O (расчет в сравнении с литературными данными) при температуре 1550 (■ – [11], ● – [12], ▼ – [15]), 1600 (■ – [11], ● – [12], ▼ – [15], ▲ – [24], ◆ – [25], × – [26]) и 1650 °С (● – [12])

Fig. 1. Phase equilibria in the liquid metal of the Fe–Mn–O system (calculation in comparison with literature data) at a temperature of 1550 (■ – [11], ● – [12], ▼ – [15]), 1600 (■ – [11], ● – [12], ▼ – [15], ▲ – [24], ◆ – [25], × – [26]) and 1650 °С (● – [12])

для системы Fe–Mn–O. Отметим, что по расчетам из работы [27] максимум раскислительной способности марганца не наступает даже при $[Mn] = 50 \%$. Результаты моделирования, полученные в настоящей работе, согласуются с экспериментальными данными работ [11; 24; 25] и с расчетными данными [28], где максимум раскислительной способности марганца приходится на 10 – 15 % $[Mn]$.

На рис. 2 приведено изотермическое (1600 °C) сечение ПРКМ системы Fe–Mn–Al–O–C: в области I определены составы жидкого металла, равновесного с оксидным расплавом переменного состава (FeO , MnO , Al_2O_3); в области II – с твердым раствором оксидов (Тв. р. ок.) $[FeO, MnO, Al_2O_3]_{тв.р.}$; в области III – с твердым раствором шпинелей $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$; в области IV – с корундом; в области V – с газовой фазой $\{CO, CO_2\}$.

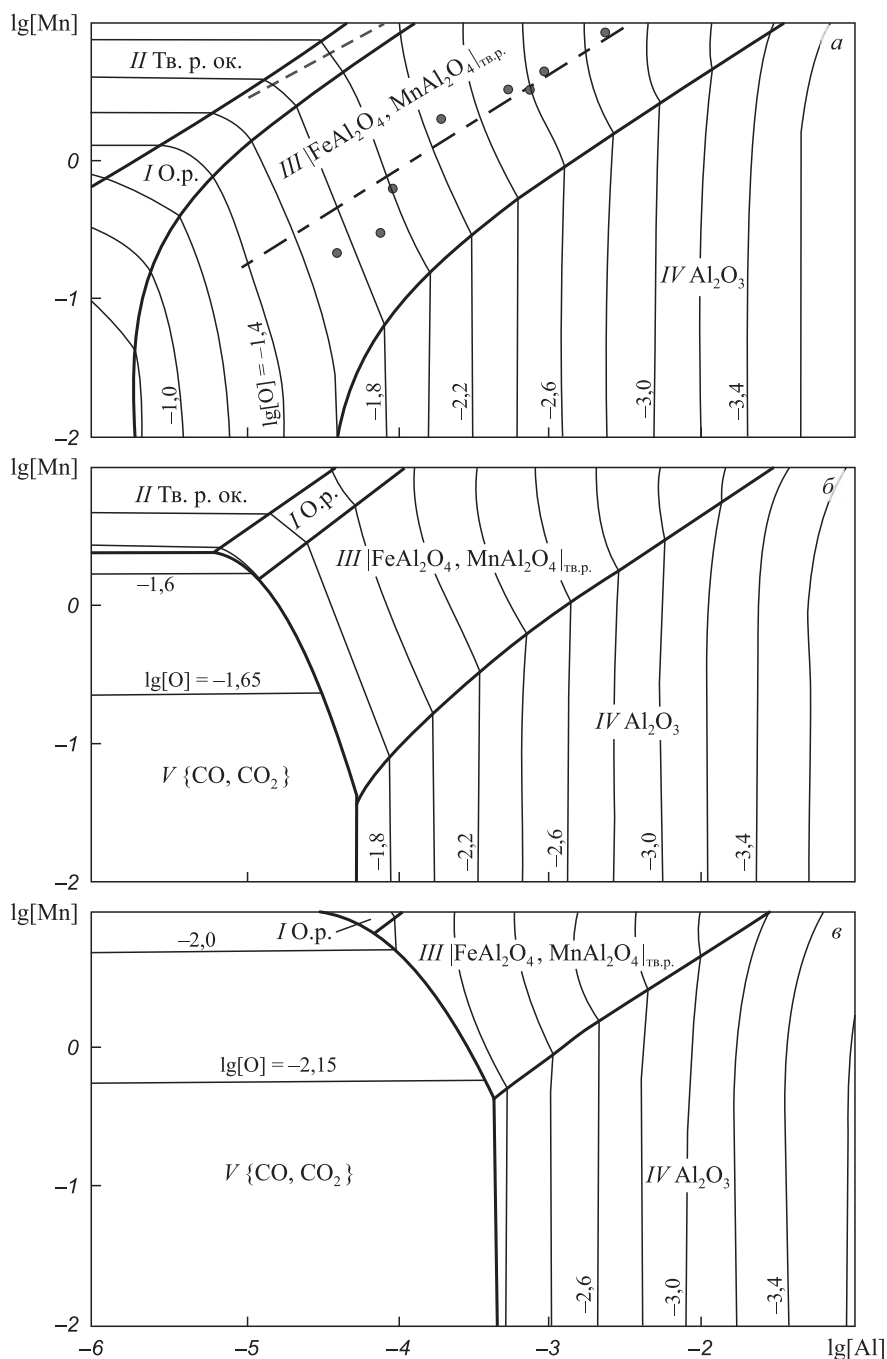


Рис. 2. Фазовые равновесия в жидком металле при температуре 1600 °C для системы Fe–Mn–Al–O–C и содержании $[C]$ 0 (а), 0,1 (б), 0,4 % (в) (приведены ● – экспериментальные данные [11]; – – – – граница равновесия «оксидный расплав – твердый раствор шпинелей» и – · – · – граница равновесия «твердый раствор шпинелей – корунд» [29])

Fig. 2. Phase equilibria in the liquid metal at 1600 °C for the Fe–Mn–Al–O–C system and $[C] = 0$ (a); 0.1 (b); 0.4 % (c) (● – experimental data [11]; – – – – equilibrium boundary “oxide melt – solid solution of spinels” and – · – · – equilibrium boundary “solid solution of spinels – corundum” [29])

При $[C] = 0 \%$ (рис. 2, а) для $[Al]$ более $10^{-4} \%$ образование жидких оксидных НВ (О.р.) и твердого раствора оксидов в процессе раскисления термодинамически маловероятно. Для $[Mn]$ менее $1,0 \%$ при промышленно значимых концентрациях алюминия $[Al] = 0,001 - 0,010 \%$ основным НВ в металле будет корунд. Для концентраций $[Mn]$ более $1,5 \%$ при тех же самых концентрациях алюминия появляется возможность образования частиц твердого раствора шпинелей, а при $[Mn] = 10 \%$ частицы шпинели становятся доминирующими НВ. При этом надо отметить, что для концентраций марганца $2,5 \%$ ($\lg[Mn] = 0,4$) и алюминия $0,005 \%$ ($\lg[Al] = -2,3$) мольная доля $x_{FeAl_2O_4}$ в шпинели $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$ составляет $0,031$; для концентраций марганца порядка 10% ($\lg[Mn] = 1$) и той же концентрации алюминия $x_{FeAl_2O_4} = 0,007$. Таким образом, при значимых концентрациях алюминия возможность образования НВ с герцинитом ничтожно мала.

В присутствии углерода (рис. 2, б, в) в системе возможно образование газовой фазы $\{CO, CO_2\}$. Чем больше концентрация углерода, тем область равновесия жидкого металла с газом становится обширнее. Однако границы рассматриваемой области согласно термодинамическому моделированию смещены в сторону малых концентраций алюминия. Таким образом, при введении алюминия в углеродсодержащий железо-марганцевый расплав для концентраций алюминия $[Al] = 0,001 - 0,010 \%$ в качестве основных НВ будут выступать частицы твердого раствора шпинелей (область III) и корунда (область IV), при этом в шпинели $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$ значение $x_{FeAl_2O_4}$ не будет превышать $0,05$. В указанном интервале концентраций алюминия образование жидких оксидных НВ (О.р.), твердого раствора оксидов и газовой фазы будет термодинамически маловероятно.

Согласно проведенной термодинамической оценке алюминий обладает более сильной раскислительной способностью по сравнению с марганцем в жидком железе.

Так, для достижения концентрации кислорода в металле $0,01 \%$ ($\lg[O] = -2$) требуется всего лишь $0,0002 \%$ алюминия, в то время как марганца необходимо $7,6 \%$.

Комплексное раскисление алюминием и марганцем с образованием в качестве НВ твердого раствора шпинелей (область III) для $[Al] = 0,001 - 0,010 \%$ характерно только для сталей, легированных марганцем (концентрация марганца должна быть более $1,5 \%$). При более низких концентрациях марганца алюминий будет выступать основным элементом-раскислителем с образованием корунда в качестве НВ.

По результатам моделирования минимальное содержание кислорода $[O]_{\min}$ составляет $0,00016 \%$ и соответствует $[Al] = 0,32 \%$, что сопоставимо с расчетными данными работы [28], согласно которым $[O]_{\min} = 0,00020 \%$ наблюдается при $[Al] = 0,63 \%$. Также расчет по очередности фазообразования хорошо согласуется с экспериментальными данными работы [30].

На рис. 2, а приведены экспериментальные данные работ [11; 29]. Экспериментальные точки работы [11] относятся к НВ в виде алюминатов марганца и железа, что согласуется с проведенным в настоящей работе моделированием. Имеется небольшое отличие расчетов от данных работы [29] по концентрационным границам области существования твердого раствора шпинелей, однако угол наклона линий одинаков, что говорит о схожей трактовке характера раскисления, реализующегося в системе.

Отдельно были рассмотрены фазовые равновесия в исследуемой системе для концентраций, характерных для стали Гадфильда. Эта сталь отличается повышенной прочностью и износостойкостью не только благодаря концентрации углерода порядка $0,8 - 1,2 \%$, но и высокой концентрации марганца (примерно 13%) [31; 32]. На рис. 3 приведено изотермическое сечение ($1600^\circ C$) ПРКМ системы Fe–Mn–Al–O–C для концентраций углерода $0,8$ и $1,2 \%$. Обозначения на рис. 3 совпадают с обозначениями на рис. 2.

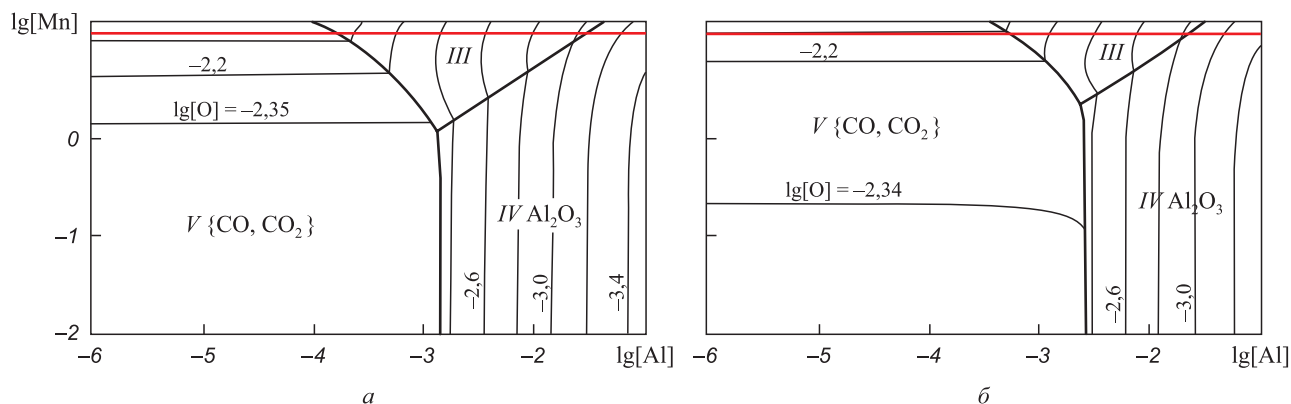


Рис. 3. Фазовые равновесия в жидком металле при температуре $1600^\circ C$ для системы Fe–Mn–Al–O–C и содержании $[C]$ $0,8$ (а), $1,2 \%$ (б) (красной линией обозначена $[Mn] = 13 \%$ ($\lg[Mn] = 1,114$))

Fig. 3. Phase equilibria in a liquid metal at $1600^\circ C$ for the Fe–Mn–Al–O–C system and $[C] = 0.8$ (a) and 1.2% (b) (red line indicates the $[Mn] = 13 \%$ ($\lg[Mn] = 1,114$))

Согласно полученным расчетам для высокоуглеродистой высокомарганцевой стали Гадфильда при $[Al] = 0,001 - 0,010 \%$ характерно комплексное раскисление с образованием частиц твердого раствора шпинелей $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$. При меньших концентрациях алюминия в расплаве возможно образование газовой фазы $\{CO, CO_2\}$, что крайне нежелательно (при больших концентрациях алюминия возможно образование корунда).

На рис. 4 приведены результаты расчета изосоставных сечений ПРКМ (1600 °C) системы Fe–Mn–Al–O при $[Mn] = 0; 10; 20$ и 30% . Видно, что результаты моделирования согласуются с данными работы [33].

Значительное увеличение концентрации марганца практически не влияет на раскислительную способность алюминия в железо-марганцевых расплавах (рис. 4). Максимум раскислительной способности для всех четырех концентраций марганца приходится на концентрацию алюминия примерно $0,3 \%$. При этом с увеличением концентрации $[Mn]$ незначительно повышается концентрация остаточного кислорода в системе (от $[O]_{min} = 0,00020 \%$ при $[Mn] = 10 \%$ до $[O]_{min} = 0,00032 \%$ при $[Mn] = 30 \%$). Таким разбросом значений по концентрации кислорода можно пренебречь.

Выводы

Проведен термодинамический анализ раскислительной способности алюминия в железо-марганцевых углеродсодержащих расплавах методом построения ПРКМ системы Fe–Mn–Al–O–C при температуре 1600 °C и $[C] = 0; 0,1; 0,4; 0,8; 1,2 \%$. Показано, что алюминий обладает большей раскислительной способностью по сравнению с марганцем в жидком железе и образование корунда в жидкой стали при введении алюминия в углеродсодержащий железо-марганцевый расплав наиболее вероятно. Однако для концентраций марганца более

$1,5 \%$ при промышленно значимых концентрациях алюминия ($0,001 - 0,010 \%$) возможен и комплексный характер раскисления в системе с образованием частиц $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$, где мольная доля $FeAl_2O_4$ не будет превышать $0,05$. В присутствии углерода в системе возможно образование газовой фазы $\{CO, CO_2\}$ (чем больше концентрация углерода, тем область равновесия жидкого металла с газом становится обширнее). Однако границы этой области согласно термодинамическому моделированию смещены в сторону ультрамалых концентраций алюминия. Согласно полученным расчетам для высокоуглеродистой высокомарганцевой стали Гадфильда при $[Al] = 0,001 - 0,010 \%$ характерно комплексное раскисление с образованием частиц твердого раствора шпинелей $[FeAl_2O_4, MnAl_2O_4]_{тв.р.}$. Анализ результатов расчета изосоставных сечений ПРКМ при температуре 1600 °C системы Fe–Mn–Al–O для $[Mn] = 0, 10, 20$ и 30% показал, что увеличение концентрации марганца практически не влияет на раскислительную способность алюминия в железо-марганцевых расплавах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Paek M.K., Jang J.M., Kang Y.B., Pak J.J. Aluminum deoxidation equilibria in liquid iron: Part I. Experimental. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2015;46(4): 1826–1836. <https://doi.org/10.1007/s11663-015-0368-0>
2. Харлашин П.С., Носенко О.А., Яценко А.Н. Разработка рациональной технологии раскисления спокойных марок стали. *Вісник Приазовського державного технічного університету. Серія: Технічні науки*. 2011;2(23):52–55.
Kharlashin P.S., Nosenko O.A., Yatsenko A.N. Development of rational deoxidation technology for dead-melted steel grades. *Visnik Priazov's'kogo derzhavnogo tekhnichnogo universitetu. Seriya: Tekhnichni nauki*. 2011;2(23):52–55. (In Russ.).
3. Shapovalov A.N., Dema R.R., Nefed'ev S.P. Improving the efficiency of steel de-oxidation at the Ural steel. *Materials Science Forum*. 2020;989:400–405. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.989.400>
4. Якушев А.М., Михайлов Э.Н., Кудрин В.А. Исследование раскисления стали комплексными раскислителями. В кн.: *Производство стали и стальное литье*. Москва: Металлургия; 1969:163–170.
Yakushev A.M., Mikhailov E.N., Kudrin V.A. Study of steel deoxidation by complex deoxidizers. In: *Steel Production and Steel Casting*. Moscow: Metallurgiya; 1969:163–170. (In Russ.).
5. Новохатский И.А., Белов Б.Ф. К термодинамике комплексного раскисления алюминием марганцовистого железа. *Известия АН СССР. Металлы*. 1969;(5):41–46.
Novokhatskii I.A., Belov B.F. On thermodynamics of complex aluminum deoxidation of manganese iron. *Izvestiya AN SSSR. Metall*. 1969;(5):41–46. (In Russ.).
6. Fischer W.A., Bardenheuer P.W. Die Gleichgewichte zwischen mangan-, aluminium- und sauerstoffhaltigen Eisenschmelzen und ihren Schlacken im Mangan (II)-oxy-

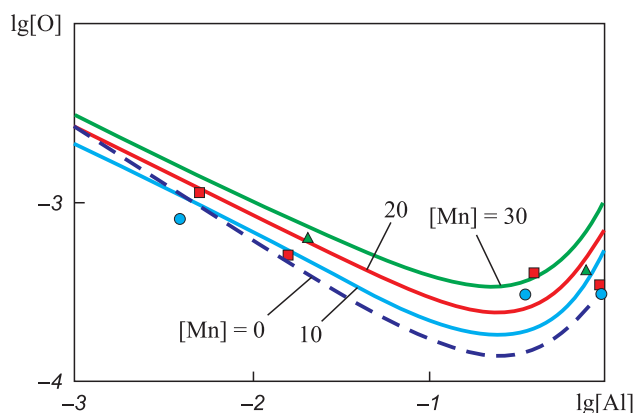


Рис. 4. Изосоставные сечения ПРКМ (1600 °C) системы Fe–Mn–Al–O при содержании $[Mn] 0; 10 (\bullet); 20 (\blacksquare)$ и $30 (\blacktriangle) \%$

Fig. 4. Isocompositional sections of the SSCM (1600 °C) of the Fe–Mn–Al–O system at $[Mn] = 0; 10 (\bullet); 20 (\blacksquare)$ and $30 (\blacktriangle) \%$

- dtiegel bei 1530 bis 1700 °C. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*. 1968;39(9):637–643. (In Germ.).
<https://doi.org/10.1002/srin.196803570>
7. Михайлов Г.Г., Самойлова О.В., Макровец Л.А., Смирнов Л.А. Термодинамическое моделирование изотерм растворимости кислорода в жидком металле системы Fe–Mg–Al–O. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2019;62(8):639–645.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-8-639-645>
- Mikhailov G.G., Samoiloa O.V., Makrovets L.A., Smirnov L.A. Thermodynamic modeling of isotherms of oxygen solubility in liquid metal of Fe–Mg–Al–O system. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2019;62(8):639–645. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-8-639-645>
8. Mikhailov G.G., Makrovets L.A., Samoiloa O.V. Phase equilibria in a liquid metal of Fe–La–Ce–O system at 1600 °C. *Solid State Phenomena*. 2020;299:468–474.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.299.468>
9. Михайлов Г.Г., Леонович Б.И., Кузнецов Ю.С. Термодинамика металлургических процессов и систем. Москва: ИД МИСиС; 2009: 520.
- Mikhailov G.G., Leonovich B.I., Kuznetsov Yu.S. *Thermodynamics of Metallurgical Processes and Systems*. Moscow: ID MISiS; 2009:520. (In Russ.).
10. Ohta H., Suito H. Activities of MnO in CaO–SiO₂–Al₂O₃–MnO (<10 Pct)–Fe₂O (<3 pct) slags saturated with liquid iron. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 1995;26(2): 295–303. <https://doi.org/10.1007/bf02660972>
11. Dimitrov S., Weyl A., Janke D. Control of the manganese-oxygen reaction in pure iron melts. *Steel Research*. 1995; 66(3):87–92. <https://doi.org/10.1002/srin.199501092>
12. Chipman J., Gero J.B., Winhler T.B. The manganese equilibrium under simple oxide slags. *Transactions of AIME*. 1950; 188:341–345.
13. *Steelmaking Data Sourcebook*, Japan Society for the Promotion of Science. The 19th Committee on Steelmaking. New York: Gordon and Breach Science Publishers; 1988:125.
14. Shibata H., Tanaka T., Kimura K., Kitamura S.-Y. Composition change in oxide inclusions of stainless steel by heat treatment. *Ironmaking and Steelmaking*. 2010;37(7):522–528.
<https://doi.org/10.1179/030192310x12700328925903>
15. Линчевский Б.В., Самарин А.М. Растворимость кислорода в расплавах железа с марганцем. *Известия АН СССР. ОТН*. 1957;(2):9–18.
- Linchevskii B.V., Samarin A.M. Oxygen solubility in iron-manganese melts. *Izvestiya AN SSSR. OTN*. 1957;(2):9–18. (In Russ.).
16. Лузгин В.П., Вишкарёв А.Ф., Явойский В.И. Определение раскислительной способности элементов методом электродвижущих сил. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1963;6(9):50–54.
- Luzgin V.P., Vishkarev A.F., Yavoiskii V.I. Determination of deoxidizing ability of elements by the method of electromotive forces. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1963;6(9):50–54. (In Russ.).
17. Li S., Cheng G., Yang L., Chen L., Yan Q., Li C.A. A thermodynamic model to design the equilibrium slag compositions during electroslag remelting process: Description and verification. *ISIJ International*. 2017;57(4):713–722.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.isijint-2016-655>
18. Fuwa T., Chipman J. The carbon–oxygen equilibria in liquid iron. *Transactions of AIME*. 1960;218:887–891.
19. Михайлов Г.Г., Макровец Л.А., Самойлова О.В. Термодинамическое моделирование диаграмм состояния двойных и тройных оксидных систем, принадлежащих к системе FeO–MgO–MnO–Al₂O₃. *Новые огнеупоры*. 2020;(6): 47–50. <https://doi.org/10.17073/1683-4518-2020-6-47-50>
- Mikhailov G.G., Makrovets L.A., Samoiloa O.V. Thermodynamic modeling of phase diagrams of binary and ternary oxide systems belonging to the FeO–MgO–MnO–Al₂O₃ system. *Novye огнеупоры*. 2020;(6):47–50. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/1683-4518-2020-6-47-50>
20. Sigworth G.K., Elliott J.F. The thermodynamics of liquid dilute iron alloys. *Metal Science*. 1974;8(1):298–310.
<https://doi.org/10.1179/msc.1974.8.1.298>
21. Ren Q., Zhang L. Effect of cerium content on inclusions in an ultra-low-carbon aluminum-killed steel. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2020;51(2):589–600.
<https://doi.org/10.1007/s11663-020-01779-y>
22. Park J.H., Todoroki H. Control of MgO·Al₂O₃ spinel inclusions in stainless steels. *ISIJ International*. 2010;50(10): 1333–1346. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.50.1333>
23. Itoh H., Hino M., Ban-Ya S. Assessment of Al deoxidation equilibrium in liquid iron. *Tetsu-to-Hagane*. 1997;83(12):773–778.
https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.83.12_773
24. Janke D., Fischer W.A. Gleichgewichte von Chrom und Mangan mit Sauerstoff in Eisenschmelzen bei 1600 °C. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*. 1976;47(3):147–151. (In Germ.). <https://doi.org/10.1002/srin.197603795>
25. Шевцов В.Е., Меркер Э.Э., Лузгин В.П. Термодинамика растворов кислорода в железо-марганцевых расплавах. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1987;30(7):1–3.
- Shevtsov V.E., Merker E.E., Luzgin V.P. Thermodynamics of oxygen solutions in iron-manganese melts. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1987;30(7):1–3. (In Russ.).
26. Hilty D.C., Crafts W. Solubility of oxygen in liquid iron containing silicon and manganese. *Transactions of AIME*. 1950; 188:425–436.
27. Jung I.-H., Decterov S.A., Pelton A.D. A thermodynamic model for deoxidation equilibria in steel. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2004;35(3):493–507.
<https://doi.org/10.1007/s11663-004-0050-4>
28. Paek M.-K., Do K.-H., Kang Y.-B., Jung I.-H., Pak J.-J. Aluminum deoxidation equilibria in liquid iron: Part III – Experiments and thermodynamic modeling of the Fe–Mn–Al–O system. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2016; 47(5):2837–2847.
<https://doi.org/10.1007/s11663-016-0728-4>
29. Kong L., Deng Z., Zhu M. Formation and evolution of non-metallic inclusions in medium Mn steel during secondary refining process. *ISIJ International*. 2017;57(9):1537–1545.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-118>
30. Schürmann E., Bannenberg N. Die kombinierten Desoxidationsgleichgewichte mit Mangan, Aluminium und Silicium sowie ihre Bedeutung für die Einschlusßbildung. *Archiv für das Eisenhüttenwesen*. 1984;55(10):455–462. (In Germ.).
<https://doi.org/10.1002/srin.198405375>
31. Sabzi M., Farzam M. Hadfield manganese austenitic steel: A review of manufacturing processes and properties. *Materials Research Express*. 2019;6(10):1065c2.
<https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab3ee3>

32. Колокольцев В.М., Вдовин К.Н., Чернов В.П., Феоктистов Н.А., Горленко Д.А., Дубровин В.К. Исследование механизмов абразивного и ударно-абразивного изнашивания высокомарганцевой стали. *Вестник МГТУ им. Г.И. Носова*. 2017;15(2):54–62.

<https://doi.org/10.18503/1995-2732-2017-15-2-54-62>

Kolokol'tsev V.M., Vdovin K.N., Chernov V.P., Feoktistov N.A., Gorlenko D.A., Dubrovin V.K. Study of abrasive

and impact and abrasive wear mechanisms of high manganese steel. *Vestnik MGTU im. G.I. Nosova*. 2017;15(2): 54–62. (In Russ.).

<https://doi.org/10.18503/1995-2732-2017-15-2-54-62>

33. Nishigaki R., Matsuura H. Al deoxidation equilibrium of Fe–10–30 mass % Mn melt at 1873 K. *Tetsu-to-Hagane*. 2019;105(3):369–372.

<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.tetsu-2018-118>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Лариса Александровна Макровец, инженер кафедры материаловедения и физико-химии материалов, Южно-Уральский государственный университет

ORCID: 0000-0001-8581-1475

E-mail: makrovetsla@susu.ru

Ольга Владимировна Самойлова, к.х.н., старший научный сотрудник кафедры материаловедения и физико-химии материалов, Южно-Уральский государственный университет

ORCID: 0000-0002-9514-3201

E-mail: samoylova_o@mail.ru

Геннадий Георгиевич Михайлов, д.т.н., профессор, старший научный сотрудник кафедры материаловедения и физико-химии материалов, Южно-Уральский государственный университет

ORCID: 0000-0001-5535-4875

E-mail: mikhailovgg@susu.ru

Larisa A. Makrovets, Engineer of the Chair of Materials Science and Physical Chemistry of Materials, South Ural State University

ORCID: 0000-0001-8581-1475

E-mail: makrovetsla@susu.ru

Ol'ga V. Samoilova, Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher of the Chair of Materials Science and Physical Chemistry of Materials, South Ural State University

ORCID: 0000-0002-9514-3201

E-mail: samoylova_o@mail.ru

Gennadii G. Mikhailov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Senior Researcher of the Chair of Materials Science and Physical Chemistry of Materials, South Ural State University

ORCID: 0000-0001-5535-4875

E-mail: mikhailovgg@susu.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Л. А. Макровец – проведение расчетов, обсуждение результатов.

О. В. Самойлова – обсуждение результатов; написание, редактирование и оформление текста.

Г. Г. Михайлов – постановка задачи, разработка теоретических основ проводимых расчетов, обсуждение результатов.

L. A. Makrovets – carrying out calculations, discussion of the results.

O. V. Samoilova – discussion of the results; writing, editing and formatting of the text.

G. G. Mikhailov – setting the problem, developing the theoretical foundations of the calculations, discussing the results.

Поступила в редакцию 14.04.2022

После доработки 11.05.2022

Принята к публикации 19.12.2022

Received 14.04.2022

Revised 11.05.2022

Accepted 19.12.2022



УДК 669.054.1:669.782

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-215-221



Оригинальная статья

Original article

ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЕ РАФИНИРОВАНИЕ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ

Н. В. Немчинова[✉], А. А. Тютрин, А. А. Зайцева

Иркутский национальный исследовательский технический университет (Россия, 664074, Иркутск, ул. Лермонтова, 83)

[✉ ninavn@yandex.ru](mailto:ninavn@yandex.ru)

Аннотация. Приведены результаты рафинирования кремния металлургических марок на основе выщелачивания примесей неорганическими кислотами. Образцы кремния как объекты исследований изучаются металлографическим, рентгенофлуоресцентным методами, а также рентгеноспектральным микроанализом. Для повышения качества кремния были проведены экспериментальные работы по его гидрометаллургической очистке растворами различных кислот (10 %-ными H_2SO_4 , HCl , HNO_3 ; 4 %-ной HF) и их смесями. Рассчитаны изменения энергии Гиббса для реакций взаимодействия с реагентами основных примесных включений, зафиксированных в исследуемых образцах кремния ($FeSi_2$, Fe_2Si , $FeSi$, $AlFeSi$, $AlFeSi_2$, Al_3FeSi_2 , $FeSi_2Ti$, $FeAlTiSi$, $TiSi_2$, Ca_2Si). Эксперименты проводились на пробах кремния крупностью частиц –200 мкм при постоянном перемешивании магнитной мешалкой при температуре 60 °С, продолжительности 1 ч и соотношении Ж:Т = 5:1. Определение концентрации примесных элементов в растворе после выщелачивания проводили атомно-эмиссионным методом. Установлено, что при использовании в качестве растворителя плавиковой кислоты получены наилучшие результаты по очистке от железа, алюминия, титана (концентрация в растворе 2380, 831, 145 мг/дм³). Максимальная концентрация кальция в растворе (147 мг/дм³) достигается при солянокислой обработке мелкофракционного кремния. Наиболее эффективной для перевода примесей в раствор является смесь серной и плавиковой кислот при их соотношении 1:1. Использование в качестве растворителя смеси H_2SO_4 и HCl (при соотношении 1:3) позволяет достигать достаточно высоких массовых концентраций примесных элементов в растворе выщелачивания. Степень очистки кремния от железа составляет 33,32 %, алюминия – 54,64 %, кальция – 65,77 %, титана – 15,64 %.

Ключевые слова: технический (металлургический) кремний, примеси, гидрометаллургическое рафинирование, изменение энергии Гиббса

Для цитирования: Немчинова Н.В., Тютрин А.А. Зайцева А.А. Гидрометаллургическое рафинирование металлургического кремния. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):215–221. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-215-221>

HYDROMETALLURGICAL REFINING OF METALLURGICAL SILICON

N. V. Nemchinova[✉], A. A. Tyutrin, A. A. Zaitseva

Irkutsk National Research Technical University (83 Lermontova Str., Irkutsk 664074, Russian Federation)

[✉ ninavn@yandex.ru](mailto:ninavn@yandex.ru)

Abstract. The paper presents the results of refining silicon of metallurgical grades based on leaching of impurities with inorganic acids. Silicon samples were studied by metallographic and X-ray fluorescent methods of analysis, as well as X-ray spectral microanalysis. To improve the quality of this alloying element, we carried out experimental work on its hydrometallurgical purification with solutions of various acids (10 % H_2SO_4 , HCl , HNO_3 , 4 % HF) and their mixtures. Values of changes in the Gibbs energy were calculated for reactions of interaction with reagents of the main impurity inclusions recorded in the studied silicon samples ($FeSi_2$, Fe_2Si , $FeSi$, $AlFeSi$, $AlFeSi_2$, Al_3FeSi_2 , $FeSi_2Ti$, $FeAlTiSi$, $TiSi_2$, Ca_2Si). The experiments were carried out on silicon samples with a particle size of –200 μm with constant stirring by a magnetic stirrer at a temperature of 60 °C, duration 1 h and L:S = 5:1. Determination of concentration of the impurity elements in the solution after leaching was made by the atomic emission method of analysis. When hydrofluoric acid is used as a solvent, the best results are obtained for purification of iron, aluminum, and titanium (concentration in solution, mg/dm³, respectively: 2380, 831, 145). The maximum concentration of calcium in the solution (147 mg/dm³) was achieved by hydrochloric acid treatment of fine silicon. The most effective for transferring impurities into solution is a mixture of sulfuric and hydrofluoric acids at a ratio of 1:1. Using a mixture of H_2SO_4 and HCl as a solvent (at a ratio of 1:3) made it possible to achieve sufficiently high mass concentrations of impurity elements in the leaching solution. The degree of silicon purification from iron was 33.32 %, aluminum – 54.64 %, calcium – 65.77 %, titanium – 15.64 %.

Keywords: technical (metallurgical) silicon, impurities, hydrometallurgical refining, Gibbs energy change

For citation: Nemchinova N.V., Tyutrin A.A., Zaitseva A.A. Hydrometallurgical refining of metallurgical silicon. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):215–221. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-215-221>

ВВЕДЕНИЕ

Кремний технический (металлургический) находит широкое применение во всем мире в различных областях [1]: для производства ферросилиция и высококремнистых сплавов [2–4]; в алюминиевой промышленности как легирующий элемент в составе силуминов [5]; в сталелитейной – в качестве раскислителя стали [6]; в химической – для получения органосилонов и других соединений [1; 4]; в электронной отрасли используется сверхчистый полупроводниковый кремний и кремний «солнечного» качества как основа фотоэлектрических преобразователей тока [4; 6].

Кремний металлургический, выплавляемый в руднотермических печах [5; 7–9], имеет чистоту всего 98,0–99,5 %. В настоящее время кремний «солнечного» качества получают путем смешивания дорогостоящего кремния «электронного» качества и металлургического кремния с последующим рафинированием кристаллизационными методами. При этом традиционным промышленным способом получения кремния «электронного» качества является Siemens-процесс [10]. Рассматриваемая технология и другие аналогичные методы, основанные на химическом осаждении из паровой фазы, включают получение соединений хлорсилана, которые являются высоколетучими, токсичными и взрывоопасными в присутствии воды, а также вызывают коррозию оборудования. Кроме этого, Siemens-процесс обладает высокой энергоемкостью (около 120 кВт·ч/кг кремния) [11]. Альтернативным способом получения кремния «солнечного» качества является переработка металлургического кремния, которая может включать окислительное рафинирование [5; 12; 13], гидрометаллургическую очистку [5; 14; 15], вакуумное рафинирование [16–18] и кристаллизационные методы очистки (направленная кристаллизация, зонная плавка) [19–22]. Гидрометаллургическая очистка является единственным процессом, который не требует использования высоких температур (не выше 100 °С) и дорогостоящего оборудования. Этот процесс потребляет относительно мало энергии и имеет низкую себестоимость.

Целью настоящей работы является проведение экспериментов по гидрометаллургической очистке металлургического кремния с применением различных неорганических кислот.

ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектом исследований были образцы металлургического кремния АО «Кремний» компании «РУСАЛ» (г. Шелехов, Иркутская обл.) после окислительного рафинирования.

В промышленности технический кремний получают по общей технологической схеме непрерывным способом в руднотермических печах (РТП) из кремнеземсо-

держашего сырья с содержанием не менее 98,5 % SiO_2 . Рудным компонентом типичной шихтовой смеси служат ископаемые кварциты. В качестве углеродистых восстановителей используют комбинацию из древесного угля, нефтяного кокса, каменного угля различных производителей (Казахстан, Колумбия); древесную щепу используют в качестве рыхлителя шихты [5; 7].

Технология выплавки кремния может быть описана общей реакцией ($\text{SiO}_2 + 2\text{C} = \text{Si} + 2\text{CO}$), которая недостаточно полно характеризует процесс восстановления кремнезема в печи. Получение кремния в РТП – сложный высокотемпературный процесс, сопровождающийся протеканием различных химических реакций с образованием основных промежуточных соединений SiO , SiC .

В связи с неоднородностью (по содержанию примесных элементов) поступающего на производство кремнеземсодержащего сырья (кварцита Черемшанского рудника) выплавляемый кремний содержит незначительное количество железа, кальция, алюминия, титана, которые образуют в кремнии различного рода интерметаллические включения [23; 24].

В технологическом процессе на АО «Кремний» после плавки шихты в РТП предусмотрена операция окислительного рафинирования расплава кремния продувкой воздухом, направленная на удаление в основном алюминия и кальция [7]. Железо из кремния таким способом не удаляется, что вызывает необходимость жестко контролировать поступление в технологический процесс этого элемента с шихтовыми материалами (кварцитом, углеродистыми восстановителями), или предлагать пути повышения качества кремния другими способами.

Химический состав образцов технического кремния для экспериментальных работ был изучен различными методами.

Согласно проведенным металлографическим исследованиям шлифов исходного кускового кремния материал содержит в основном примесные интерметаллические включения (рис. 1). Исследование проводили на металлографическом микроскопе Olympus GX-51 (Olympus, Япония), оснащенном цифровой камерой Altera20. Также был проведен рентгеноспектральный микроанализ (рис. 2) с помощью рентгеновского спектрометра S4 Pioneer (Bruker, Германия). Установлено, что основными примесными составляющими интерметаллидов, зафиксированных в образце кремния в незначительном количестве, являются железо и алюминий.

Исходный кусковой материал подвергался дроблению с помощью щековой дробилки ШД-10 (Россия) и далее измельчался в шаровой мельнице ШМ-1408 (Россия). Измельчение проводили стальными шарами без футеровки, далее применяли магнитную сепарацию. Был проведен анализ гранулометрического состава полученного мелкофракционного кремния на лазерном анализаторе размера частиц Analyzette 22 NanoTecPlus

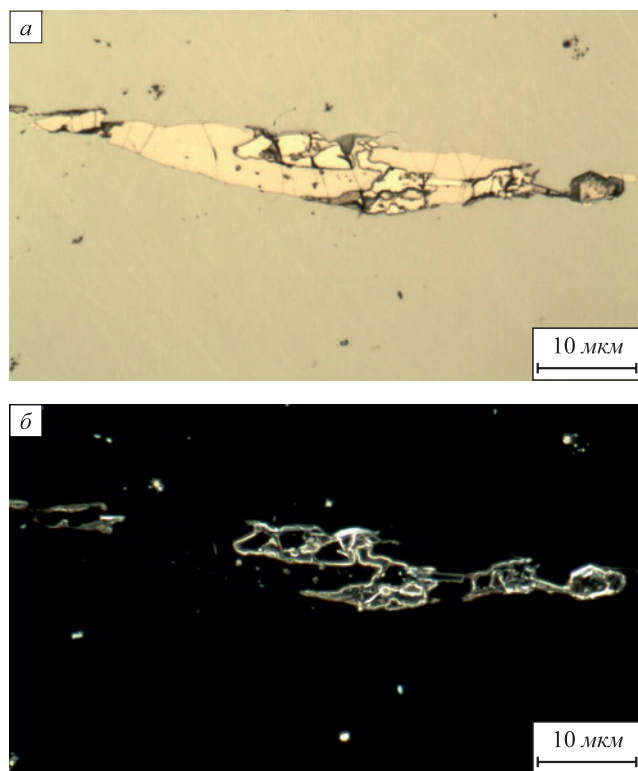


Рис. 1. Включения интерметаллидов в образце кремния:
а и б – светлое и темное поле

Fig. 1. Inclusions of intermetallics in a silicon sample:
a and b – light and dark field

(FRITSCH, Германия). Примесь железа содержится в мелких включениях (рис. 2), поэтому распределение его по фракциям равномерно. Результаты анализа приведены на рис. 3 и в таблице.

Согласно проведенному гранулометрическому анализу частицы металлургического кремния представлены классом крупности –200 мкм, причем около 80 % объема всех частиц составляет класс крупности

+12 ÷ 100 мкм. Проведен рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) материала; получен следующий элементный химический состав, % (по массе): Al 0,53; Ti 0,0491; Ca 0,0628; V 0,0066; Cr 0,0024; Mn 0,0145; Fe 0,6094; Cu 0,0037; P 0,0106; Ba 0,0077; Ni 0,0071; Zn 0,0022; Si 98,6939 (содержание рассчитано с учетом 12 примесей). Анализ был проведен на рентгеновском спектрометре S4 Pioneer.

Полученные спектры РФА (рис. 4) образцов технического кремния после окислительного рафинирования показали, что исследуемый материал содержит различные примесные элементы (железо, титан, алюминий, кальций и др.). Самая распространенная примесь – железо, которое является наиболее сложноудаляемым элементом при флюсокислородном рафинировании кремния из-за низкого его сродства к кислороду (железо практически полностью остается в расплаве кремния и не переходит в шлак).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РАБОТЫ

ПО ГИДРОМЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ ОЧИСТКЕ КРЕМНИЯ

Для повышения качества технического кремния были выбраны в качестве реагента при обработке кремния растворы серной, азотной, соляной и плавиковой кислот, а также их смеси в различных соотношениях. Для анализа возможности применения этих растворителей при гидрометаллургическом рафинировании был проведен расчет изменения энергии Гиббса (ΔG_{298}°) как показателя термодинамической вероятности протекания химических взаимодействий примесных включений (интерметаллидов) с различными растворителями.

Железо в кремнии находится в виде двойных силицидов (FeSi_2 , Fe_2Si , FeSi), а также в виде более сложных интерметаллических соединений, связанных с титаном и (или) алюминием (AlFeSi , AlFeSi_2 , FeTiSi , FeTiSi_2 ,

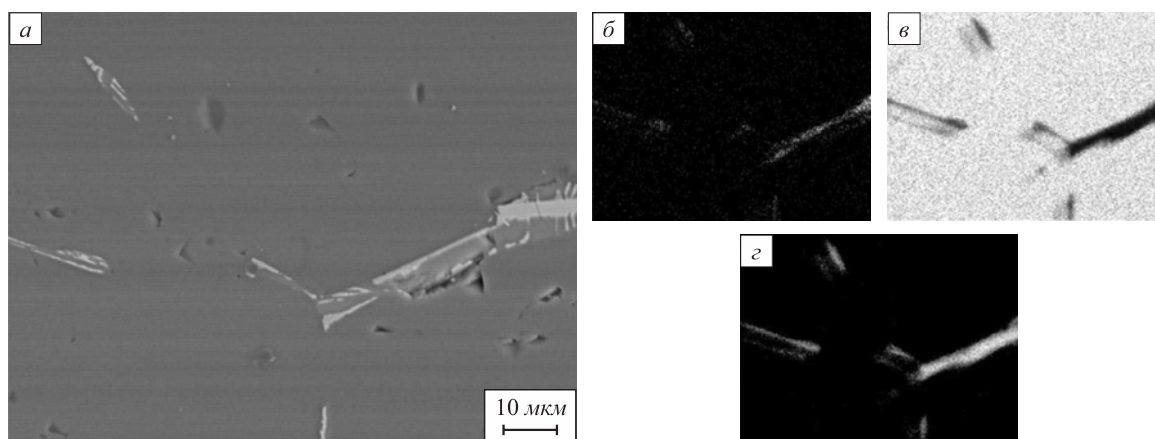


Рис. 2. Результаты рентгеноспектрального микроанализа образцов металлургического кремния (а) с определением области нахождения железа (б), кремния (в) и алюминия (г)

Fig. 2. Results of X-ray spectral microanalysis of metallurgical silicon samples (a) with determination of the area of iron (b), silicon (c) and aluminum (d)

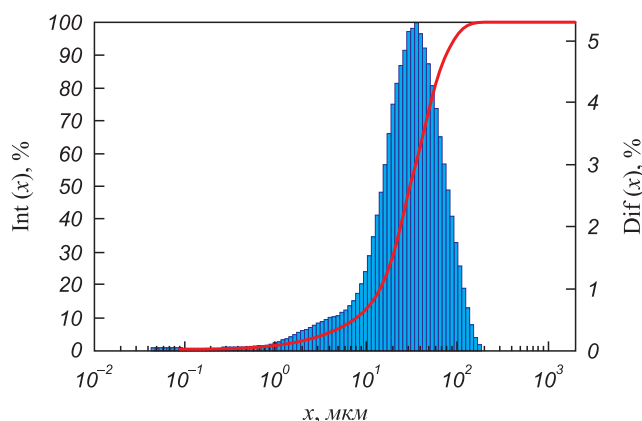
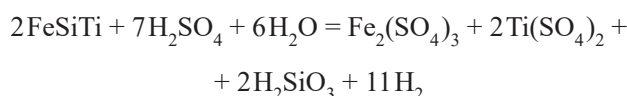


Рис. 3. Распределение частиц пробы металлургического кремния по крупности

Fig. 3. Particles size distribution in a sample of metallurgical silicon

FeAl_3Si_2 , FeAlTiSi) [23 – 25]. При реакции взаимодействия интерметаллида FeSiTi с раствором серной кислоты



значение ΔG_{298}° составляет $-2412,34$ кДж/моль. Это свидетельствует о самопроизвольности протекания процесса.

Для экспресс-расчета значения ΔG_{298}° химических реакций была разработана компьютерная программа в редакторе Microsoft Excel [26]. Рассчитанные значения ΔG_{298}° для взаимодействий соединений FeSi_2 , Fe_2Si , FeSi , AlFeSi , AlFeSi_2 , Al_3FeSi_2 , FeSi_2Ti , FeAlTiSi , TiSi_2 , Ca_2Si с растворами различных кислот также имели отрицательные значения [27].

Для экспериментов были отобраны пробы кремния с крупностью частиц ~ 200 мкм. Выщелачивание

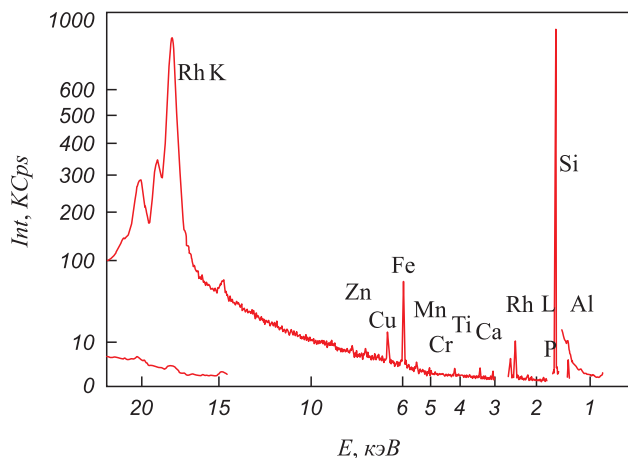


Рис. 4. Спектр РФА образца металлургического кремния

Fig. 4. X-ray spectrum of a sample of metallurgical silicon

Результаты гранулометрического анализа порошкообразного металлургического кремния

Results of granulometric analysis of powdered metallurgical silicon

Класс крупности, мкм	Выход, %	Суммарный выход, %	
		«по плюсу»	«по минусу»
+150,0 ÷ 200,0	0,72	0,72	99,95
+100,0 ÷ 150,0	4,64	5,36	99,28
+45,0 ÷ 100,0	27,14	32,50	94,64
+25,0 ÷ 45,0	29,80	62,30	67,50
+12,0 ÷ 25,0	23,51	85,81	37,70
+6,0 ÷ 12,0	6,87	92,68	14,19
+3,0 ÷ 6,0	3,48	96,16	7,32
+1,5 ÷ 3,0	2,18	98,34	3,84
–1,5	1,66	100,00	1,66

навески кремния массой 40 г проводили в термостойком стакане объемом 400 мл в течение 1 ч на песчаной бане с использованием магнитной мешалки ПЭ6110 (частота вращения 100 об./мин) с автоматическим нагревом. При этом самопроизвольно температура раствора достигала 60 °С. В экспериментах использовали растворы кислот следующих концентраций, % (по массе): H_2SO_4 10; HCl 10; HNO_3 10; HF 4. Выбор данных значений концентрации растворителей базировался на опыте других исследователей [5; 28 – 30]. Отношение жидкого к твердому было принято равным 5:1, необходимый объем реагента определяли с учетом плотности кислоты заданной концентрации [31].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

После проведения кислотного рафинирования кремния полученные растворы анализировали на содержа-

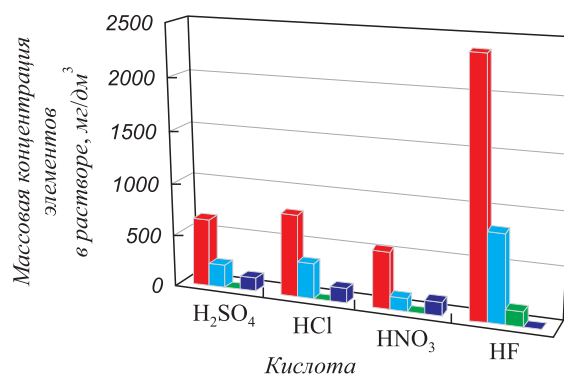


Рис. 5. Сравнительная гистограмма концентрации примесей в растворе кислотного рафинирования кремния:

■ – Fe; ■ – Al; ■ – Ti; ■ – Ca

Fig. 5. Comparative histogram of impurities concentration in the solution of acid silicon refining:

■ – Fe; ■ – Al; ■ – Ti; ■ – Ca

ние примесей (рис. 5) методами атомно-эмиссионного анализа (АЭА) на спектрометре PDA-8000 (Shimadzu, Япония).

При использовании в качестве растворителя плавиковой кислоты получены наилучшие результаты по переводу в раствор примесных элементов. Концентрация составила 2380 мг/дм³ железа, 831 мг/дм³ алюминия, 145 мг/дм³ титана. При использовании соляной кислоты получены наилучшие результаты по переводу кальция в раствор выщелачивания (его концентрация составила 147 мг/дм³).

Полученные результаты свидетельствуют о возможности применения рассматриваемых кислот для проведения более глубокой очистки металлургического кремния, полученного после окислительного рафинирования на АО «Кремний». Также были проведены эксперименты по выщелачиванию примесей в раствор при использовании смесей кислот. Для экспериментов были выбраны следующие соотношения серной, соляной, азотной, плавиковой кислот: 1:1, 3:1 и 1:1. Условия эксперимента (температура, соотношение Ж:Т, скорость перемешивания и продолжительность) не изменялись. Было проведено 15 экспериментов по выщелачиванию примесей с различными комбинациями смесей кислот. Наилучшие результаты по переводу примесей в раствор гидрометаллургической обработки мелкофракционного кремния представлены на рис. 6 (данные АЭА).

Массовая концентрация титана в растворе выщелачивания с применением трех кислот в различных соотношениях ($H_2SO_4:HCl = 1:3$, $HNO_3:HCl = 3:1$, $HNO_3:H_2SO_4 = 1:3$) составила 2,77, 2,39 и 1,54 мг/дм³.

Исходя из результатов АЭА растворов после гидрометаллургического рафинирования кремния, можно сделать вывод, что наиболее эффективной для максимального перевода примесей в раствор является смесь

серной и плавиковой кислот при их соотношении 1:1. При использовании такой смеси кислот в качестве растворителя массовая концентрация железа, алюминия, кальция и титана в растворе наибольшая. Использование в качестве растворителя смеси серной и соляной кислот в соотношении 1:3 также позволило достигнуть достаточно высоких значений массовых концентраций примесных элементов в растворе выщелачивания (по сравнению с использованием кислот по отдельности – кроме HF).

Выводы

Для очистки металлургического кремния выполнены исследования кислотной обработки образцов мелкофракционного кремния. В качестве реагента использовали 10 %-ные растворы соляной, серной и азотной кислот, а также 4 %-ную плавиковую кислоту. Термодинамически взаимодействие примесных металлосодержащих соединений кремния с этими растворителями возможно.

При использовании в качестве растворителя плавиковой кислоты получены наилучшие результаты по переводу в раствор железа, алюминия, титана. При обработке кремния соляной кислотой получены наилучшие результаты по переводу кальция в раствор выщелачивания. Использование в качестве растворителя смеси H_2SO_4 и HCl (при соотношении 1:3) позволило достигнуть достаточно высоких значений массовых концентраций примесных элементов в растворе выщелачивания. Степень очистки от железа составила 33,32 %, алюминия – 54,64 %, кальция – 65,77 %, титана – 15,64 %. При использовании смеси кислот наиболее эффективной для максимального перевода примесей в раствор является смесь серной и плавиковой кислот при соотношении 1:1 (массовая концентрация железа, алюминия, кальция и титана в растворе наибольшая). Степень очистки от железа при этом составила 88,37 %, алюминия – 81,85 %, кальция – 94,62 %, титана – 92,22 %. С точки зрения организации кислотной очистки кремния в промышленных условиях экономически и экологически целесообразнее выбирать смесь 10 %-ных серной и соляной кислот при соотношении 1:3.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Jorn P. Silicon in the 2020s. In: *Silicon for the Chemical and Solar Industry XV. Proceeding of the Int. Conf. June 15 – 18. Norway, Trondheim, 2020*:57–64.
2. Holappa L. Toward sustainability in ferroalloys production. In: *Proceeding of the Twelfth Int. Ferroalloys Congress. June 6 – 9. Finland, Helsinki, 2010*:1–10.
3. Schei A., Tuset J.Kr., Tveit H. *Production of High Silicon Alloys*. Trondheim: Tapir; 1998:363.
4. Рожихина И.Д., Нохрина О.И., Ёлкин К.С., Голодова М.А. Ферросплавное производство: состояние и тенденции развития в мире и России. В кн.: *Металлургия: техно-*

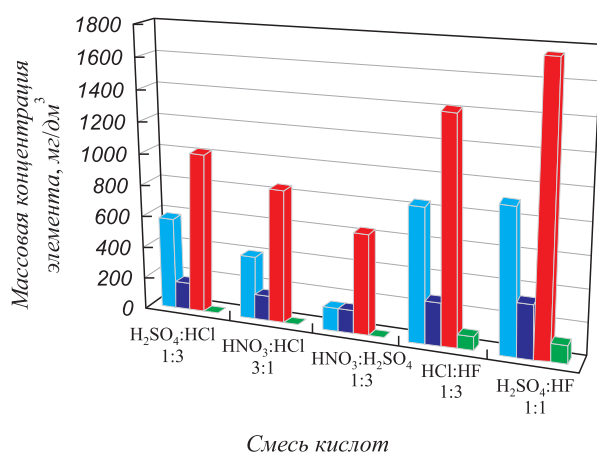


Рис. 6. Результаты атомно-эмиссионного анализа растворов рафинирования кремния:

■ – Al; ■ – Ca; ■ – Fe; ■ – Ti

Fig. 6. Results of atomic emission analysis of silicon refining solutions:

■ – Al; ■ – Ca; ■ – Fe; ■ – Ti

- логии, инновации, качество. *Металлургия – 2019. Ч. 1. Труды XXI Международной научно-практической конференции. 23–24 ноября 2019 г.* Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2019:20–32.
- Rozhikhina I.D., Nokhrina O.I., Elkin K.S., Golodova M.A. Ferroalloy production: State and trends of development in the world and Russia. In: *Metallurgy – 2019: Technologies, Innovations, Quality. Part 1. Proceedings of the XXI Int. Sci. and Pract. Conf., November 23–24, 2019.* Novokuznetsk: ITs SibSIU; 2019:20–32. (In Russ.).
5. Попов С.И. *Металлургия кремния в трехфазных руднотермических печах.* Иркутск: ЗАО «Кремний»; 2004:237.
Popov S.I. *Metallurgy of Silicon in Three-Phase Ore-Thermal Furnaces.* Irkutsk: Kremnii; 2004:237. (In Russ.).
 6. Гасик М.И., Гасик М.М. *Электротермия кремния.* Днепропетровск: Национальная металлургическая академия Украины; 2011:487.
Gasik M.I., Gasik M.M. *Silicon Electrothermy.* Dnepropetrovsk: Natsional'naya metallurgicheskaya akademiya Ukrainy; 2011:487. (In Russ.).
 7. Катков О.М. *Выплавка технического кремния.* Иркутск: изд. ИрГТУ; 1999:243.
Katkov O.M. *Smelting of Technical Silicon.* Irkutsk: IrSTU; 1999:243. (In Russ.).
 8. Ringdalen E., Tangstad M. Reaction mechanisms in carbothermic production of silicon, study of selected reactions. In: *Int. Smelting Technology Symposium 2012.* Downey J.P., Battle Th.P. eds. 2012:195–203.
<https://doi.org/10.1002/9781118364765.ch24>
 9. Gasik M. *Handbook of Ferroalloys: Theory and Technology.* Oxford: Butterworth-Heinemann; 2013:536.
 10. Dazhou Y. Siemens Process. In: *Handbook of Photovoltaic Silicon.* Berlin, Heidelberg: Springer; 2017:1–32.
https://doi.org/10.1007/978-3-662-52735-1_4-1
 11. Braga A.F.B., Moreira S.P., Zampieri P.R., Bacchin J.M.G., Mei P.R. New processes for the production of solar-grade polycrystalline silicon: A review. *Solar Energy Materials and Solar Cells.* 2008;92(4):418–424.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2007.10.003>
 12. Johnston M., Barati M. Distribution of impurity elements in slag-silicon equilibria for oxidative refining of metallurgical silicon for solar cell applications. *Solar Energy Materials and Solar Cells.* 2010;94(12):2085–2090.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2010.06.025>
 13. Непомнящих А.И., Грибов Б.Г., Елисеев И.А., Калашник О.Н. Нетрадиционные технологии получения кремния для солнечной энергетики. В кн.: *Тезисы докладов VI Международной конференции и V Школы молодых ученых и специалистов по актуальным проблемам физики, материаловедения, технологии и диагностики кремния, нанометровых структур и приборов на его основе «Кремний-2009». 7–10 июля 2009 г.* Новосибирск: ИИХ СО РАН; 2009:26.
Nepomnyashchikh A.I., Gribov B.G., Eliseev I.A., Kalashnik O.N. Unconventional silicon production technologies for solar energy. In: *Abstracts of the VI Int. Conf. and the V School of Young Scientists and Specialists on Topical Issues of Physics, Materials Science, Technology and Diagnostics of Silicon, Nanometer Structures and Devices based on it “Silicon-2009”, July 7–10, 2009.* Novosibirsk: Nikolaev Institute of Inorganic Chemistry SB RAS, 2009:26. (In Russ.).
 14. Xi F., Li Sh., Ma W., Chen Zh., Wei K., Wu J. A review of hydrometallurgy techniques for the removal of impurities from metallurgical-grade silicon. *Hydrometallurgy.* 2021; 201:105553. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2021.105553>
 15. Немчинова Н.В., Тютрин А.А. Изучение процесса гидрометаллургического рафинирования кремния. В кн.: *Цветные металлы-2011. Материалы третьего международного конгресса. 7–9 сент. 2011 г.* Красноярск. 2011:342–344.
Nemchinova N.V., Tyutrin A.A. Study of the process of silicon hydrometallurgical refining of. In: *Non-Ferrous Metals-2011. Materials of the 3rd Int. Congress, 7-9 September 2011, Krasnoyarsk.* 2011:342–344. (In Russ.).
 16. Wei K., Zheng D., Ma W., Yang B., Dai Y. Study on Al removal from Mg-Si by vacuum refining. *Silicon.* 2015; 7(3):269–274. <https://doi.org/10.1007/s12633-014-9228-9>
 17. Mitrašinović A.M., Souza R.D., Utigard T.A. Impurity removal and overall rate constant during low pressure treatment of liquid silicon. *Journal of Materials Processing Technology.* 2012;212(1):78–82.
<https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.08.006>
 18. Пат. № 2381990 РФ. Способ вакуумной очистки кремния / А.А. Кравцов; заявл. 15.09.2008; опубл. 20.02.2010.
Kravtsov A.A. *Method of Silicon Vacuum Cleaning.* Patent no. 2381990 RF; Publ. 20.02.2010. (In Russ.).
 19. Tanay F., Dubois S., Enjalbert N., Veirman J. Low temperature-coefficient for solar cells processed from solar-grade silicon purified by metallurgical route. *Progress in Photovoltaics: Research and Applications.* 2011;19(8):966–972.
<https://doi.org/10.1002/pip.1104>
 20. Jiang D., Tan Y., Shi S., Dong W., Gu Z., Zou R. Removal of phosphorus in molten silicon by electron beam candle melting. *Materials Letters.* 2012;78:4–7.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2012.03.031>
 21. Непомнящих А.И., Красин Б.А., Васильева И.Е., Елисеев И.А., Еремин В.П., Федосенко В.А., Синицкий В.В. Кремний для солнечной энергетики. *Известия Томского политехнического университета.* 2000;300(2):176–190.
Nepomnyashchikh A.I., Krasin B.A., Vasil'eva I.E., Eliseev I.A., Eremin V.P., Fedosenko V.A., Sinitskii V.V. Silicon for solar energy. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta.* 2000;300(2):176–190. (In Russ.).
 22. Leblanc D., Boisvert R. Process and apparatus for purifying silicon. In: *Silicon for the Chemical and Solar Industry IX: Proceedings of the Int. Sci. Conf. June 23–26. Norway, Oslo.* 2008:121–129.
 23. Немчинова Н.В. Исследование химического состава металлургического кремния. *Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология.* 2012;(1(2)):129–134.
Nemchinova N.V. Investigation of chemical composition of metallurgical silicon. *Izvestiya vuzov. Prikladnaya khimiya i biotekhnologiya.* 2012;(1(2)):129–134. (In Russ.).
 24. Nemchinova N.V., Hoang V.V., Tyutrin A.A. Formation of impurity inclusions in silicon when smelting in ore-thermal furnaces. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2020;969:012038.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/969/1/012038>
 25. Немчинова Н.В. *Поведение примесных элементов при производстве и рафинировании кремния.* Москва: Академия естествознания; 2008:237.

- Nemchinova N.V. *Behavior of Impurity Elements in Production and Refining of Silicon*. Moscow: Akademiya estestvoznaniiya; 2008:237. (In Russ.).
26. Свидетельство № 2022612200 РФ. *Расчет термодинамической вероятности химических реакций при кислотном рафинировании металлургического кремния* / Н.В. Немчинова, А.А. Зайцева; заявл. 03.02.2022; опубл. 08.02.2022.
- Nemchinova N.V., Zaitseva A.A. *Calculation of thermodynamic probability of chemical reactions during acid refining of metallurgical silicon*. Certificate no. 2022612200 RF; Publ. 08.02.2022. (In Russ.).
27. Зайцева А.А., Зырянов Н.В. Исследование возможности применения различных кислот при гидрометаллургическом рафинировании металлургического кремния. В кн.: *Перспективы развития технологии переработки углеводородных и минеральных ресурсов. Материалы XII Всероссийской научно-практической конференции с международным участием*. Иркутск: изд. ИРНТУ; 2022:88–91.
- Zaitseva A.A., Zyryanov N.V. Possibility of using various acids in hydrometallurgical refining of metallurgical silicon. In: *Prospects for the Development of Technology for Processing Hydrocarbon and Mineral Resources. Materials of XII All-Russ. Sci. and Pract. Conf. with International Participation*. Irkutsk: INRTU, 2022:88–91. (In Russ.).
28. Пат. № 2388691 РФ. *Способ очистки порошкообразного кремния* / В.В. Заддэ, А.К. Лесников, П.А. Лесников, Д.С. Стребков; заявл. 29.04.2008; опубл. 10.11.2009.
- Zadde V.V., Lesnikov A.K., Lesnikov P.A., Strebkov D.S. *Method of purification of powdered silicon*. Patent no. 2388691 RF; Publ. 10.11.2009. (In Russ.).
29. Nemchinova N.V., Tyutrin A.A., Zelinskaya E.V. Acidic-ultrasonic refining of silicon by carbothermic technology. *Metallurgist*. 2015;59(3):258–263.
- <https://doi.org/10.1007/s11015-015-0094-5>
30. Тамендаров М.Ф., Чумиков Г.Н., Токмолдин С.Ж. Исследование фосфорных шлаков для получения кремния солнечного качества. В кн.: *Химия и металлургия комплексной переработки минерального сырья: материалы международной научно-практической конференции. 25–26 июня 2015 г., Казахстан, Караганда*. 2015:115–120.
- Tamendarov M.F., Chumikov G.N., Tokmoldin S.Zh. Investigation of phosphoric slags for obtaining solar-quality silicon. In: *Chemistry and Metallurgy of Complex Processing of Mineral Raw Materials: Materials of Int. Sci. and Pract. Conf., June 25–26, 2015. Kazakhstan, Karaganda*. 2015: 115–120. (In Russ.).
31. Рабинович В.А., Хавин З.Я. *Краткий химический справочник*. Ленинград: Химия; 1978:269.
- Rabinovich V.A., Khavin Z.Ya. *Brief Chemical Guide*. Leningrad: Khimiya; 1978:269. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Нина Владимировна Немчинова, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой металлургии цветных металлов, Иркутский национальный исследовательский технический университет
ORCID: 0000-0001-9895-1709
E-mail: ninavn@yandex.ru

Nina V. Nemchinova, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair “Non-Ferrous Metallurgy”, Irkutsk National Research Technical University
ORCID: 0000-0001-9895-1709
E-mail: ninavn@yandex.ru

Андрей Александрович Тютрин, к.т.н., доцент кафедры металлургии цветных металлов, Иркутский национальный исследовательский технический университет
ORCID: 0000-0001-9983-2680
E-mail: an.tu@inbox.ru

Andrei A. Tyutrin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair “Non-Ferrous Metallurgy”, Irkutsk National Research Technical University
ORCID: 0000-0001-9983-2680
E-mail: an.tu@inbox.ru

Анна Александровна Зайцева, аспирант, ассистент кафедры металлургии цветных металлов, Иркутский национальный исследовательский технический университет
E-mail: vo1odkinaa@yandex.ru

Anna A. Zaitseva, Postgraduate, Assistant of the Chair “Non-Ferrous Metallurgy”, Irkutsk National Research Technical University
E-mail: vo1odkinaa@yandex.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

Н. В. Немчинова – общее научное руководство и подготовка рукописи статьи.
А. А. Тютрин – анализ полученных результатов эксперимента.
А. А. Зайцева – проведение экспериментов и оформление графической части статьи.

N. V. Nemchinova – general scientific guidance, preparation of the manuscript.
A. A. Tyutrin – analysis of the obtained experimental results.
A. A. Zaitseva – conducting of experiments, design of the graphic material.

Поступила в редакцию 11.07.2022
 После доработки 06.09.2022
 Принята к публикации 07.09.2022

Received 11.07.2022
 Revised 06.09.2022
 Accepted 07.09.2022

ИННОВАЦИИ В МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОМ
ПРОМЫШЛЕННОМ И ЛАБОРАТОРНОМ
ОБОРУДОВАНИИ, ТЕХНОЛОГИЯХ И МАТЕРИАЛАХ

INNOVATION IN METALLURGICAL
INDUSTRIAL AND LABORATORY EQUIPMENT,
TECHNOLOGIES AND MATERIALS



УДК 621.771.65

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-222-228



Оригинальная статья
Original article

АНАЛИЗ ПРИРОДЫ ПРОИСХОЖДЕНИЯ ХАРАКТЕРНЫХ ДЕФЕКТОВ МЕЛЮЩИХ ШАРОВ ИЗ ОТБРАОВКИ НЕПРЕРЫВНОЛИТЫХ ЗАГОТОВОК РЕЛЬСОВОЙ СТАЛИ

А. А. Уманский , И. С. Морозов, Е. В. Протопопов,
А. С. Симачев, Л. В. Думова

Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

umanskii@bk.ru

Аннотация. На основании металлографических исследований определены характерные дефекты мелющих шаров, прокатанных из отбраковки непрерывнолитых заготовок рельсовой стали марки К76Ф. Установлена взаимосвязь наличия внутренних дефектов шаров с их ударной стойкостью. Наибольшее влияние на снижение ударной стойкости шаров оказывают дефекты в виде внутренних трещин со скоплениями неметаллических включений в области их локализации и флокены. Такие дефекты являются причиной разрушения шаров при испытаниях на ударную стойкость в 62 и 17 % случаев соответственно. Влияние внутренних трещин без значительных скоплений неметаллических включений и закалочных микротрещин, расположенных по границам раздела фаз, оценивается на уровне 12 и 9 %. Установлены закономерности и механизм влияния химического состава отбраковки заготовок рельсовой стали К76Ф на вероятность разрушения производимых из них шаров при испытаниях на ударную стойкость. Увеличение содержания серы в заготовках рассматриваемой рельсовой стали снижает ударную стойкость производимых из них шаров, так как способствует образованию непластичных сульфидов, которые концентрируются в области расположения внутренних трещин. Повышение содержания водорода в рельсовой стали закономерно способствует увеличению вероятности образованию флокенов, которые значительно уменьшают устойчивость шаров к ударным нагрузкам. Увеличение концентрации углерода в исходных заготовках влияет на повышение вероятности разрушения шаров из стали К76Ф при копровых испытаниях, что объясняется образованием карбидов цементитного типа при достижении содержания углерода, соответствующего заэвтектоидной стали. В целом относительная степень влияния химического состава рельсовой стали марки К76Ф на ударную стойкость мелющих шаров составляет 48 %.

Ключевые слова: внутренние дефекты, макроструктура, мелющие шары, ударная стойкость, рельсовая сталь, непрерывнолитые заготовки, металлографические исследования

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда, проект № 22-29-20170 и гранта Кемеровской области – Кузбасса.

Для цитирования: Уманский А.А., Морозов И.С., Протопопов Е.В., Симачев А.С., Думова Л.В. Анализ природы происхождения характерных дефектов мелющих шаров из отбраковки непрерывнолитых заготовок рельсовой стали. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):222–228. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-222-228>

OCCURRENCE OF CHARACTERISTIC DEFECTS OF GRINDING BALLS FROM REJECTS OF CONTINUOUSLY CAST BILLETS OF RAIL STEEL

A. A. Umanskii , I. S. Morozov, E. V. Protopopov,
A. S. Simachev, L. V. Dumova

Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

umanskii@bk.ru

Abstract. On the basis of metallographic studies, the authors determined the characteristic defects of grinding balls rolled from the rejects of continuously cast billets of K76F rail steel. Relationship of the presence of internal defects of the balls with their impact resistance was established. Defects

in the form of internal cracks with accumulations of non-metallic inclusions in the area of their localization and flocks have the greatest impact on the reduction of balls impact resistance. Such defects are the cause of balls destruction during impact resistance tests in 62 and 17 % of cases, respectively. The effect of internal cracks without significant accumulations of non-metallic inclusions and quenching microcracks located along the boundaries of the phase interface was estimated at 12 and 9 %. The regularities and mechanism of influence of the rejects chemical composition of K76F rail steel billets on the probability of destruction of the balls produced from them during impact resistance tests were established. An increase in sulfur content in the billets of the studied rail steel reduces impact resistance of the balls produced from them, as it contributes to formation of non-plastic sulfides that concentrate in the area of internal cracks. An increase in hydrogen content in rail steel naturally contributes to an increase in probability of formation of the flocks, which significantly reduce the balls stability to shock loads. An increase in carbon content in the initial billets affects the increase in probability of destruction of K76F steel balls during copra tests. It is explained by formation of cementite-type carbides when carbon content corresponding to the eutectoid steel is reached. In general, the relative degree of influence of the K76F rail steel chemical composition on impact resistance of grinding balls is 48 %.

Keywords: internal defects, macrostructure, grinding balls, impact resistance, rail steel, continuously cast billets, metallographic studies

Acknowledgements: The research was supported the Russian Science Foundation (grant No. 22-29-20170) and the Kemerovo Region – Kuzbass.

For citation: Umanskii A.A., Morozov I.S., Protodopov E.V., Simachev A.S., Dumova L.V. Occurrence of characteristic defects of grinding balls from rejects of continuously cast billets of rail steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):222–228.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-222-228>

ВВЕДЕНИЕ

Мелющие (помольные) шары используются для подготовки (размола) исходных материалов в различных отраслях промышленности: металлургической, горнорудной, цементной [1 – 3]. Ключевыми характеристиками, определяющими эффективность работы и срок службы мелющих шаров, являются их твердость (поверхностная и объемная) и ударная стойкость [4 – 6]. Высокие значения указанных показателей достигаются, в основном, за счет дополнительного легирования исходных сталей хромом [7; 8] и применения термообработки шаров после их прокатки [9 – 11].

Рядом исследователей [12; 13] ранее установлено определяющее влияние внутренних дефектов шаров на их ударную стойкость. Однако контроль качества макроструктуры шаров не регламентирован в нормативно-технической документации на производство данного вида продукции и, соответственно, не производится. Отсутствие такого контроля шаров и заготовок для их производства в потоке производства, в свою очередь, обуславливает отсутствие обоснованной информации о характерных дефектах, являющихся причинами снижения эксплуатационного ресурса шаров в результате их раскола при ударных нагрузках.

Таким образом, исследования характерных дефектов мелющих шаров во взаимосвязи с их ударной стойкостью являются актуальными.

В настоящей работе в качестве объекта исследований использованы мелющие шары, произведенные ОАО «Гурьевский металлургический завод» («ОАО «ГМЗ») из отбраковки непрерывнолитых заготовок рельсовой стали, поставляемых компанией «Мечел». Следует отметить, что в последние годы переработка указанных заготовок в мелющие шары получила развитие в связи с увеличением количества отбраковки [14 – 17], в свою очередь обусловленным повышением требований к качеству рельсов [18; 19]. В настоящее время ОАО «ГМЗ» является одним из ведущих производителей мелющих шаров в России

и ежегодно прокатывает 25 – 40 тыс. т шаров из отбраковки заготовок рельсовой стали К76Ф, что составляет 30 – 50 % от общего объема выпуска данного вида продукции на предприятии. Результаты исследований природы происхождения дефектов мелющих шаров, произведенных из отбраковки заготовок рельсовых сталей, являются научной базой для повышения их ударной стойкости при массовом производстве, а их использование на практике потенциально обладает значительной экономической эффективностью.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследования происхождения дефектов мелющих шаров, произведенных из отбраковки рельсовой стали, проводили методом металлографического анализа с использованием оптического микроскопа OLYMPUS GX-51 и рентгеноструктурного анализа с использованием дифрактометра Shimadzu XRD-6000.

В качестве объектов исследования использовали мелющие шары диаметром 60 мм из рельсовой стали марки К76Ф производства ОАО «Гурьевский металлургический завод», отбракованные по результатам копро-вых испытаний. Анализировали 20 партий шаров.

Исследовали параметры микроструктуры, ликвацию основных химических элементов и распределение твердости по сечению отбракованных мелющих шаров. Исследования ликвации химических элементов по сечению проводили с использованием спектрального анализа: методом рентгенофлуоресцентного анализа по ГОСТ 28033 – 89 (спектрометр Shimadzu XRF-1800) и фотоэлектрического спектрального анализа по ГОСТ 18895 – 97 (спектрометр ДФС-71).

Влияние параметров сталеплавильного передела на вероятность неудовлетворительных результатов копро-вых испытаний изучали с использованием множественного регрессионного анализа. В качестве объекта исследований использовали случайную выборку из 50 партий шаров диаметром 60 мм.

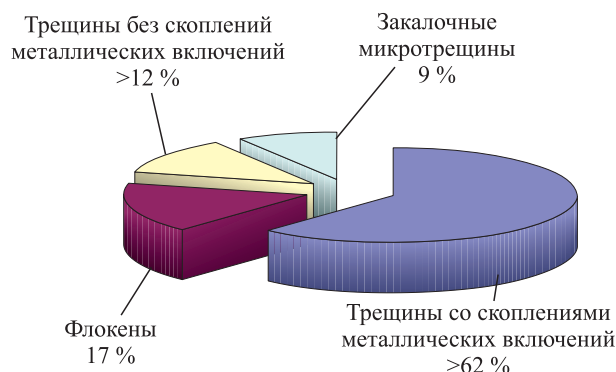


Рис. 1. Распределение дефектов мелющих шаров, произведенных из отбраковки рельсовой стали, по видам

Fig. 1. Distribution of defects of grinding balls produced from rail steel rejects, by type

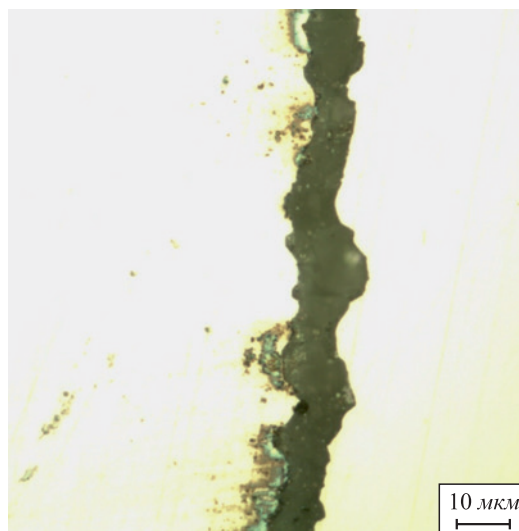


Рис. 2. Внутренняя трещина в мелющем шаре со скоплениями неметаллических включений

Fig. 2. Internal crack in grinding ball with clusters of non-metallic inclusions

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Полученное распределение дефектов, явившихся причинами разрушения мелющих шаров из рельсовой стали К76Ф при испытаниях на ударную стойкость, по видам представлено на рис. 1. Наибольшую долю составляют трещины со скоплениями неметаллических включений (рис. 2). Неметаллические включения, скопления которых наблюдаются в области локализации дефектов, преимущественно представляют собой сложные оксиды ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CaO--MgO}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--CaO}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--MgO}$), классифицируемые как непластичные или хрупкоразрушенные (способные вытягиваться в строчки при пластической деформации, но разрушающиеся при достижении определенной степени деформации), а также сульфиды марганца и железа. Основная масса неметаллических оксидных включений образуется в процессе раскисления стали. При этом следует отметить, что согласно существующей технологии производства рельсовых сталей раскисление алюминием не проводят и основным источником его поступления в сталь являются ферросплавы, где алюминий содержится в виде остаточной примеси. Концентрация сульфидных включений, образование

которых преимущественно происходит в процессе кристаллизации стали, напрямую определяется содержанием серы. При этом выраженное негативное влияние на качество проката оказывают сульфиды железа, уменьшения концентрации которых можно достичь повышением содержания марганца в стали. Вторым по распространенности видом дефекта являются флокены, идентифицированные в соответствии с общепринятой классификацией изломов [20]: на поверхности разрушения имеются участки в виде светлых пятен, имеющие более крупнокристаллическое строение по отношению к основному металлу (рис. 3).

Трещины без скоплений неметаллических включений (рис. 4) в области их локализации явились причиной неудовлетворительных испытаний мелющих шаров на ударную стойкость в 12 % случаев.

На основе вышесказанного можно констатировать, что дефекты, определяющие ударную стойкость мелю-



Рис. 3. Флокены в изломе шаров после испытаний на ударную стойкость

Fig. 3. Flocks in the balls fracture after impact resistance tests

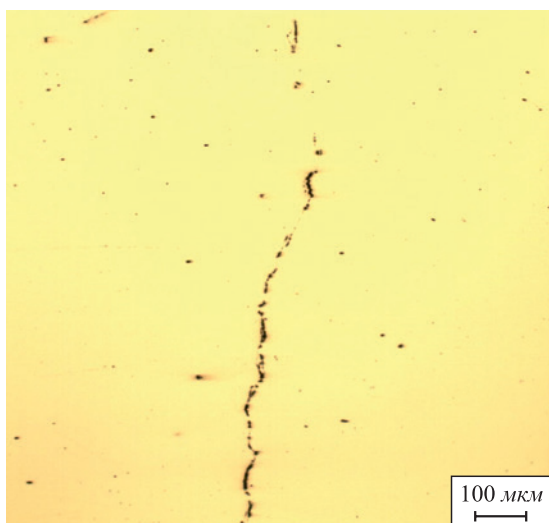


Рис. 4. Внутренняя трещина в шаре, расколовшемся после 24 ударов

Fig. 4. Internal crack in the ball splitted up after 24 impacts

щих шаров из рельсовой стали К76Ф, имеют преимущественно сталеплавильное происхождение.

Для подтверждения полученных результатов дополнительно проведены статистические исследования влияния химического состава заготовок на отбраковку шаров по результатам копровых испытаний. Установлено, что повышения содержаний серы, водорода и углерода в стали в существующем диапазоне их концентрации (табл. 1) оказывают значимое влияние на увеличение отбраковки шаров при испытаниях на ударную стойкость:

$$B_{\text{копр}} = -12,9 + 3,7[H] + 102,3[S] + 11,8[C],$$

где $B_{\text{копр}}$ – отбраковка шаров по результатам копровых испытаний, %; $[C]$, $[S]$ – содержание углерода и серы в стали, %; $[H]$ – содержание водорода в стали, ppm.

В соответствии с вышеприведенными результатами металлографических исследований влияние концентрации водорода в стали на вероятность разрушения шаров при копровых испытаниях связано с образованием флокенов, выявленных в изломе ряда расколовшихся шаров, а влияние серы – с образованием непластичных сульфидов.

В структуре оставшихся 9 % шаров, не выдержавших испытания на ударную стойкость, выявлены микротрещины по границам раздела фаз мартенсита и троостита (рис. 5, а, б). Наличие троостита свидетельствует об отклонении от оптимального режима термообработки, а именно, о пониженной скорости охлаждения при закалке. Полученная двухфазная структура является дефектной по причине значительного различия механических свойств мартенсита и троостита, что повышает вероятность разрушения изделий при ударных нагрузках. Фактически диапазон изменения твердости в сердцевине шаров со структурой мартенсит + троостит составляет 7 – 8 HRC, что подтверждает вышеприведенный тезис о неравномерности распределения механических свойств. Следует отметить, что указанная неравномерность свойств усугубляется присутствием в микроструктуре сердцевины таких шаров помимо мартенсита и троостита карбидов цементитного типа (рис. 5, в). Наличие карбидов свидетельствует о повышенном (до заэвтектоидного состава) содержании углерода и обусловлено

Т а б л и ц а 1

Статистические характеристики функций и параметра оптимизации для мелющих шаров из рельсовой стали К76Ф

Table 1. Statistical characteristics of functions and optimization parameter for grinding balls made of K76F rail steel

Наименование	Единицы измерения	Область изменения	Среднее значение	Среднее квадратическое отклонение
Брак по результатам копровых испытаний	%	0 – 15,2	3,8	1,1
Содержание в стали				
углерода	%	0,75 – 0,87	0,78	0,09
водорода	ppm	1,2 – 2,0	1,7	0,3
серы	%	0,008 – 0,018	0,012	0,003
фосфора	%	0,011 – 0,020	0,015	0,004
ванадия	%	0,07 – 0,11	0,09	0,01
кремния	%	0,28 – 0,41	0,35	0,04
никеля	%	0,04 – 0,07	0,05	0,01
хрома	%	0,04 – 0,09	0,07	0,01
меди	%	0,01 – 0,05	0,03	0,01
титана	%	0,001 – 0,006	0,003	0,001

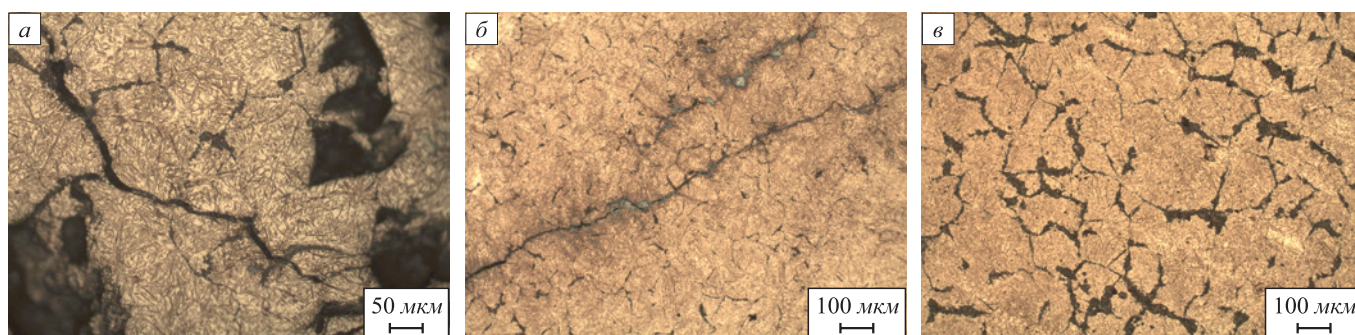


Рис. 5. Микроструктура шара, расколовшегося после 29 ударов:

а – микротрещина между двумя разрушенными частями поверхности шара;

б – образование микротрещины по границам зерен (место нахождения трооститной составляющей);

в – центральная зона шара

Fig. 5. Microstructure of the ball splitted up after 29 impacts:

a – a microcrack between two destroyed parts of the ball surface;

b – formation of a microcrack along the grain boundaries (location of the troostite component);

v – central zone of the ball

значительной его ликвацией (табл. 2). При этом следует отметить, что ликвация остальных химических элементов крайне незначительна.

Таким образом, отрицательное влияние повышения содержания углерода на ударную стойкость шаров обусловлено образованием карбидов цементитного типа при достижении содержания углерода, соответствующего заэвтектоидной стали.

Относительная суммарная степень влияния концентрации вышеприведенных химических элементов на отбраковку шаров по результатам копровых испытаний составила 48 %. Исходя из вышеизложенных результа-

тов, оставшиеся 52 % относительного влияния на ударную стойкость шаров связаны с параметрами технологии раскисления стали и параметрами термообработки шаров после их прокатки. Эффективным методом уменьшения концентрации глиноземистых оксидных включений является применение ферросплавов новых марок с пониженным содержанием алюминия. Это является актуальным, так как в ряде распространенных видов ферросплавов содержание алюминия может достигать значительной величины: в ферросилиции различных марок допустимое содержание алюминия составляет 1,0 – 3,5 %. Также снижению концентрации

Т а б л и ц а 2

Распределение содержания основных химических элементов по сечению шаров из рельсовой стали К76Ф

Table 2. Distribution of content of the main chemical elements over cross section of K76F rail steel balls

Количество элементов, % (по массе)	Место отбора пробы			
	Поверхность	Расстояние 1/4 диаметра от поверхности	Сердцевина	Требования ГОСТ Р 51685 – 2013
C	0,78	0,82 – 0,83	0,84 – 0,85	0,71 – 0,82*
Si	0,26 – 0,27	0,26 – 0,27	0,27	0,25 – 0,60
Mn	1,03 – 1,04	1,02 – 1,04	1,04 – 1,05	0,75 – 1,25
Cr	0,08	0,08	0,08	<0,20
Ni	0,04 – 0,05	0,05	0,05	<0,20
Cu	0,01 – 0,02	0,01	0,01	<0,20
Ti	0,001 – 0,002	0,001 – 0,003	0,003	<0,010
V	0,085 – 0,086	0,086 – 0,088	0,089 – 0,092	0,03 – 0,15
Mo	0,005	0,003 – 0,004	0,005 – 0,006	–
Nb	0,003 – 0,004	0,003	0,003	–
S	0,016 – 0,017	0,014 – 0,015	0,013 – 0,016	<0,020
P	0,015 – 0,017	0,014 – 0,016	0,015	<0,020

* допустимые отклонения составляют $\pm 0,02$ %.

неметаллических включений закономерно способствует уменьшению окисленности стали на выпуске из плавильных агрегатов, что достигается за счет совершенствования режимов продувки. Касательно влияния параметров термообработки на образование дефектов мелющих шаров можно отметить, что эффективным направлением по снижению вероятности появления закалочных трещин является применение закалочных сред с высокой охлаждающей способностью.

Выводы

На основании комплекса металлографических и статистических исследований определены характерные дефекты, наличие которых обуславливает снижение ударной стойкости мелющих шаров из отбраковки рельсовой стали марки К76Ф. Анализ природы данных дефектов показал, что они имеют преимущественно сталяплавленное происхождение (внутренние трещины со скоплениями неметаллических включений, флокены) и их образование находится в прямой взаимосвязи с содержанием серы, водорода и углерода в стали. Относительная степень влияния вышеуказанных химических элементов в рельсовой стали К76Ф в фактическом диапазоне изменения их концентрации на ударную стойкость мелющих шаров составила 48 %. Также выявлено значительное влияние на устойчивость мелющих шаров к ударным нагрузкам параметров их термообработки, что подтверждено наличием закалочных трещин в изломе 9 % шаров, не выдержавших копровые испытания.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Рахутин М.Г., Бойко П.Ф. Пути совершенствования методов оценки основных характеристик мелющих шаров. *Уголь*. 2017;(12):49–52. <https://doi.org/10.18796/0041-5790-2017-12-49-52>
Rakhutin M.G., Boiko P.F. Ways to improve assessment methods of the main characteristics of grinding balls. *Ugol'*. 2017;(12):49–52. (In Russ.). <https://doi.org/10.18796/0041-5790-2017-12-49-52>
2. Крутилин А.Н., Бестужев Н.И., Бестужев А.Н., Каленкович Д.Н. Мелющие тела. Проблемы. Перспективы. *Литье и металлургия*. 2009;(4(53)):26–33.
Krutilin A.N., Bestuzhev N.I., Bestuzhev A.N., Kalenkovich D.N. Grinding bodies. Problems. Prospective. *Lit'e i metallurgiya*. 2009;(4(53)):26–33. (In Russ.).
3. Aldrich C. Consumption of steel grinding media in mills – A review. *Minerals Engineering*. 2013;49:77–91. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2013.04.023>
4. Найзабеков А.Б., Мухаметкалиев Б.С., Арбуз А.С., Лежнев С.Н. Снижение расхода стальных мелющих шаров путем улучшения технологии их производства. *Вести высших учебных заведений Черноземья*. 2016;(4(46)):78–86.
Naizabekov A.B., Mukhametkaliev B.S., Arbuz A.S., Lezhnev S.N. Reduction of consumption of steel grinding balls by improving their production technology. *Vesti vysshikh uchebnykh zavedenii Chernozem'ya*. 2016;(4(46)):78–86. (In Russ.).
5. Lam M.M., Serov A.I., Smyrnov Y.N., Ternavskii A.N., Mykheiev V.V. Production of hard (class V) grinding balls at PJSC “DMPZ”. *Steel in Translation*. 2017;47(5):325–329. <https://doi.org/10.3103/S0967091217050072>
6. Umucu Y., Deniz V. The effect of ball type in fine particles grinding on kinetic breakage parameters. *Inzynieria Mineralna*. 2015;16(1):197–203.
7. Сталинский Д.В., Рудюк А.С., Солёный В.К. Выбор материала и технологий термической обработки мелющих шаров, работающих преимущественно в условиях абразивного износа. *Сталь*. 2017;(6):64–69.
Stalinskii D.V., Rudyuk A.S., Solenyi V.K. Choice of material and technologies for heat treatment of grinding balls operating mainly in conditions of abrasive wear. *Stal'*. 2017;(6):64–69. (In Russ.).
8. Bai X., Jin Y. Heat treatment of wear-resistant steel ball for large ball mills. *Heat Treatment of Metals*. 2017;42(5):193–196. <https://doi.org/10.13251/j.issn.0254-6051.2017.05.040>
9. Arlazarov A., Bouaziz O., Masse J.P., Kegel F. Characterization and modeling of mechanical behavior of quenching and partitioning steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2015; 620:293–300. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.034>
10. Zhang J., Ding H., Misra R.D.K., Wang C. Enhanced stability of retained austenite and consequent work hardening rate through pre-quenching prior to quenching and partitioning in a Q-P microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2014; 611:252–256. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.05.074>
11. Camurri C., Carrasco C., Colàs R. Improving the working life of steel grinding balls by optimizing their hardness and tenacity. *Materials Science Forum*. 2014;783–786:2260–2265. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.2260>
12. Ефременко В.Г. Металлографический анализ причин разрушения стальных катаных тел для барабанных мельниц. *Вестник Приазовского государственного технического университета*. 2000;(9):89–91.
Efremenko V.G. Metallographic analysis of causes of destruction of rolled steel bodies for drum mills. *Vestnik Priazovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*. 2000;(9):89–91. (In Russ.).
13. Уманский А.А., Головатенко А.В., Осолкова Т.Н., Симачев А.С., Щукин А.Г. Исследование влияния макро- и микроструктуры стальных помольных шаров на их ударную стойкость. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2019;62(4):283–289. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-4-283-289>
Umanskii A.A., Golovatenko A.V., Oskolkova T.N., Simachev A.S., Shchukin A.G. Influence of macro- and microstructure of steel grinding balls on their impact resistance. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2019;62(4):283–289. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-4-283-289>
14. Pater Z., Tomczak J., Bulzak T., Cyganek Z., Andrietti S., Barbelet M. An innovative method for producing balls from scrap rail heads. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2018;97(1-4):893–901. <https://doi.org/10.1007/s00170-018-2007-9>
15. Tomczak J., Pater Z., Bulzak T. The flat wedge rolling mill for forming balls from heads of scrap railway rails. *Archives of Metallurgy and Materials*. 2018;63(1):5–12. <https://doi.org/10.24425/118901>
16. Pater Z., Tomczak J., Bulzak T. A cross wedge rolling process for forming 70 mm diameter balls from heads of scrap

railway rails. *Procedia Manufacturing*. 2017;11:466–473. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2017.07.137>

17. Баранов Н.А., Тулупов О.Н. Производство мелющих шаров из рельсовой стали. *Актуальные проблемы современной науки, техники и образования*. 2017;(1) 96–99.

Baranov N.A., Tulupov O.N. Production of grinding balls from rail steel. *Aktual'nye problemy sovremennoi nauki, tekhniki i obrazovaniya*. 2017;(1):96–99. (In Russ.).

18. Головатенко А.В., Волков К.В., Александров И.В., Кузнецов Е.П., Дорофеев В.В., Сапелкин О.И. Ввод в эксплуатацию универсального рельсобалочного стана и освоение технологии производства рельсов на современном оборудовании в рельсобалочном цехе ОАО «ЕВРАЗ ЗСМК». *Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации*. 2014;6(1374):32–38.

Golovatenko A.V., Volkov K.V., Aleksandrov I.V., Kuznetsov E.P., Dorofeev V.V., Sapelkin O.I. Commissioning of universal rail-and-beam mill and mastering the technology of rail production on modern equipment in the rail-and-beam workshop of JSC “EVRAZ ZSMK”. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information*. 2014;6(1374):32–38. (In Russ.).

19. Shaburov D.V., Popov A.E., Zagumennov O.V. Rail production on a universal mill. *Steel in Translation*. 2016;46(7): 503–504. <https://doi.org/10.3103/S0967091216070111>

20. Герасимова Л.П., Ежов А.А., Маресев М.И. *Изломы конструкционных сталей: справочник*. М.: Металлургия; 1987:272.

Gerasimova L.P., Ezhov A.A., Maresev M.I. *Structural Steel Fractures: Handbook*. Moscow: Metallurgiya; 1987:272. (In Russ.).

Сведения об авторах

Александр Александрович Уманский, д.т.н., доцент кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0003-4403-9006

E-mail: umanskii@bk.ru

Иван Сергеевич Морозов, соискатель степени к.т.н. кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет

E-mail: ismorozov23@mail.ru

Евгений Валентинович Протопопов, д.т.н., профессор, профессор кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-7554-2168

E-mail: protopopov@sibsiu.ru

Артем Сергеевич Симачев, к.т.н., доцент кафедры «Обработка металлов давлением и металловедение. ЕВРАЗ ЗСМК», Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-9712-3757

E-mail: simachev_as@mail.ru

Любовь Валерьевна Думова, соискатель степени к.т.н. кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет

E-mail: doumova@bk.ru

Information about the Authors

Aleksandr A. Umanskii, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0003-4403-9006

E-mail: umanskii@bk.ru

Ivan S. Morozov, Candidates for a Degree of Cand. Sci. (Eng.) of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University

E-mail: ismorozov23@mail.ru

Evgenii V. Protopopov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-7554-2168

E-mail: protopopov@sibsiu.ru

Artem S. Simachev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair “Metal Forming and Metal Science. “EVRAZ ZSMK”, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-9712-3757

E-mail: simachev_as@mail.ru

Lyubov' V. Dumova, Candidates for a Degree of Cand. Sci. (Eng.) of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University

E-mail: doumova@bk.ru

Вклад авторов

А. А. Уманский – формирование плана проведения исследований; обобщение результатов металлографических и статистических исследований; формулирование общих выводов.

И. С. Морозов – проведение статистических исследований влияния химического состава рельсовой стали на отбраковку шаров по результатам копроновых испытаний.

Е. В. Протопопов – научное обоснование закономерностей влияния химического состава рельсовой стали на образование дефектов мелющих шаров; анализ полученных результатов.

А. С. Симачев – проведение металлографических исследований характерных дефектов и изломов мелющих шаров.

Л. В. Думова – проведение аналитического обзора по тематике исследований; оформление графических материалов и статьи.

Contribution of the Authors

A. A. Umanskii – formation of research plan; generalization of the results of metallographic and statistical studies; formulation of general conclusions.

I. S. Morozov – conducting statistical studies on influence of rail steel chemical composition on balls rejection based on the results of copro tests.

E. V. Protopopov – scientific substantiation of regularities of influence of the rail steel chemical composition on formation of defects in grinding balls; analysis of the research results.

A. S. Simachev – conducting metallographic studies on characteristic defects and fractures of grinding balls.

L. V. Dumova – conducting analytical review on the subject of research; design of graphic materials and text.

Поступила в редакцию 26.05.2022

После доработки 29.08.2022

Принята к публикации 14.12.2022

Received 26.05.2022

Revised 29.08.2022

Accepted 14.12.2022



УДК 536.52

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-229-235



Оригинальная статья
Original article

ПОГРЕШНОСТИ БЕСКОНТАКТНОГО ИЗМЕРЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ

А. А. Ким[✉], М. И. Подглазова, К. С. Шатохин

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

[✉] kim.aleksa26@mail.ru

Аннотация. В последнее время наблюдается тенденция улучшения характеристик и действенности всех существующих средств измерения за счет скачка развития технологий. Практически в каждой отрасли промышленности применяются разнообразные технологии, использующие контроль температуры. Температуру нагретого тела можно оценить путем измерения параметров его теплового излучения, которое представляет собой электромагнитные волны различной длины. Замер температуры необходим для комфортного автоматического контроля и управления процессами производства. Использование бесконтактных средств дает возможность осуществлять измерение температуры, во-первых, перемещающихся предметов, во-вторых, предметов, находящихся в малодоступных местах, в-третьих, избежать повреждения измерительных приборов при контроле больших температур. Высокое быстродействие, вероятность измерения температуры без отключения объекта от технологического процесса, обеспечение безопасности персонала, замер температуры до 3000 °С – это достоинства бесконтактного способа измерения температуры. Для получения достоверных значений при определении теплофизических величин необходимо знание процессов, происходящих при взаимодействии измерительного прибора или датчика с объектом измерения. Эти процессы оказывают влияние на величину погрешности замера, т. е. на величину отклонения результата от истинного значения измеряемой величины. В настоящей работе описаны погрешности бесконтактного измерения температуры с помощью пирометров, таких как пирометр суммарного излучения, пирометр частичного излучения, пирометр спектрального отношения, а также показаны результаты сравнительных расчетов между ними. Приведены выражения для оценки методических погрешностей пирометров суммарного излучения, частичного излучения и спектрального отношения, а также показаны результаты сравнительных расчетов погрешностей.

Ключевые слова: пирометр суммарного излучения, пирометр частичного излучения, пирометр спектрального отношения, пирометр, бесконтактное измерение температуры, абсолютно черное тело, методическая погрешность

Для цитирования: Ким А.А., Подглазова М.И., Шатохин К.С. Погрешности бесконтактного измерения температуры. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):229–235. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-229-235>

ERRORS OF NON-CONTACT TEMPERATURE MEASUREMENT

A. A. Kim[✉], M. I. Podglazova, K. S. Shatokhin

National University of Science and Technology “MISIS” (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

[✉] kim.aleksa26@mail.ru

Abstract. In recent years, there is a trend of improving the performance and efficiency of all existing measuring instruments due to a leap in technology. Almost every industry uses a variety of technologies that apply temperature control. Temperature of a heated body can be estimated by measuring the parameters of its thermal radiation, which are electromagnetic waves of different lengths. Temperature measurement is necessary for comfortable automatic control and management of production processes. The use of non-contact means makes it possible to measure the temperature of, firstly, moving objects, secondly, objects in inaccessible places, thirdly, to avoid damage to the measuring instruments when controlling large temperatures. High speed, the possibility of measuring temperature without disconnecting the object from the technological process, ensuring personnel safety, temperature measurement up to 3000 °C – these are the advantages of non-contact temperature measurement method. To obtain reliable values when measuring thermophysical quantities it is necessary to know the processes occurring in interaction of the measuring device or sensor with the object of measurement. These processes affect the magnitude of the measurement error, that is, magnitude of the result deviation from the true value of the measured parameter. This paper describes the errors of non-contact temperature measurement of pyrometers, namely total radiation pyrometer, partial radiation pyrometer, spectral ratio pyrometer, as well as shows the results of comparative calculations between them. Expressions for the evaluation of methodical errors of total radiation, partial radiation and spectral ratio pyrometers are given, as well as the results of comparative calculations of errors are shown.

Keywords: total radiation pyrometer, partial radiation pyrometer, spectral ratio pyrometer, pyrometer, non-contact temperature measurement, totally black body, methodical error

For citation: Kim A.A., Podglazova M.I., Shatokhin K.S. Errors of non-contact temperature measurement. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):229–235. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-229-235>

Бесконтактное измерение температуры считается преимущественным способом для мелких, движущихся или недоступных объектов, динамических процессов¹, требующих быстрого реагирования, и температур более 1000 °С. С целью подбора оптимального бесконтактного устройства измерения температуры для определенного использования следует осознавать основные принципы методологии измерения температуры, а также характерные черты разных концепций измерения, существующих в настоящее время^{2,3}.

Пирометры – это средства измерения температуры, регистрирующие тепловое излучение [1; 2]⁴. На основании законов излучения разработаны пирометры следующих типов:

- пирометр суммарного излучения (ПСИ) – измеряет полную энергию излучения (удобен для автоматической записи температуры во времени или для контроля поддержания постоянства температуры источника излучения [3]⁵);

- пирометр частичного излучения (ПЧИ) – измеряет энергию в ограниченном фильтром (или приемником) участке спектра;

- пирометр спектрального отношения (ПСО) – измеряет отношение энергии фиксированных участков спектра [4]^{6,7}.

В таблице приведены характеристики пирометров [5]^{8,9}.

¹ Noncontact temperature measurement theory and application. *OMEGA Engineering*. URL: <https://www.omega.co.uk/temperature/z/noncontacttm.html> (Дата обращения: 01.03.2023).

² HEITRONICS infrared pyrometers and thermometers. *Wintronics*. URL: <https://www.wintron.com/Infrared/Guide-to-Infrared-Thermometers> (Дата обращения 01.03.2023).

³ Non contact temperature measurement. *Tempsens*. URL: <https://tempsens.com/blog/non-contact-temperature-measurement> (Дата обращения 01.03.2023).

⁴ Пирометр. *Интернет – энциклопедия «Wikipedia»*. URL: <https://en.wikipedia.org/wiki/Pyrometer> (Дата обращения 01.03.2023).

⁵ Пирометр. *Журналы и книги «ScienceDirect»*. URL: <https://www.sciencedirect.com/topics/earth-and-planetary-sciences/pyrometer> (Дата обращения 01.03.2023).

⁶ What is pyrometer: Working principle and its types. *ElProCus, an educational website on electronic projects for ECE and EEE students*. URL: <https://www.elprocus.com/what-is-pyrometer-working-principle-and-its-types/> (Дата обращения 01.03.2023).

⁷ What is radiation pyrometer? *Electrical Deck, platform for learning all about electrical and electronics engineering*. URL: <https://www.electricaldeck.com/2021/07/what-is-radiation-pyrometer-infrared-and-total-radiation-pyrometer.html> (Дата обращения 01.03.2023).

⁸ Пирометры. *Общие технические требования*. URL: <https://files.stroyinf.ru/Data/61/6104.pdf> (Дата обращения 01.03.2023).

⁹ Пирометры – Характеристики. *Энциклопедия по машиностроению XXL*. URL: <https://mash-xxl.info/info/56776/> (Дата обращения 01.03.2023).

Пирометры градуируются по абсолютно черному телу (АЧТ). При применении их в реальных условиях различаются значения действительной температуры объекта измерения и условной температуры, получаемой пирометром [6; 7]. Для перехода от одних значений температуры к другим вводятся поправки в показания пирометров [8]. Пирометры суммарного излучения измеряют радиационную температуру реального тела T_p – температуру АЧТ, при которой оно излучает во всем интервале длин волн столько же энергии, сколько и реальное тело при действительной температуре T_d . Пирометры частичного излучения измеряют яркостную температуру реального тела T_y – температуру АЧТ, которое на определенной длине волны (или в узком интервале спектра) излучает столько же энергии, сколько и реальное тело при T_d . Пирометры спектрального отношения измеряют цветовую температуру реального тела $T_{\text{ц}}$ – температуру АЧТ, при которой отношение плотностей потоков спектрального излучения АЧТ при длинах волн λ_1 и λ_2 такое же, как и у реального тела при T_d . Связь между T_p и T_d находят из закона Стефана–Больцмана, а связь между T_y и T_d , T_y и $T_{\text{ц}}$ находят из закона Планка [9; 10].

Методическая погрешность измерения температуры пирометром зависит от степени черноты объекта ϵ . Величина этого параметра определяется химическим составом источника излучения, температурой и состоянием его поверхности. На значение степени черноты металлической поверхности воздействует уровень ее окисленности: у окисленной поверхности эта величина больше, чем у не окисленной. Необходимо, кроме того, отметить, что у шероховатых поверхностей наблюдается большее значение величины ϵ по сравнению с гладкими. Данный параметр экспериментально находится с определенной степенью точности [11]^{10, 11, 12}.

Погрешность пирометров, вызванная ошибкой определения (задания) степени черноты, определяется по следующим формулам [12 – 14]:

$$\Delta T_{p_{\Delta\epsilon}} = -\frac{1}{4} T_d \frac{\Delta\epsilon}{\epsilon}; \quad (1)$$

$$\Delta T_{y_{\Delta\epsilon}} = \frac{\Delta\epsilon_{\lambda}}{\epsilon_{\lambda}} \frac{\lambda T_d^2}{c_2}; \quad (2)$$

¹⁰ Blackbody Radiation. URL: <http://www.physics.rutgers.edu/~gersh/351/Lecture%2026.pdf> (Дата обращения 01.03.2023).

¹¹ Calibration of Pyrometers using Black Body. *Inst Tools*. URL: <https://instrumentationtools.com/calibration-of-pyrometers-using-black-body/> (Дата обращения 07.11.2022).

¹² Blackbody Radiation. URL: <https://ps.uci.edu/~cyu/p224/LectureNotes/lecture4/lecture4.pdf> (Дата обращения 01.03.2023).

Характеристики пирометров

Characteristics of pyrometers

Наименование	Наименование показателя, размерность	Значение показателя
ПСИ	Диапазон измерения температуры, °C	–50 ... +2500
	Предел допускаемой основной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 400 °C, °C	±4,0; ±6,0; ±8,0
	свыше 400 °C, %	±0,5; ±1,0; ±1,5; ±2,0
	Предел допускаемой инструментальной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 400 °C, °C	±2,0; ±3,0; ±4,0
	свыше 400 °C, %	±0,25; ±0,50; ±0,60; ±1,00
	Масса переносных пирометров, кг, не более	1,5
	Потребляемая мощность переносных пирометров, Вт, не более	1,5
ПЧИ	Диапазон измерения температуры, °C	–30 ... +4000
	Предел допускаемой основной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 400 °C, °C	±4,0; ±6,0; ±8,0
	свыше 400 °C, %	±0,5; ±1,0; ±1,5; ±2,0
	Предел допускаемой инструментальной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 400 °C, °C	±2,0; ±3,0; ±4,0
	свыше 400 °C, %	±0,25; ±0,50; ±0,60; ±1,00
	Масса переносных пирометров, кг, не более	1,8
	Потребляемая мощность переносных пирометров, Вт, не более	1,5
ПСО	Диапазон измерения температуры, °C	+200 ... +3000
	Предел допускаемой основной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 1000 °C, °C	±16,0; ±20,0
	свыше 1000 °C, до 2000 °C, %	±1,0; ±1,5
	свыше 2000 °C, %	±1,5; ±2,0
	Предел допускаемой инструментальной погрешности пирометра для измерения температуры:	
	до 1000 °C, °C	±8,0; ±10,0
	свыше 1000 °C, до 2000 °C, %	±0,5; ±1,0
	свыше 2000 °C, %	±1,0; ±1,5
	Масса переносных пирометров, кг, не более	2,0
	Потребляемая мощность переносных пирометров, Вт, не более	1,8

$$\Delta T_{\text{Цде}} = \left(\frac{\Delta \varepsilon_{\lambda_1}}{\varepsilon_{\lambda_1}} - \frac{\Delta \varepsilon_{\lambda_2}}{\varepsilon_{\lambda_2}} \right) \frac{T_d^2}{c_2} \frac{\lambda_1 \lambda_2}{\lambda_1 - \lambda_2}. \quad (3)$$

С помощью программы MS Office Excel проанализируем зависимость погрешности измерения ПСИ при действительной температуре 1273 К от ошибки определения степени черноты объекта, выраженной зависимостью (1).

Исследование показывает, что погрешность радиационного пирометра меньше, когда степень черноты объекта больше (рис. 1). Пирометр суммарного излучения обладает наименьшей методической точностью.

Расчет по формуле (2) проведен при эффективной длине волны 0,92 и 1,55 мкм (рис. 2, 3).

Чем выше степень черноты объекта, тем меньше погрешность ПЧИ. При одинаковых радиационных характеристиках объекта ПЧИ, работающие на корот-

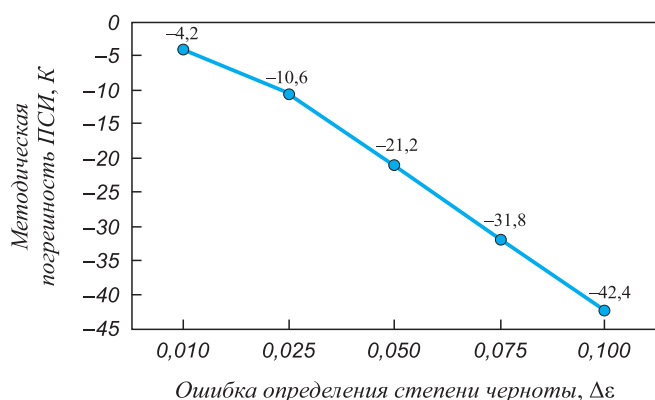


Рис. 1. Зависимость методической погрешности измерения ПСИ от ошибки определения степени черноты объекта

Fig. 1. Dependence of methodological error of PSI measurement on the error of determining blackness degree of the object

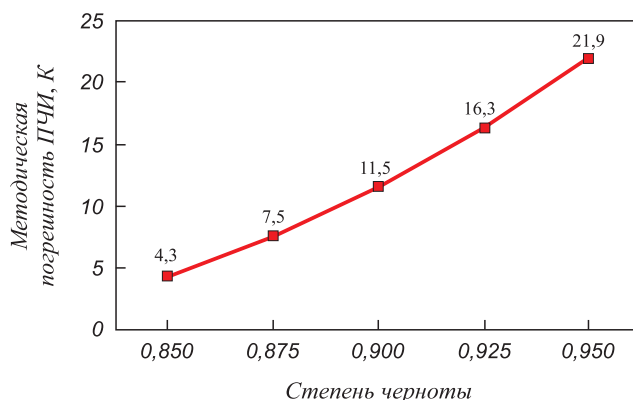


Рис. 2. Методическая погрешность ПЧИ в зависимости от степени черноты при длине волны 0,92 мкм

Fig. 2. Methodological error of PCI as a function of blackness degree at a wavelength of 0.92 μm

кой длине волны, имеют меньшую погрешность, чем работающие на более длинной.

Проанализируем зависимость (3) при действительной температуре 1000 К и спектральной степени черноты 0,36 и 0,39 для волн λ_1 и λ_2 соответственно (рис. 4).

Анализ зависимости демонстрирует, что при большей степени черноты объекта погрешность ПСИ меньше. Даже небольшая ошибка в установлении степени спектральной черноты объекта приводит к значительным погрешностям измерения.

В некоторых случаях существенные методические погрешности пирометров возникают вследствие фонового излучения кладки. Подобные случаи свойственны для камер нагрева протяжных печей, методических и сварочных зон нагревательных печей, когда кладка значительно перегрета по отношению к металлу и в пирометр поступает отраженное излучение, более мощное, чем собственное излучение металла.

Обозначим температуру металла T_m , степень черноты металла ε , а температуру кладки $T_{кл}$ и рассмотрим

выражение для радиационной температуры при наличии фонового излучения

$$\Delta T_p = T_m^4 \sqrt{\varepsilon + (1 - \varepsilon) \frac{T_{кл}^4}{T_m^4}}. \quad (4)$$

Результат расчета по этой формуле изображен на рис. 5: с увеличением температуры кладки возрастает методическая погрешность ПСИ.

Методическая погрешность ПЧИ в зависимости от фонового излучения рассчитывается по формуле [15; 16]

$$\frac{1}{T_{я}} = \frac{1}{T_m} - \frac{\lambda}{c_2} \ln \left\{ \varepsilon_{\lambda} + (1 - \varepsilon_{\lambda}) \exp \left[-\frac{c_2}{\lambda} \left(\frac{1}{T_{кл}} - \frac{1}{T_m} \right) \right] \right\}. \quad (5)$$

Результат расчета при эффективной длине волны 0,92 мкм показан на рис. 6: методическая погрешность также увеличивается с ростом температуры кладки.

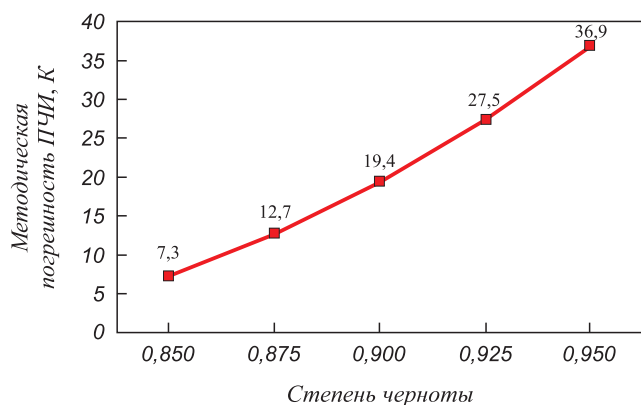


Рис. 3. Методическая погрешность ПЧИ в зависимости от степени черноты при длине волны 1,55 мкм

Fig. 3. Methodological error of PCI as a function of blackness degree at a wavelength of 1.55 μm

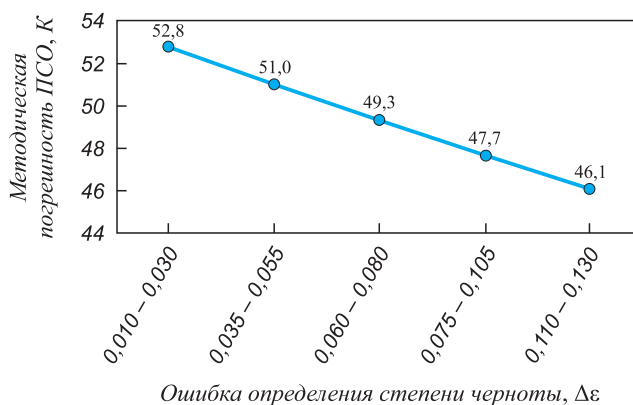


Рис. 4. Зависимость методической погрешности измерения ПСИ от спектральной степени черноты объекта

Fig. 4. Dependence of methodological error of SOA measurement on spectral blackness degree of the object

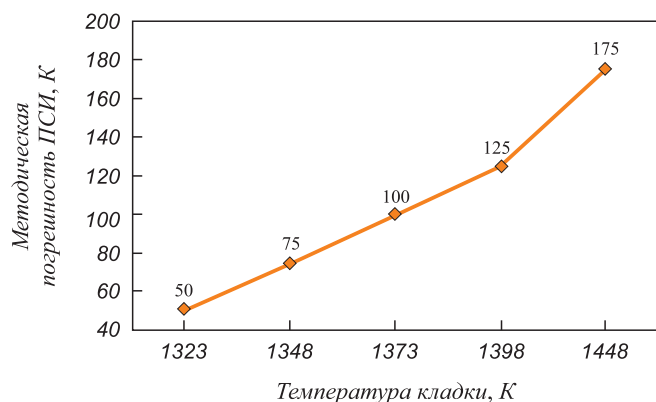


Рис. 5. Зависимость методической погрешности измерения ПСИ от фонового излучения

Fig. 5. Dependence of methodological error of PSI measurement on background radiation

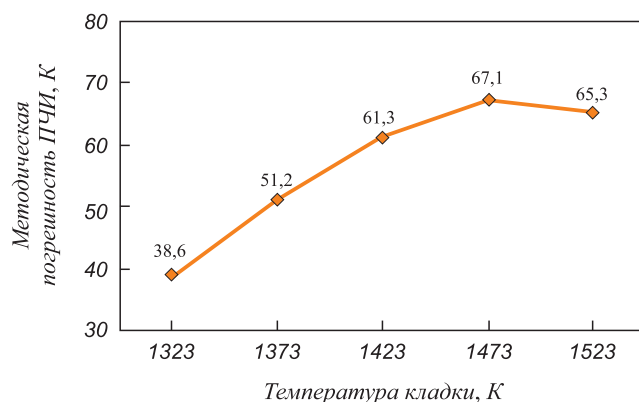


Рис. 6. Методическая погрешность ПЧИ в зависимости от фонового излучения при длине волны 0,92 мкм

Fig. 6. Methodological error of PCI as a function of background radiation at a wavelength of 0.92 μm

Методическая погрешность ПСО в зависимости от фонового излучения находится из формулы

$$\frac{1}{T_{\text{П}}} = \frac{1}{T_{\text{м}}} + \frac{2\lambda_1}{(\lambda_1 - \lambda_2)c_2} \times \ln \left\{ \frac{\varepsilon_{\lambda_1} + (1 - \varepsilon_{\lambda_1}) \exp \left[-\frac{c_2}{\lambda_1} \left(\frac{1}{T_{\text{кл}}} - \frac{1}{T_{\text{м}}} \right) \right]}{\varepsilon_{\lambda_2} + (1 - \varepsilon_{\lambda_2}) \exp \left[-\frac{c_2}{\lambda_2} \left(\frac{1}{T_{\text{кл}}} - \frac{1}{T_{\text{м}}} \right) \right]} \right\}. \quad (6)$$

Графически эта зависимость представлена на рис. 7 для ПСО с эффективными длинами волн 0,65 и 0,45 мкм при $T_{\text{м}} = 1000$ К. Методическая погрешность достигает существенных значений при высокой температуре кладки.

Выполненные расчеты позволяют выбрать надлежащий тип пирометра, спектральный диапазон его измерения (для ПЧИ и ПСО), оценить величину возможных

погрешностей в зависимости от вида применяемого пирометра, а также принять решение о целесообразности использования ряда мер, направленных на уменьшение влияния фонового излучения (экранирование постороннего источника, чернение контролируемого объекта и др.).

Так, уменьшить влияние фонового излучения кладки и промежуточной среды можно путем визирования радиационного пирометра через водоохлаждаемую фурму, расположенную в печи над металлом, и подачи в нее лучепрозрачного газа (воздуха или азота). Однако использование таких фурм требует больших эксплуатационных затрат и оказывает значительное охлаждающее воздействие на тепловое состояние зоны. Поэтому оно не получило широкого распространения.

Знание методической погрешности, которая возникает при бесконтактном измерении температуры, даже если не представляется возможности уменьшить ее, позволяет учесть эту погрешность как систематическую, т. е. адекватно оценить действительную температуру объекта излучения.

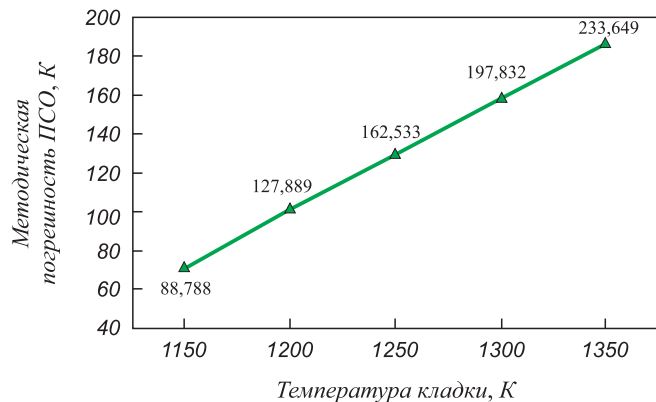


Рис. 7. Зависимость методической погрешности измерения ПСО от фонового излучения

Fig. 7. Dependence of methodological error of SOA measurement on background radiation

Выводы

С помощью законов Планка и Стефана–Больцмана можно проследить связь между действительной температурой объекта и условной температурой пирометров, которая позволяет рассчитать их инструментальную погрешность.

Проведенные расчеты показывают, что разность между действительной температурой объекта и результатами измерения пирометра возрастает с повышением температуры. Для малых значений степени черноты она может достигать нескольких десятков градусов, что оказывает существенное влияние на измерение температуры.

При выборе того или иного пирометра надо ориентироваться на специфические особенности прибора и окружающей среды, которые сделают его использова-

ние оптимальным для каждой конкретной задачи и сведут погрешности измерения к минимуму.

Знание величины методической погрешности, даже если не представляется возможным полностью исключить или уменьшить ее, позволит учесть данную погрешность в виде систематической ошибки и получить оценку действительной температуры объекта.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Sofya Usupova. Цели и задачи автоматизации производственного процесса. Понятие об автоматическом контроле, регулировании и управлении. *Интернет-издание «Pandia.ru»*. URL: <https://pandia.ru/text/80/623/36735-9.php> (Дата обращения 01.03.2023)
Usupova S. Goals and objectives of production process automation. The concept of automatic control, regulation and management. *Pandia.ru, Online edition*. Available at URL: <https://pandia.ru/text/80/623/36735-9> (Accessed 01.03.2023). (In Russ.).
2. Дивин А.Г., Пономарев С.В. *Управление качеством*. Тамбов: ТГТУ; 2013:116.
Divin A.G., Ponomarev S.V. *Quality Control*. Tambov: TSTU; 2013:116. (In Russ.).
3. Шейндлин А.Е. *Излучательные свойства твердых материалов*. Москва: Энергия; 1974:471.
Sheindlin A.E. *Radiative Properties of Solid Materials*. Moscow: Energiya; 1974:471. (In Russ.).
4. Chrzanowski K. *Non-Contact Thermometry. Measurement Errors*. Warsaw: SPIE Polish Chapter; 2001.
5. Гарелина С.А., Латышенко К.П., Фрунзе А.В. Сравнительный анализ энергетических пирометров и пирометров спектрального отношения. *Научная электронная библиотека «Cyberleninka»*. URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/sravnitelnyy-analiz-energeticheskikh-pirometrov-i-pirometrov-spektralnogo-otnosheniya/viewer> (Дата обращения 01.03.2023)
Garelina S.A., Latyshenko K.P., Frunze A.V. Comparative analysis of energy pyrometers and spectral ratio pyrometers. *Cyberleninka, Scientific Electronic Library*. Available at URL: <https://cyberleninka.ru/article/n/sravnitelnyy-analiz-energeticheskikh-pirometrov-i-pirometrov-spektralnogo-otnosheniya/viewer> (Accessed 01.03.2023). (In Russ.).
6. Прохоров А.М. *Физика. Большой энциклопедический словарь*. Москва: Большая Российская энциклопедия; 1998: 538.
Prokhorov A.M. *Physics. Large Encyclopedic Dictionary*. Moscow: Bol'shaya Rossiiskaya entsiklopediya; 1998:538. (In Russ.).
7. Battuello M., Ricolfi T. The effect of temperature gradients in blackbody cavities to be used for comparing radiation pyrometers. *Measurement*. 1987;5(4):189–191.
[https://doi.org/10.1016/0263-2241\(87\)90041-8](https://doi.org/10.1016/0263-2241(87)90041-8)
8. Беленький А.М., Бурсин А.Н., Курносое В.В., Чибизова С.И., Шатохин К.С. *Метрология и теплотехнические измерения*. Москва: ИД МИСиС; 2019:396.
Belen'kii A.M., Bursin A.N., Kurnosov V.V., Chibizova S.I., Shatokhin K.S. *Metrology and Thermal Measurements*. Moscow: ID MISiS, 2019:396. (In Russ.).
9. Соев С.С. Формула Планка. *Справочник от Автор 24*. URL: https://spravochnik.ru/fizika/termodinamika/formula_planka/ (Дата обращения 01.03.2023)
Soev S.S. Planck's formula. *Reference Book Author 24*. Available at URL: https://spravochnik.ru/fizika/termodinamika/formula_planka/ (Accessed 01.03.2023). (In Russ.).
10. Sreeja Loho Choudhury, Paul R.K. A new approach to the generalization of Planck's law of black-body radiation. *Annals of Physics*. 2018;395:317–325.
<https://doi.org/10.1016/j.aop.2018.06.004>
11. Kostkowski H.J., Lee R.D. Theory and methods of optical pyrometry. *National Bureau of Standards Monograph*; 1962.
12. Беленький А.М. *Измерение температуры: теория, практика, эксперимент. Справочное издание в 3-х томах. Т. 2. Измерение температуры в промышленности и энергетике*. Москва: Теплотехник; 2007:736.
Belen'kii A.M. *Temperature Measurement: Theory, Practice, Experiment: Reference Edition in 3 Vols. Vol. 2. Temperature Measurement in Industry and Energy*. Moscow: Teplotekhnika; 2007:736. (In Russ.).
13. Фрунзе А.В. Влияние методических погрешностей пирометра на выбор прибора. *Фотоника*. 2012;(4):46–51.
Frunze A.V. Influence of methodological errors of pyrometer on choice of device. *Fotonika*. 2012;(4):46–51. (In Russ.).
14. Dong Lia, Chi Feng, Shan Gao, Ketui Daniel, Liwei Chen. Effect of pyrometer type and wavelength selection on temperature measurement errors for turbine blades. *Infrared Physics & Technology*. 2018;94:255–262.
<https://doi.org/10.1016/j.infrared.2018.09.004>
15. Бердышев В.Ф., Найденов Р.Э., Шатохин К.С., Герасименко С.А. *Методы теплотехнических исследований*. Москва: МИСИС; 2001:106.
Berdyshev V.F., Naidenov R.E., Shatokhin K.S., Gerasimenko S.A. *Methods of Thermal Engineering Research*. Moscow: MISiS; 2001:106. (In Russ.).
16. Беленький А.М., Бердышев В.Ф., Герасименко С.А., Найденов Р.Э., Семянников С.В., Шатохин К.С. *Метрология, стандартизация и технические измерения. Лабораторный практикум*. Москва: МИСиС; 2001:89.
Belen'kii A.M., Berdyshev V.F., Gerasimenko S.A., Naidenov R.E., Semyannikov S.V., Shatokhin K.S. *Metrology, Standardization and Technical Measurements: Laboratory Course*. Moscow: MISiS; 2001:89. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Александра Алексеевна Ким, аспирант кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: kim.aleksa26@mail.ru

Aleksandra A. Kim, Postgraduate of the Chair “Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies”, National University of Science and Technology “MISIS”

E-mail: kim.aleksa26@mail.ru

Маргарита Игоревна Подглазова, магистр кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: m.podglazova@mail.ru

Константин Станиславович Шатохин, к.т.н., доцент кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: shatohin_ks@mail.ru

Margarita I. Podglazova, Master Student of the Chair “Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies”, National University of Science and Technology “MISIS”

E-mail: m.podglazova@mail.ru

Konstantin S. Shatokhin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair “Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies”, National University of Science and Technology “MISIS”

E-mail: shatohin_ks@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. А. Ким – сбор и обработка материала, получение данных, написание текста, редактирование.

М. И. Подглазова – статистическая обработка, интерпретация данных.

К. С. Шатохин – концепция и дизайн исследования, редактирование и утверждение.

A. A. Kim – collecting and processing data, obtaining data, writing and editing the text.

M. I. Podglazova – statistical processing, data interpretation.

K. S. Shatokhin – research concept and design, approval and editing the text.

Поступила в редакцию 27.12.2022

После доработки 19.01.2023

Принята к публикации 28.02.2023

Received 27.12.2022

Revised 19.01.2023

Accepted 28.02.2023



УДК 004.94

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-236-243



Оригинальная статья

Original article

ФОРМИРОВАНИЕ ДАННЫХ ДЛЯ ЦИФРОВЫХ ТРЕНАЖЕРОВ ОПЕРАТОРОВ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

М. В. Ляховец[✉], Г. В. Макаров, А. С. Саламатин

Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

✉ mvlyakhovets@gmail.com

Аннотация. В статье рассматриваются вопросы формирования модельных реализаций временных рядов данных (на основе натуральных данных) контролируемых и неконтролируемых воздействий в тренажерно-обучающих системах и системах цифрового моделирования. Такие тренажеры получают все более широкое распространение в связи с развитием информационных и компьютерных технологий, автоматизированных систем научных исследований, обучающих систем, технологий цифрового моделирования (АПМ-моделирования), а также цифровых двойников и систем усовершенствованного управления. Сформированные реализации воздействий могут характеризовать ситуации нормального протекания процесса, аварийных и предаварийных состояний, или специфичные типопредставительные ситуации для обучения операторов и технологического персонала, тестирования программного обеспечения, исследования и настройки алгоритмов и поиска оптимальных управляющих воздействий. На примерах из металлургической отрасли показана возможность формирования нескольких взаимосвязанных воздействий на основе моделей нелинейной динамики и многовариантных динамических баз данных. В качестве модели формирования воздействий рассматривается система Лоренца, описывающая тепловую конвекцию текучей среды. Параметры модели для низкочастотной и высокочастотной составляющих определяются отдельно, путем обработки натуральных данных. Далее формируется учебная выборка с помощью операций нормализации и релейно-экспоненциального сглаживания. Реализации воздействий формируются с учетом взаимной корреляции данных на основе моделей хаотической динамики и подстраиваются до заданных свойств на ограниченной выборке заданного объема с требуемой точностью при помощи генератора в виде замкнутой динамической системы. Генератор в виде замкнутой динамической системы строится на основе многомерной формирующей авторегрессионной модели с подстраиваемыми коэффициентами. Показан пример формирования рядов данных технологических параметров доменной печи (степень износа кладки печи, показания датчиков температуры и плотность теплового потока).

Ключевые слова: моделирование процессов, натурно-модельный подход, цифровые двойники, модели динамического хаоса

Для цитирования: Ляховец М.В., Макаров Г.В., Саламатин А.С. Формирование данных для цифровых тренажеров операторов металлургических процессов. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(2):236–243. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-236-243>

DATA GENERATION FOR DIGITAL SIMULATORS OF METALLURGICAL PROCESS OPERATORS

M. V. Lyakhovets[✉], G. V. Makarov, A. S. Salamatin

Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

✉ mvlyakhovets@gmail.com

Abstract. The article deals with the formation of model implementations of time series of data (based on *in-situ* data) of controlled and uncontrolled impacts in simulator-training and digital modeling systems. Such simulators are becoming increasingly widespread due to the development of information and computer technologies, automated research systems, training systems, digital modeling technologies (APM modeling), as well as digital counterparts and advanced control systems. The formed implementations of impacts can characterize situations of normal process flow, emergency and pre-emergency states, or specific representative situations for training operators and technological personnel, software testing, research and tuning of algorithms and search for optimal control actions. Using examples from the metallurgical industry, the possibility of forming several interrelated impacts based on models of nonlinear dynamics and multivariate dynamic databases is shown. The Lorentz system describing the thermal convection of a fluid medium is considered as a model of the impacts formation. The model parameters for the low- and high-frequency components are determined separately, by processing *in-situ* data. Next, a training sample is formed using normalization and relay-exponential smoothing operations. The implementations of the actions are formed taking into account the mutual correlation of data based on models of chemical dynamics and are adjusted to the specified properties on a limited sample of a given volume with the required accuracy using a generator in the form of a closed dynamic system. The generator in form of a closed dynamic system is built on the basis of a multidimensional generating autoregressive model with

adjustable coefficients. An example of the formation of data series on technological parameters of a blast furnace (the degree of wear of the furnace lining, temperature sensor readings and heat flux density) is shown.

Keywords: process modeling, full-scale approach, digital twins, models of dynamic chaos

For citation: Lyakhovets M.V., Makarov G.V., Salamatina A.S. Data generation for digital simulators of metallurgical process operators. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):236–243. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-236-243>

ВВЕДЕНИЕ

Последние десятилетия с развитием информационных и компьютерных технологий отмечены широким распространением как автоматизированных систем научных исследований, так и автоматизированных обучающих систем компьютерного тренинга [1–3]. Успешное использование такого рода систем обусловлено эффективными решениями задач хранения и использования информации, характеризующей функционирование промышленных (натурных) объектов в различных режимах. На текущий момент информационные технологии позволяют решить задачи посредством использования автоматизированных информационных систем, которые включают специализированные базы данных, реализующие хранение информации в виде реляционных моделей данных, и созданы с использованием клиент-серверной архитектуры, позволяющей разнести в пространстве поставщиков и потребителей информации на большие расстояния (вплоть до межконтинентальных). Используя удаленные базы данных, можно аккумулировать натурные значения, описывающие функционирование разнообразных подобных натурных объектов, собираемые как традиционными средствами, так и средствами Индустрии 4.0 [4].

Безусловно, при решении исследовательских и образовательных задач невозможно проводить интенсивное обучение и тренинг (не только при отработке навыков действия операторов в аварийных и нештатных ситуациях), а также проводить экспериментальную апробацию научных гипотез непосредственно на рабочих местах. Таким образом, необходимо использовать модельные представления реальных установок, которые должны быть территориально независимы от натурных объектов. Для моделирования физических процессов, прочностного расчета и проектирования конструкций, деталей машин и механизмов хорошо себя зарекомендовал подход АРМ-моделирования (Analysis Process Model) [5]. Решение указанных задач в системах управления требует подхода с акцентом не только на физику процесса, но и на требуемые характеристики этих процессов с точки зрения управления. При этом необходимо наличие многих однотипных вариантов реализации натурных данных, которые не всегда имеет смысл хранить, или необходимо практически бесконечное число вариантов статистически подобных реализаций. Таким образом, встает вопрос о формировании модельных реализаций на базе натурных рядов данных, причем на многовариантной основе [6].

В настоящей работе рассмотрен вариант решения задачи создания инструмента для получения псевдослучайных последовательностей с заданными характеристиками на основе многовариантных имитаторов. В работе [7] рассматривается подход к решению такой задачи при помощи многовариантных динамических баз данных, позволяющих производить варианты реализаций модельных данных, близких по статистическим и динамическим характеристикам к данным, отражающим функционирование натурных объектов управления, на основе типопредставительных реализаций натурных данных. В настоящей работе, в отличие от работы [7], рассматривается способ формирования генератора случайных последовательностей, в котором многовариантные динамические базы данных заменены на классическую модель нелинейной динамики и многовариантный фильтр релейно-экспоненциального сглаживания. Применение такого подхода позволит увеличить разнообразие вариантообразующих процедур с вариантно-воздействиями, условиям и преобразованиями.

МОДЕЛИ ХАОТИЧЕСКОЙ ДИНАМИКИ

Для формирования случайных реализаций временных рядов предлагается использовать модели хаотической динамики с раздельной имитацией колебательной (низкочастотной) и нестационарной (высокочастотной) компонент ряда. Прототипами послужили методы, представленные в работах [8; 9]. Рассмотрим способ многовариантного формирования модельных реализаций на базе натурных рядов данных с помощью модели тепловой конвекции в атмосфере, предложенной Лоренцем. Способ применения многовариантного имитатора покажем на примере имитации теплового состояния фурменной зоны доменной печи.

Система (аттрактор) Лоренца, используемая для описания тепловой конвекции в атмосфере, может быть представлена в следующем виде [10; 11]:

$$\begin{cases} \dot{X} = \sigma(Y - X); \\ \dot{Y} = \rho X - Y - XZ; \\ \dot{Z} = -\beta Z + XY. \end{cases} \quad (1)$$

где σ , ρ , β – коэффициенты аттрактора Лоренца; X , Y , Z – формируемые ряды.

С помощью системы уравнений (1) можно рассчитать, как будет вести себя текучая среда, которую равномерно разогревают снизу и охлаждают сверху (воздуш-

ные потоки в атмосфере). В частности, она позволяет понять, к какому результату приведет даже небольшое изменение исходных параметров.

Модельные реализации технологического режима формируются с помощью предлагаемого в настоящей работе метода в три этапа:

- имитация низкочастотной составляющей;
- имитация высокочастотной составляющей;
- многоитерационная корректировка реализаций для достижения заданной точности воспроизведения их свойств.

ФОРМИРОВАНИЕ НИЗКОЧАСТОТНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ

Низкочастотная составляющая представляет собой тренд, формирующийся с помощью последовательной настройки коэффициентов σ , p , β аттрактора Лоренца по отклонениям модельных данных от натурных на предыдущем шаге имитации. Имитация осуществляется по следующему алгоритму.

1 этап. Выбор исходных реализаций натурных данных.

На этом этапе выбираются три ряда натурных данных по условию высокой степени взаимной корреляции (желательно, чтобы выбранные ряды несли типопредставительный характер изменения технологических параметров – степень износа кладки печи ($X^N(l)$); показания датчиков температуры ($Y^N(l)$); плотность теплового потока ($Z^N(l)$)).

2 этап. Нормализация.

Выбранные на предыдущем этапе ряды данных подлежат нормализации, например, по формулам из работы [12].

3 этап. Сглаживание рядов данных.

Проводится обработка выбранных нормализованных рядов данных $X(l)$, $Y(l)$, $Z(l)$ с помощью релейно-экспоненциального сглаживателя первого порядка [13]:

$$\tilde{X}(l) = \tilde{X}(l-1) + \alpha \begin{cases} X(l) - \tilde{X}(l-1), & \text{при } |X(l) - \tilde{X}(l-1)| \leq \beta; \\ \text{sign}[X(l) - \tilde{X}(l-1)], & \text{при } |X(l) - \tilde{X}(l-1)| > \beta. \end{cases}$$

где $\tilde{X}(l)$ – сглаженное значение; l – дискретное время; sign – коэффициент β с нужным знаком.

Настроечный параметр ($\beta > 0$) определяется следующим образом:

$$\beta = |\Delta^s| + (2 \div 3) \sigma_N,$$

где $|\Delta^s|$ – модуль вероятного приращения полезного сигнала на соседних отсчетах; σ_N – среднеквадратическое отклонение обычной (без учета грубых выбросов) помехи с нормальным распределением и нулевым средним.

Настроечный коэффициент α выбирается из диапазона $[0; 1]$ для достижения чувствительности и сглажи-

вания в соответствии с динамикой исследуемого процесса.

4 этап. Формирование учебной выборки.

Из полученных рядов формируется учебная выборка для расчета коэффициентов системы Лоренца (σ , p , β) на каждый отсчет. Принимая во внимание, что производную можно определить через разность между соседними отсчетами (при интервале дискретизации, равным 1), получим

$$\begin{aligned} \dot{X} &= \tilde{X}(l) - \tilde{X}(l-1); \\ \dot{Y} &= \tilde{Y}(l) - \tilde{Y}(l-1); \\ \dot{Z} &= \tilde{Z}(l) - \tilde{Z}(l-1). \end{aligned} \quad (2)$$

Подставляем в систему Лоренца (1) полученные выражения (2):

$$\begin{aligned} \tilde{X}^n(l) - \tilde{X}^n(l-1) &= \sigma(l-1) [\tilde{Y}^n(l-1) - \tilde{X}^n(l-1)]; \\ \tilde{Y}^n(l) - \tilde{Y}^n(l-1) &= p(l-1) \tilde{X}^n(l-1) - \\ &\quad - \tilde{Y}^n(l-1) - \tilde{X}^n(l-1) \tilde{Z}^n(l-1); \\ \tilde{Z}(l) - \tilde{Z}(l-1) &= -\beta(l-1) \tilde{Z}^n(l-1) + \\ &\quad + \tilde{X}^n(l-1) \tilde{Y}^n(l-1). \end{aligned} \quad (3)$$

Из уравнений (3) выражаем коэффициенты σ , p , β :

$$\begin{aligned} \sigma(l-1) &= \frac{\tilde{X}^n(l) - \tilde{X}^n(l-1)}{\tilde{Y}^n(l-1) - \tilde{X}^n(l-1)}; \\ p(l-1) &= \frac{\tilde{Y}^n(l-1) + \tilde{X}^n(l-1) \tilde{Z}^n(l-1)}{\tilde{X}^n(l-1)}; \\ \beta(l-1) &= \frac{\tilde{X}^n(l-1) \tilde{Y}^n(l-1) - \tilde{Z}(l) + \tilde{Z}(l-1)}{\tilde{Z}(l-1)}. \end{aligned} \quad (4)$$

5 этап. Формирование модельных воздействий.

Для формирования модельных воздействий достаточно задать начальные значения $X^M(0)$, $Y^M(0)$, $Z^M(0)$ и подставить вместе с коэффициентами $\sigma(l)$, $p(l)$, $\beta(l)$ в формулы

$$\begin{aligned} X^M(l) &= X^M(l-1) + \\ &\quad + \sigma(l-1) [Y^M(l-1) - X^M(l-1)]; \\ Y^M(l) &= p(l-1) X^M(l-1) - X^M(l-1) Z^M(l-1); \\ Z^M(l) &= Z^M(l-1) - \beta(l-1) Z^M(l-1) + \\ &\quad + Z^M(l-1) Y^M(l-1). \end{aligned} \quad (5)$$

6 этап. Приведение данных к исходному диапазону изменения.

Проводится операция, обратная операции нормализации, выполненной на этапе 2:

$$V_i^M(l) = V_{\text{норм},i}^M(l) (V_{\text{max},i}^H - V_{\text{min},i}^H) + V_{\text{min},i}^H;$$

здесь $V_{\text{норм},i}^M(l)$ – модельные воздействия, рассчитанные по формуле (5).

Варьируя настроечными коэффициентами релейно-экспоненциального сглаживания и начальными условиями имитации, получим варианты оценки модельных воздействий.

ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОЧАСТОТНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ

Высокочастотная составляющая определяется как разность между фактическим и сглаженным значениями в l -ый момент времени ($l = 1, 2, \dots, N$, где N – количество данных). Для нахождения высокочастотной составляющей используется система Лоренца. Алгоритм имитации следующий.

1 этап. Определение отклонений фактических от сглаженных нормализованных значений.

На этом этапе вычисляется разность между фактическим нормализованным и сглаженным нормализованными значениями в l -ый момент времени:

$$\begin{aligned}\Delta X^H(l) &= X^H(l) - \tilde{X}(l); \\ \Delta Y^H(l) &= Y^H(l) - \tilde{Y}(l); \\ \Delta Z^H(l) &= Z^H(l) - \tilde{Z}(l).\end{aligned}\quad (6)$$

2 этап. Формирование учебной выборки.

Из полученных рядов формируется учебная выборка для расчета коэффициентов системы Лоренца ($\Delta\sigma$, $\Delta\rho$, $\Delta\beta$) на каждый отсчет. Принимая во внимание, что производную можно определить через разность между соседними отсчетами (при интервале дискретизации 1), выражаем коэффициенты $\Delta\sigma$, $\Delta\rho$, $\Delta\beta$ в приращениях сигнала:

$$\begin{aligned}\sigma(l-1) &= \frac{\Delta X^H(l) - \Delta X^H(l-1)}{\Delta Y^H(l-1) - \Delta X^H(l-1)}; \\ \rho(l-1) &= \frac{\tilde{Y}^H(l-1) + \tilde{X}^H(l-1)\tilde{Z}^H(l-1)}{\tilde{X}^H(l-1)}; \\ \beta(l-1) &= \frac{\tilde{X}^H(l-1)\tilde{Y}^H(l-1) - \tilde{Z}^H(l) + \tilde{Z}^H(l-1)}{\tilde{Z}^H(l-1)}.\end{aligned}\quad (7)$$

3 этап. Формирование модельной высокочастотной составляющей.

Для формирования модельной высокочастотной составляющей достаточно задать начальные значения $\Delta X^M(0)$, $\Delta Y^M(0)$, $\Delta Z^M(0)$ и подставить вместе с коэффициентами ($\Delta\sigma$, $\Delta\rho$, $\Delta\beta$) в формулы:

$$\begin{aligned}\Delta X^M(l) &= \Delta X^M(l-1) + \\ &+ \Delta\sigma(l-1)[\Delta Y^M(l-1) - \Delta X^M(l-1)]; \\ \Delta Y^M(l) &= \Delta\rho(l-1)\Delta X^M(l-1) - \\ &- \Delta X^M(l-1)\Delta Z^M(l-1); \\ Z^M(l) &= \Delta Z^M(l-1) - \Delta\beta(l-1)\Delta Z^M(l-1) + \\ &+ \Delta Z^M(l-1)\Delta Y^M(l-1).\end{aligned}\quad (8)$$

4 этап. Формирование модельных воздействий:

$$\begin{aligned}X^M(l) &= X^H(l) + \Delta X^M(l); \\ Y^M(l) &= Y^H(l) + \Delta Y^M(l); \\ Z^M(l) &= Z^H(l) + \Delta Z^M(l),\end{aligned}\quad (9)$$

где $X^H(l)$, $Y^H(l)$, $Z^H(l)$ – низкочастотная составляющая модельного воздействия.

5 этап. Приведение данных к исходному диапазону изменения.

Проводится операция, обратная операции нормализации:

$$V_i^M(l) = V_{\text{норм},i}^M(l)(V_{\text{max},i}^H - V_{\text{min},i}^H) + V_{\text{min},i}^H;$$

здесь $V_{\text{норм},i}^M(l)$ – модельные воздействия, рассчитанные по формуле (9).

ПОДСТРОЙКА КОРРЕЛЯЦИОННОЙ ФУНКЦИИ

При использовании изложенной выше последовательности действий формируются ряды с достаточно высокой степенью корреляции, однако конкретные значения корреляционной функции (КФ) могут отличаться от исходных натуральных данных. Поэтому достичь воспроизводимости характеристик при численном моделировании возможно только при значительных объемах моделируемой выборки (сотни тысяч моделируемых точек). Хотя современные вычислительные системы позволяют это сделать [14; 15], производственные задачи требуют обеспечить заданные свойства воздействий на коротких участках данных (тысячах или даже всего сотнях отсчетов). Для решения такой задачи при формировании одной переменной [7] был разработан алгоритм формирования сигналов с заданными свойствами, одним из которых является автокорреляционная функция. Вариант такого алгоритма для нескольких связанных переменных с заданной корреляционной функцией представлен на рис. 1.

Представленный генератор позволяет формировать ряды данных Y^M , Z^M с заданной корреляционной функцией с рядом X^M , полученным описанным выше методом или в виде значений физического (или натурального) сигнала из АСУ ТП, характеризующегося динамическими свойствами Ω_{YX} (Ω_{ZX}), оцениваемыми в блоке рекуррентной оценки КФ, которые учитываются в блоке прямой цепи. Блок обратной связи позволяет оперативно корректировать параметры формирующей модели (ФМ) δA_{YX} (δA_{ZX}) по отклонению свойств итогового сигнала Ω_{YX} (Ω_{ZX}) от заданных Ω_{YX}^* (Ω_{ZX}^*).

На рис. 2 представлен фрагмент коррелированных сигналов $X(l)$ и $Y(l)$, а на рис. 3 – графики корреляционных функций. Корреляция сигналов, сформированных с помощью модели первого порядка, на ограниченном интервале не дает достичь заданной точности.

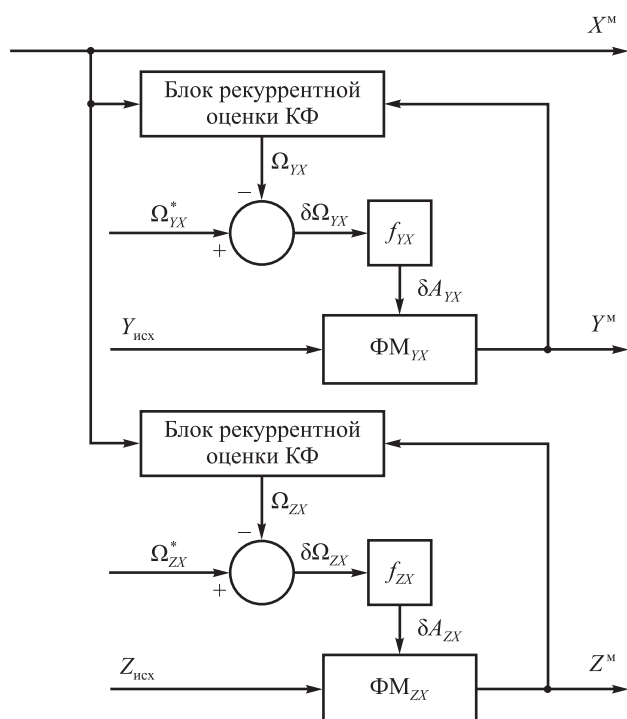


Рис. 1. Схема генератора в виде замкнутой динамической системы

Fig. 1. Generator circuit in the form of a closed dynamic system

На рис. 3 видно, что исходная корреляционная функция сигналов $X(i)$ и $Y(i)$ имеет отклонение значений от заданных более 5 % при моделируемой выборке 25 000 отсчетов (чем меньше интервал, тем больше отклонения).

Представлены корреляционные функции исходных сигналов, заданная корреляционная функция и полученная после генератора корреляционная функция для формируемых сигналов. После процедуры подстройки в генераторе отклонения заданной и фактической корреляционной функции составили менее 1 %.

Для достижения заданной точности воспроизведения свойств применяется многоитерационная процедура подстройки с помощью генератора (рис. 1). Формирующая модель (ФМ) для сигнала $Y^м$ представлена в следующем виде:

$$Y^м(i) = \sum_{j=1}^n (\alpha_{XY}(j)) X^м(i-j) + \Delta Y_{исх}(i), \quad (10)$$

где n – порядок формирующей модели.

Корректировка коэффициентов $\tilde{\alpha}_{XY}(j)$ проводится по следующей формуле:

$$\tilde{\alpha}_{XY}(j) = \Delta A_{XY} + \alpha_{XY}(j), \quad (11)$$

где $\alpha_{XY}(j)$ – текущий коэффициент авторегрессии; $\tilde{\alpha}_{XY}(j)$ – скорректированный коэффициент авторегрессии; ΔA_{XY} – отклонение от заданного значения КФ на выходе после оператора обратной связи f_{XY} .

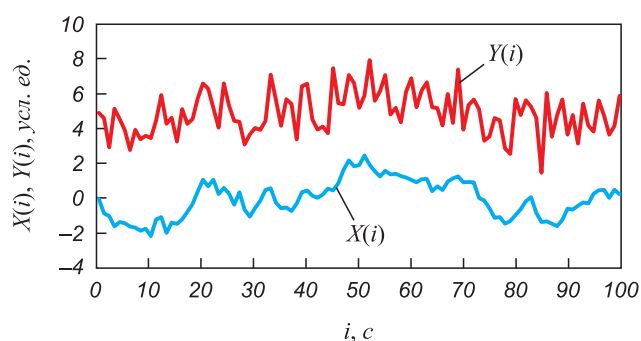


Рис. 2. Фрагмент коррелированных сигналов

Fig. 2. Fragment of correlated signals

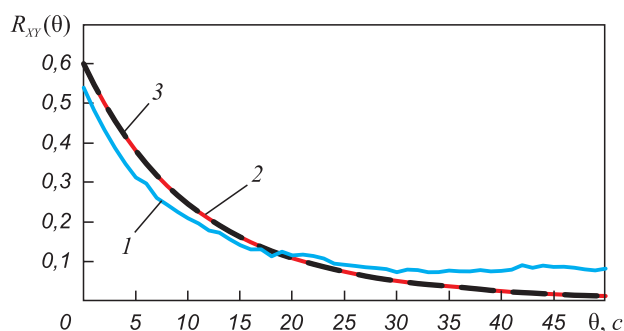


Рис. 3. Корреляционные функции сигналов:

1 – исходная КФ; 2 – заданная КФ;
3 – полученная после генератора КФ

Fig. 3. Graphs of signals correlation functions:
1 – original CF; 2 – specified CF; 3 – obtained after the CF generator

При невозможности достичь заданной точности воспроизведения при текущем порядке формирующей модели (10) проводится повышение порядка $n+1$ и процедура (11) повторяется до тех пор, пока не будет достигнута заданная точность.

В соответствии с вышеописанным алгоритмом было реализовано численное моделирование (рис. 4). Анализируя результаты моделирования, можно сделать следующие выводы. Имитация по первому каналу дает хорошие результаты. Во втором варианте есть одиночные выбросы (это объясняется малыми приращениями, которые используются для вычисления параметров модели Лоренца). В целом эта модель достаточно точно (в пределах исследовательской точности) отслеживает динамику сигнала и сохраняет заданные значения свойств.

Сформированные последовательности могут быть использованы как в тренажерно-обучающих системах, так и при проектировании и настройке алгоритмов оценивания и контроля различных производственных ситуаций, когда влияние одной величины на другие подчиняется определенным зависимостям, но построение моделей затруднено. Например, для формирования обучающих и тестовых выборок для алгоритмов и подсистем мониторинга и предотвращения предаварийных и аварийных ситуаций [16]. Другими примерами для

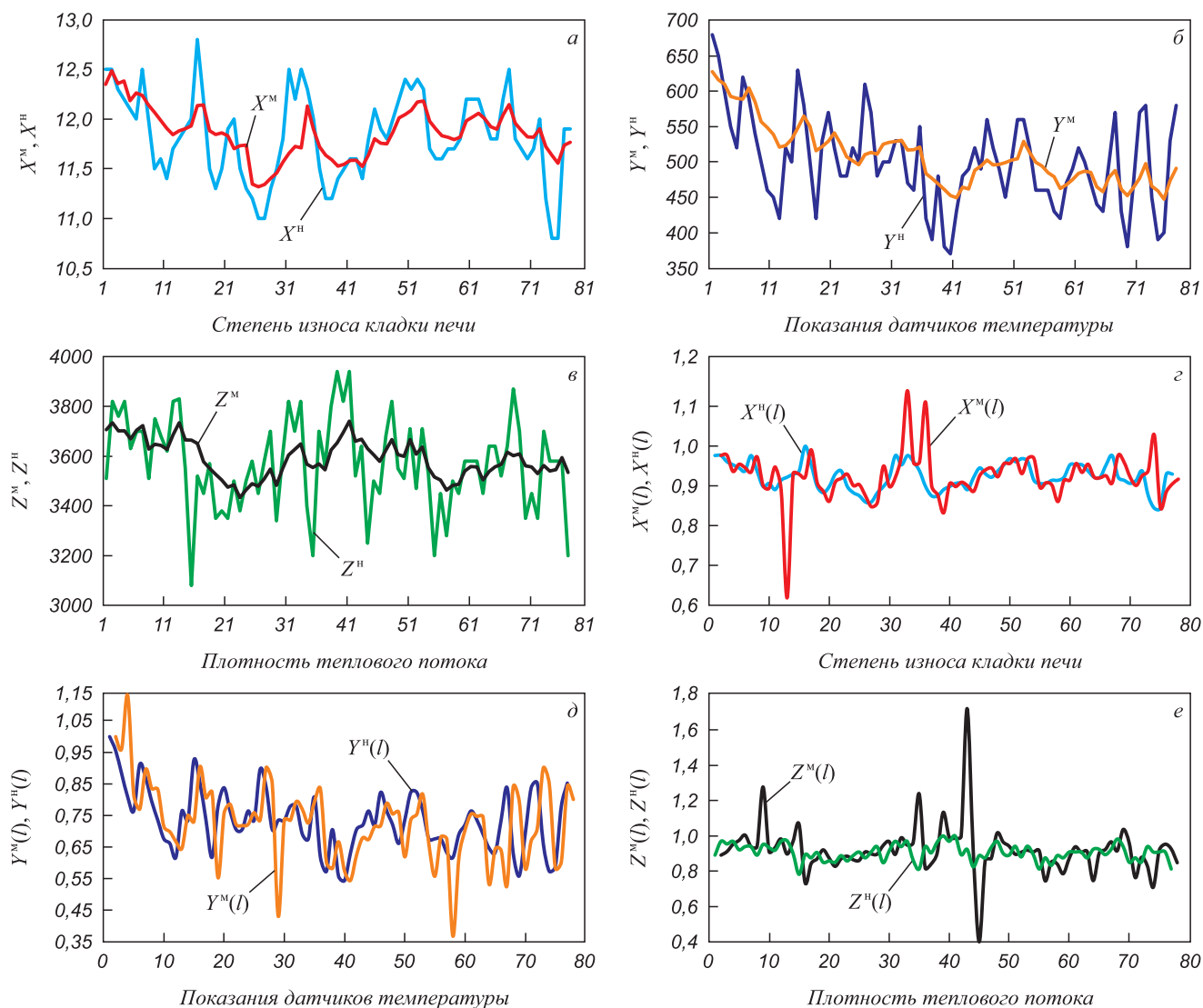


Рис. 4. Результаты имитации по первому (а, б, в) и второму каналам (з, д, е):
а, з – степень износа кладки печи; б, д – показания датчиков температуры; в, е – плотность теплового потока

Fig. 4. Simulation results for the first channel (а, б, в) and the second channel (з, д, е):
а, з – degree of wear of furnace lining; б, д – temperature sensor readings; в, е – heat flux density

применения предложенных решений могут служить многоточечные измерительные системы [17], цифровые двойники, описанные в работе [18] в соответствии с ГОСТ Р 57700.37 – 2021 [19], при построении и исследовании комплексных моделей [20], и другие модели и моделирующие комплексы, применяемые при моделировании сложных систем [21; 22].

Выводы

Отдельным применением предложенной схемы формирования воздействий можно выделить задачи математического моделирования и алгоритмизации функций мониторинга технологических процессов на основе многоточечных измерительных систем, в которых при построении моделей выполнен учет технологических параметров, влияющих на качество реализа-

ции главной функции объекта управления и требующих измерения и контроля, включая концентрацию веществ и взвешенных частиц, между которыми установлены функциональные зависимости, после чего применяется мультиверсионный подход для получения N -го количества измеряемых данных. Рассматриваемый подход можно дополнить с помощью предложенного в настоящей работе алгоритма моделирования, используя натурные данные или модельные реализации для его настройки. Это позволит дать множество альтернативных реализаций вариантов протекания одного процесса с заданными свойствами зависимостей между параметрами для более точной дальнейшей настройки и исследования алгоритмов и систем.

Предложенный двухэтапный алгоритм формирования данных предлагается включать в структуру цифровых двойников, соответствующих ГОСТ Р 57700.37 – 2021,

который устанавливает следующее определение: объединяя различные математические модели и методы имитационного моделирования в единую систему, можно получить новую сущность – цифровой двойник, который позволяет всесторонне описать изделие и системно подойти к разработке, производству и эксплуатации изделий. Для эффективного применения рассмотренного алгоритма в системе цифрового двойника должны быть предусмотрены связи с моделями типопредставительных ситуаций, логических состояний вход/выходных сигналов технологического оборудования и цепей управления им, пересчетными, статистическими, конструкторскими, АРМ-моделями и другими моделями, описывающими процесс с необходимых сторон.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

- Beloglazov I.I., Petrov P.A., Bazhin V.Y. The concept of digital twins for tech operator training simulator design for mining and processing industry. *Eurasian Mining*. 2020;(2): 50–54. <https://doi.org/10.17580/em.2020.02.12>
- Ackers D. Stations AR simulated digital twin. In: *XR Case Studies. Management for Professionals*. Springer, Cham; 2021:83–90. https://doi.org/10.1007/978-3-030-72781-9_11
- Zinchenko S., Mateichuk V, Nosov P., Popovych I., Solovey O., Mamenko P., Grosheva O. Use of simulator equipment for the development and testing of vessel control systems. *Electrical, Control and Communication Engineering*. 2021;16(2):58–64. <https://doi.org/10.2478/ecce-2020-0009>
- Спирин Н.А., Рыболовлев В.Ю., Лавров В.В., Гурин И.А., Шнайдер Д.А., Краснобаев А.В. Научные проблемы создания интеллектуальных систем управления технологическими процессами в пирометаллургии на основе концепции “индустрия 4.0”. *Металлург*. 2020;(6):71–76. Spirin N.A., Rybolovlev V.Yu., Lavrov V.V., Gurin I.A., Schnayder D.A., Krasnobayev A.V. Scientific problems in creating intelligent control systems for technological processes in pyrometallurgy based on industry 4.0 concept. *Metallurgist*. 2020;64(5-6):574–580. <https://doi.org/10.1007/s11015-020-01029-1>
- Kuzlyakina V.V. Integration processes in engineering education. In: *New Trends in Educational Activity in the Field of Mechanism and Machine Theory*. Springer, Cham; 2014: 47–55.
- Авдеев В.П., Кустов Б.А., Мышляев Л.П. *Производственно-исследовательские системы с многовариантной структурой*. Новокузнецк: изд. Кузбасского филиала Инженерной академии; 1992:188. Avdeev V.P., Kustov B.A., Myshlyayev L.P. *Production and Research Systems with Multivariate Structure*. Novokuznetsk: izd. Kuzbasskogo filiala Inzhenernoi akademii; 1992:188. (In Russ.).
- Ляховец М.В., Макаров Г.В., Саламатин А.С. Моделирование возмущений при исследовании управляющих систем. *Вестник Астраханского государственного технического университета. Серия: Управление, вычислительная техника и информатика*. 2020;4:70–79. Lyakhovets M.V., Makarov G.V., Salamatin A.S. Modeling of disturbances in the study of control systems. *Vestnik Astrakhanского gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Upravlenie, vychislitel'naya tekhnika i informatika*. 2020;4:70–79. (In Russ.).
- Nagiev F.B. The Lorentz system and the prediction of yield of petroliferous strata. *Automation and Remote Control*. 1998;9(9):182–186.
- Сонечкина Д.М. и др. Новый способ экстраполяции хаотических временных рядов посредством Вейвлетов с приложением их к динамике климата. *Известия вузов. Прикладная нелинейная динамика*. 1996;4(4-5). Sonechkina D.M., etc. A new way of extrapolating chaotic time series by Wavelets with their application to climate dynamics. *Izvestiya VUZ. Applied Nonlinear Dynamics*. 1996;4(4-5). (In Russ.).
- Pchelintsev A.N. Numerical and physical modeling of the dynamics of the Lorenz system. *Numerical Analysis and Applications*. 2014;7(2):159–167. <https://doi.org/10.1134/S1995423914020098>
- Gorman M., Widmann P.J., Robbins K.A. Nonlinear dynamics of a convection loop: A quantitative comparison of experiment with theory. *Physica D*. 1986;19(2):255–267. [https://doi.org/10.1016/0167-2789\(86\)90022-9](https://doi.org/10.1016/0167-2789(86)90022-9)
- Рыков А.С. *Методы системного анализа: оптимизация*. Москва: НПО Изд-во экономика; 1999:255. Rykov A.S. *Methods of System Analysis: Optimization*. Moscow: NPO Izd-vo ekonomika; 1999:255. (In Russ.).
- Даниелян Т.М., Авдеев В.П., Парпаров Я.Г. Первичная обработка информации с помощью ЭВМ. *Известия вузов. Черная металлургия*. 1981;24(7):14–19. Danielyan T.M., Avdeev V.P., Parparov Ya.G. Primary processing of information with a computer. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 1981;24(7):14–19. (In Russ.).
- Soucek B., Prohorov S. Event – train correlation and real – time microcomputer systems. *Microprocessing and Microprogramming*. 1983;11(1):23–29.
- Tsoukalas I., Kossieris P., Makropoulos C. Simulation of non-Gaussian correlated random variables, stochastic processes and random fields: Introducing the anySim R-package for environmental applications and beyond. *Water*. 2020; 12(6):1645. <https://doi.org/10.3390/w12061645>
- Ляховец М.В., Макаров Г.В., Саламатин А.С., Шипунов М.В. Оценивание предаварийных состояний технологического оборудования и контрольно-измерительных приборов. *Промышленные АСУ и контроллеры*. 2020;(3): 16–24. Lyakhovets M.V., Makarov G.V., Salamatin A.S., Shipunov M.V. Assessment of pre-emergency conditions of technological equipment and control-measuring devices. *Pro-myshlennyye ASU i kontrolyery*. 2020;(3):16–24. (In Russ.).
- Ковалев И.В., Ковалев Д.И., Лосев В.В., Сарамуд М.В., Тынченко Я.А. Математическое моделирование и алгоритмизация функций мониторинга технологических процессов на основе многоточечных измерительных систем. *Современные наукоемкие технологии*. 2021;(6-1): 29–38. Kovalev I.V., Kovalev D.I., Losev V.V., Saramud M.V., Tynchenko Ya.A. Mathematical modeling and algorithmization of monitoring functions of technological processes based on multipoint measuring systems. *Sovremennyye naukoemkie tekhnologii*. 2021;(6-1):29–38. (In Russ.).

18. Скударнова Н.В., Макаров Г.В., Свинцов М.М. Программная реализация модели тяжелосреднего гидrocиклона как компонента цифрового двойника производства. В кн.: *Системы автоматизации в образовании, науке и производстве. AS'2021. Труды XIII Всероссийской научно-практической конференции (с международным участием)*. Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2021:151–155.
Skudarnova N.V., Makarov G.V., Svintsov M.M. Software implementation of heavy-medium hydrocyclone model as a component of production digital twin of. In: *Automation Systems in Education, Science and Production. AS'2021. Proceedings of the XIII All-Russ. Sci. and Pract. Conf. (with Int. Participation)*. Novokuznetsk: ITs SibSIU; 2021:151–155. (In Russ.).
19. ГОСТ Р 57700.37 – 2021. Компьютерные модели и моделирование. Цифровые двойники изделий. Общие положения. Москва: ИПК Изд-во стандартов; 2021:10.
GOST R 57700.37 – 2021. Computer models and modeling. Digital twins of products. General provisions. Moscow: IPK Izd-vo standartov; 2021:10. (In Russ.).
20. Makarov G.V., Tamarkina E.V., Lyakhovets M.V., Salamatin A.S. Functional status technological equipments modeling. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020;865(1):012010.
<https://doi.org/10.1088/1757-899X/865/1/012010>
21. Советов Б.Я., Яковлев С.А. *Моделирование систем*. Москва: Изд-во Юрайт; 2019:343.
Sovetov B.Ya., Yakovlev S.A. *Modeling of Systems*. Moscow: Yurait; 2019:343. (In Russ.).
22. Бусленко Н.П. *Моделирование сложных систем*. Москва: Наука; 1978:400.
Buslenko N.P. *Modeling of Complex Systems*. Moscow: Nauka; 1978:400. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Михаил Васильевич Ляховец, к.т.н., доцент кафедры автоматизации и информационных систем, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: mvlyakhovets@gmail.com

Георгий Валентинович Макаров, старший преподаватель кафедры менеджмента качества и инноваций, Сибирский государственный индустриальный университет
ORCID: 0000-0002-9933-4769
E-mail: gmakarov@nicsu.ru

Александр Сергеевич Саламатин, ассистент кафедры автоматизации и информационных систем, Сибирский государственный индустриальный университет
E-mail: al516r@mail.ru

Mikhail V. Lyakhovets, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. the Chair "Automation and Information Systems", Siberian State Industrial University
E-mail: mvlyakhovets@gmail.com

Georgii V. Makarov, Senior Lecturer of the Chair of Quality Management and Innovation, Siberian State Industrial University
ORCID: 0000-0002-9933-4769
E-mail: gmakarov@nicsu.ru

Aleksandr S. Salamatin, Assistant of the Chair "Automation and Information Systems", Siberian State Industrial University
E-mail: al516r@mail.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

М. В. Ляховец – формирование модели хаотической динамики и многовариантных динамических баз данных.

Г. В. Макаров – формирование генератора в виде замкнутой динамической системы, адаптация для формирования связанных переменных.

А. С. Саламатин – проведение моделирования, представление данных.

M. V. Lyakhovets – formation of a model of chaotic dynamics and multivariate dynamic databases.

G. V. Makarov – formation of a generator in the form of a closed dynamic system, adaptation for the formation of related variables.

A. S. Salamatin – modeling, data presentation.

Поступила в редакцию 22.02.2022
После доработки 10.04.2022
Принята к публикации 16.12.2022

Received 22.02.2022
Revised 10.04.2022
Accepted 16.12.2022



УДК 669.162.263

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-244-252



Оригинальная статья

Original article

ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩАЯ СИСТЕМА ПРОГНОЗИРОВАНИЯ СОСТАВА И СВОЙСТВ КОНЕЧНОГО ШЛАКА В ДОМЕННОЙ ПЕЧИ В РЕЖИМЕ РЕАЛЬНОГО ВРЕМЕНИ

А. В. Павлов¹, Н. А. Спирин², И. А. Гурин², В. В. Лавров²,
В. А. Бегинюк¹, А. С. Истомина²

¹ ПАО «Магнитогорский металлургический комбинат» (Россия, 455000, Челябинская обл., Магнитогорск, ул. Кирова, 70)

² Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина (Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 28)

✉ pavlov.av@mmk.ru

Аннотация. Рассматривается общая характеристика алгоритма прогнозирования состава конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени. В основе алгоритма лежат фундаментальные знания о процессах, протекающих в печи, и общие закономерности переходных процессов. Алгоритм позволяет выполнять прогнозирование на текущий момент времени и за каждый час на десять часов вперед. Используются линеаризованная модель доменного процесса и натурно-математический подход. В модели учитываются динамические характеристики доменных печей по различным каналам воздействия, которые изменяются и зависят от вида воздействия, режимных параметров работы печей и свойств проплавляемого сырья. Это позволяет осуществлять настройку модели на условия функционирования объекта, учитывать при моделировании изменения состава и свойств железорудного сырья и кокса, дутьевых и режимных параметров доменной плавки. Программное обеспечение информационно-моделирующей системы прогнозирования состава и свойств конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени разработано на языке программирования C# на базе фреймворка ASP.NET MVC с использованием кроссплатформенной программной платформы .NET 5. Веб-приложение включает следующие основные функции: визуализация изменения параметров АСУ ТП и расчетных параметров во времени; диагностика шлакового режима; моделирование переходных процессов состава и свойств шлака; прогнозирование состава и свойств шлака в режиме реального времени и история прогнозирования. Описана архитектура программного обеспечения и проиллюстрирована его работа. Проведена оценка точности и надежности результатов моделирования на основе статистических показателей. Среднеквадратичное отклонение прогнозируемой основности шлака CaO/SiO_2 от измеренной на выпусках составляет 0,023, надежность прогнозирования 92 %, что указывает на удовлетворительное согласование прогнозных и фактических значений содержания отдельных компонентов в шлаке. Информационно-моделирующая система, разработанная на базе представленного алгоритма, интегрирована в информационную систему доменного цеха ПАО «Магнитогорский металлургический комбинат».

Ключевые слова: доменная печь, конечный шлак, состав, свойства, шлакообразование, динамическая модель, прогнозирование, моделирование, программное обеспечение

Для цитирования: Павлов А.В., Спирин Н.А., Гурин И.А., Лавров В.В., Бегинюк В.А., Истомина А.С. Информационно-моделирующая система прогнозирования состава и свойств конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):244–252. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-244-252>

INFORMATION-MODELING SYSTEM FOR PREDICTION OF THE COMPOSITION AND PROPERTIES OF FINAL SLAG IN A BLAST FURNACE IN REAL TIME

A. V. Pavlov¹, N. A. Spirin¹, I. A. Gurin², V. V. Lavrov²,
V. A. Beginyuk¹, A. S. Istomin²

¹ PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works (70 Kirova Str., Magnitogorsk, Chelyabinsk Region 455000, Russian Federation)

² Ural Federal University named after the first President of Russia B. N. Yeltsin (28 Mira Str., Yekaterinburg 620002, Russian Federation)

✉ pavlov.av@mmk.ru

Abstract. The article considers general characteristics of the algorithm for prediction of the composition of the final slag in a blast furnace in real time. This algorithm is based on fundamental knowledge on the processes occurring in the furnace and general laws of transient processes. It allows predicting at the current moment of time and for every hour ten hours ahead. A linearized model of the blast furnace process and a natural-mathematical approach are used. The model takes into account the dynamic characteristics of blast furnaces in various impact channels, which change and depend on the type of impact, operating parameters of the furnaces and properties of the melted raw material. This makes it possible to adjust the model to operating conditions of the object, to take into account changes in the composition and properties of iron ore and coke, blast and regime parameters of blast furnace smelting when modeling. The software of the information-modeling system for prediction of the composition and properties of the final slag in a blast furnace in real time was developed in the C# programming language based on the ASP.NET MVC framework using the .NET 5 cross-platform. The web application includes the following main functions: visualization of change APCs parameters and design parameters over time; slag mode diagnostics; modeling of transient processes of composition and properties of slag; prediction of slag composition and properties in real time and prediction history. The software architecture is described and its operation is illustrated. An assessment of the accuracy and reliability of the simulation results based on statistical indicators was carried out. The root-mean-square deviation of the predicted basicity of the CaO/SiO_2 slag from that measured at taps is 0.023, the prediction reliability is 92 %, which indicates a satisfactory agreement between the predicted and actual values of the content of individual components in the slag. The information modeling system developed on the basis of the presented algorithm is integrated into the information system of the blast furnace shop of PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works.

Keywords: blast furnace, final slag, composition, properties, slag-forming processes, dynamic model, prediction, modeling, software

For citation: Pavlov A.V., Spirin N.A., Gurin I.A., Lavrov V.V., Beginyuk V.A., Istomin A.S. Information-modeling system for prediction of the composition and properties of final slag in a blast furnace in real time. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):245–252.

<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-245-252>

ВВЕДЕНИЕ

Шлаковый режим доменной плавки [1; 2] в существенной степени определяет важнейшие технико-экономические показатели доменной печи (удельный расход кокса, производительность) [3 – 5]. Нестационарность доменного процесса, его сложность и пространственная распределенность [6 – 10] существенно осложняют задачу прогнозирования состава и свойств конечного шлака доменной печи в режиме реального времени [11 – 15].

ДИНАМИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ДОМЕННОГО ПРОЦЕССА

Перспективным для исследования переходных процессов в доменной печи является натурно-математический подход [6; 7; 16; 17]. На его основе разработана динамическая модель доменного процесса УрФУ – ММК (Уральский федеральный университет – Магнитогорский металлургический комбинат), исследованы переходные процессы изменения содержания кремния в чугуне при изменении рудной нагрузки, расхода природного газа, температуры и влажности дутья, содержания кислорода в дутье. Разработаны алгоритмическое и программное обеспечения прогнозирования содержания кремния в чугуне в режиме реального времени [18 – 20]. Основой являются фундаментальные знания по теории и практике современного доменного процесса, закономерности процессов тепло- и массообмена, газодинамики, процессов шлакообразования. При этом широко используются математическое, алгоритмическое и программное обеспечения, разработанные ранее в УрФУ для управления доменной плавкой [6; 7; 17].

АЛГОРИТМ ПРОГНОЗИРОВАНИЯ СОСТАВА И СВОЙСТВ КОНЕЧНОГО ШЛАКА

Разработанный на основе этих же принципов программный модуль расчета переходных процессов состава и свойств конечного шлака в доменной печи представлен в работе [21]. Показано, что динамические характеристики доменных печей по различным каналам воздействия изменяются и зависят от вида воздействия, режимных параметров работы печей и свойств проплавляемого сырья.

Прогнозирование состава и свойств конечного шлака осуществляется в следующей последовательности.

1. Определяются средние показатели работы доменной печи за предшествующие 12 ч от текущего момента времени (базовый период). Принимается допущение, что до базового периода доменная печь находилась в стационарном установившемся состоянии. Выбор базового периода такой продолжительности обосновывается средней длительностью переходных процессов в доменной печи.

2. По усредненным данным работы печи в базовом периоде рассчитывается комплекс параметров, характеризующих состав и свойства конечного шлака [6; 7]:

- основность шихты (CaO/SiO_2) ; $(\text{CaO} + \text{MgO})/\text{SiO}_2$; $(\text{CaO} + \text{MgO})/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$, ед.;
- содержание в шлаке CaO ; SiO_2 ; Al_2O_3 ; MgO , %;
- основность шлака (CaO/SiO_2) , $(\text{CaO} + \text{MgO})/\text{SiO}_2$ и $(\text{CaO} + \text{MgO})/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$, ед.;
- вязкость шлака при температурах 1400, 1450, 1500 °С, Па·с;
- градиент вязкости шлака в диапазоне 1400 – 1500 °С, $(\text{Па} \cdot \text{с})/^\circ\text{C}$;
- градиент вязкости шлака в диапазоне 0,7 – 2,5 Па·с, $(\text{Па} \cdot \text{с})/^\circ\text{C}$.

Для расчета используется вся доступная информация о работе печи (конструктивные размеры печи, удельные расходы и свойства отдельных компонентов шихты, их химический состав, характеристики комбинированного дутья, состав жидких продуктов плавки, состав колошникового газа и др.).

3. По информации базового периода рассчитываются коэффициенты передачи (состав и свойства конечного шлака) по алгоритмам, представленным в работах [6; 7], по следующим каналам воздействий (при постоянном составе чугуна):

- расход (доля) и химический состав (%) агломерата различных видов;
- расход (доля) и химический состав (%) окатышей различных видов;
- расход (кг/т чугуна) и свойства кокса, химический состав (%) золы кокса;
- расход (кг/т чугуна) и химический состав (%) каждого из видов флюсующих добавок (известняк, кварцит, конвертерный шлак, доломит и другие).

4. Выполняется расчет времени от начала загрузки до момента прихода шихты к фурмам (время одного оборота шихты) по алгоритмам, представленным в работах [19; 20].

5. Рассчитываются переходные процессы по указанным каналам воздействий. Время запаздывания при изменении свойств и расходов шихтовых материалов было принято равным времени одного оборота шихты. Остальные параметры переходного процесса рассчитываются аналогично влиянию рудной нагрузки на содержание кремния в чугуне. Алгоритм расчета представлен в работах [19 – 21].

6. Определяются средние почасовые значения всех параметров в базовом периоде работы доменной печи.

7. Рассчитываются прогнозные значения состава конечного шлака на выпусках в базовом периоде, по которым нет информации об их измеренных значениях, а также за каждый час на 10 ч вперед от текущего момента времени (прогнозный период).

Учитывая гипотезу линейности рассматриваемого объекта, реакцию системы на любую сумму k входных воздействий можно рассчитать согласно принципу суперпозиции

$$\Delta Y_l(\tau) = \sum_{j=1}^k \sum_{i=1}^n [\Delta x_{ij} h_{jl}(\tau - i\Delta t)], \quad (1)$$

где $\Delta Y_l(\tau)$ – изменение во времени параметра l , характеризующего состав шлака, %; n – количество интервалов прогнозирования, ед.; Δx_{ij} – приращение на i -ом интервале времени среднего часового значения j -го входного воздействия; h_{jl} – переходная функция системы параметра l по j -му каналу воздействия, %/ед.; Δt – период усреднения входных воздействий, ч.

Входные параметры в прогножном периоде принимаются постоянными и равными их значениям в теку-

щий момент времени. Для расчета используется информация о трех последних выпусках (базовые выпуски), для которых известен состав шлака.

Прогнозируемое содержание компоненты l состава шлака равно

$$[Y_l]^{\text{пр}}(\tau) = [Y_l]^6 + \Delta Y_l(\tau), \quad (2)$$

где $[Y_l]^6$ – содержание компоненты l в шлаке на последних выпусках базового периода, %.

8. При прогнозировании состава шлака учитывается поправка на изменение содержания кремния в чугуне. На выпусках в базовом периоде, по которым нет информации о содержании кремния в чугуне, а также в прогножном периоде, принимается прогнозное содержание кремния в чугуне из информационной системы прогнозирования содержания в режиме реального времени [20].

9. При поступлении новой информации о входных и выходных параметрах доменной плавки в последующее время осуществляется сдвиг базового периода и формирование новых базового и прогнозного периодов.

Таким образом, осуществляется настройка модели на условия функционирования объекта с учетом изменения свойств железорудного сырья и кокса, дутьевых и режимных параметров доменной плавки.

ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ И НАДЕЖНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ МОДЕЛИРОВАНИЯ

Для сравнения измеренного и прогнозируемого составов шлака используются статистические показатели, в качестве которых приняты:

- среднеквадратичное отклонение прогнозируемого состава шлака от измеряемого на выпусках

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n ([Y_l]^n_i - [Y_l]^{\text{пр}}_i)^2};$$

здесь n – количество выпусков, ед.; $[Y_l]^n_i$ – измеренное содержание компоненты l в шлаке на i -ом выпуске, %; $[Y_l]^{\text{пр}}_i$ – прогнозируемое содержание компоненты l в шлаке на i -ом выпуске, %;

- надежность прогнозирования, определяемая как отношение количества прогнозов с абсолютной погрешностью не более 0,05 к общему количеству сделанных прогнозов.

Эти показатели позволяют оценить точность и надежность прогнозирования. Схема алгоритма прогнозирования состава и свойств конечного шлака представлена на рис. 1.

ПРОГРАММНАЯ РЕАЛИЗАЦИЯ ИНФОРМАЦИОННО-МОДЕЛИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ

Программное обеспечение (ПО) информационно-моделирующей системы прогнозирования состава



Рис. 1. Схема алгоритма прогнозирования состава и свойств конечного шлака

Fig. 1. Scheme of algorithm for prediction of the composition and properties of the final slag

и свойств конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени разработано на языке программирования C# на базе фреймворка ASP.NET MVC с использованием кроссплатформенной программной платформы .NET 5. Архитектура разработанного ПО в нотации C4 представлена на рис. 2.

Программное обеспечение состоит из двух контейнеров: веб-приложения и консольного приложения. Консольное приложение выполняется по расписанию и предназначено для сбора данных о параметрах технологического процесса (состав и свойства шихтовых материалов, состав и свойства жидких продуктов плавки и другие) с сервера базы данных АСУП ДЦ. Полученные и рассчитанные параметры усредняются по часам, сменам, дням, неделям, месяцам и по выпускам и сохраняются в базе данных программы.

Диаграмма контейнера веб-приложения представлена на рис. 3. Веб-приложение включает следующие основные функции: визуализация изменения параметров АСУ ТП и расчетных параметров во времени; диагностика шлакового режима; моделирование переходных процессов состава и свойств шлака; прогнозирование состава и свойств шлака в режиме реального времени и история прогнозирования.

Компонент визуализации позволяет просматривать изменение указанных пользователем параметров АСУ ТП и расчетных параметров для выбранной доменной печи за заданный период. Информация выводится в табличной форме и в виде временного графика. Фрагмент веб-страницы компонента представлен на рис. 4.

Компонент диагностики шлакового режима предназначен для расчета и анализа свойств шлака по его составу. При анализе проверяются допустимые диапазоны вязкости шлака, основностей шлака (CaO/SiO_2), $(\text{CaO} + \text{MgO})/\text{SiO}_2$ и $(\text{CaO} + \text{MgO})/(\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3)$, градиенты вязкости шлака в диапазоне 0,7 – 2,5 Па·с и вязкости шлака в диапазоне температур 1400 – 1500 °С. По расчетным данным формируется диагностическое сообщение об оценке параметров шлакового режима [6; 7].

Компонент моделирования переходных процессов состава и свойств шлака предназначен для расчета переходных процессов всех параметров, характеризующих состав и свойства шлака по каждому из указанных ранее воздействий. Результаты расчетов переходных процессов представляются в численном и графическом видах. Фрагменты веб-страниц с результатами работы компонента при увеличении расхода кварцита на 10 кг/т чугуна представлены на рис. 5.

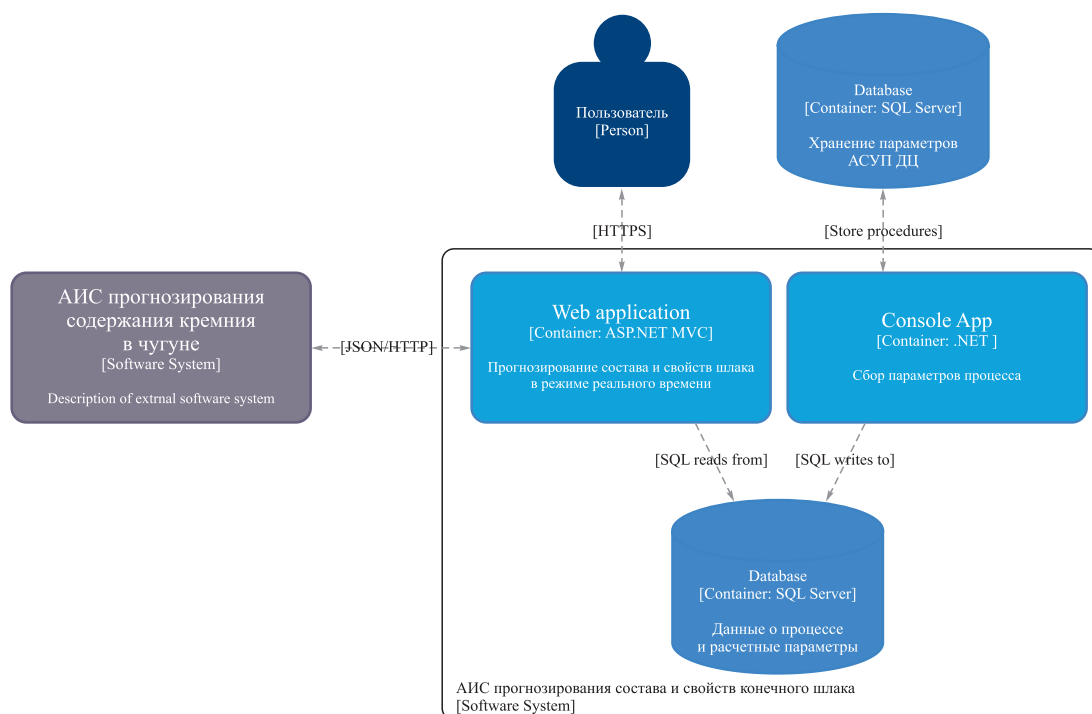


Рис. 2. Архитектура информационно-моделирующей системы прогнозирования состава и свойств конечного шлака

Fig. 2. Architecture of the information-modeling system for prediction of the composition and properties of the final slag

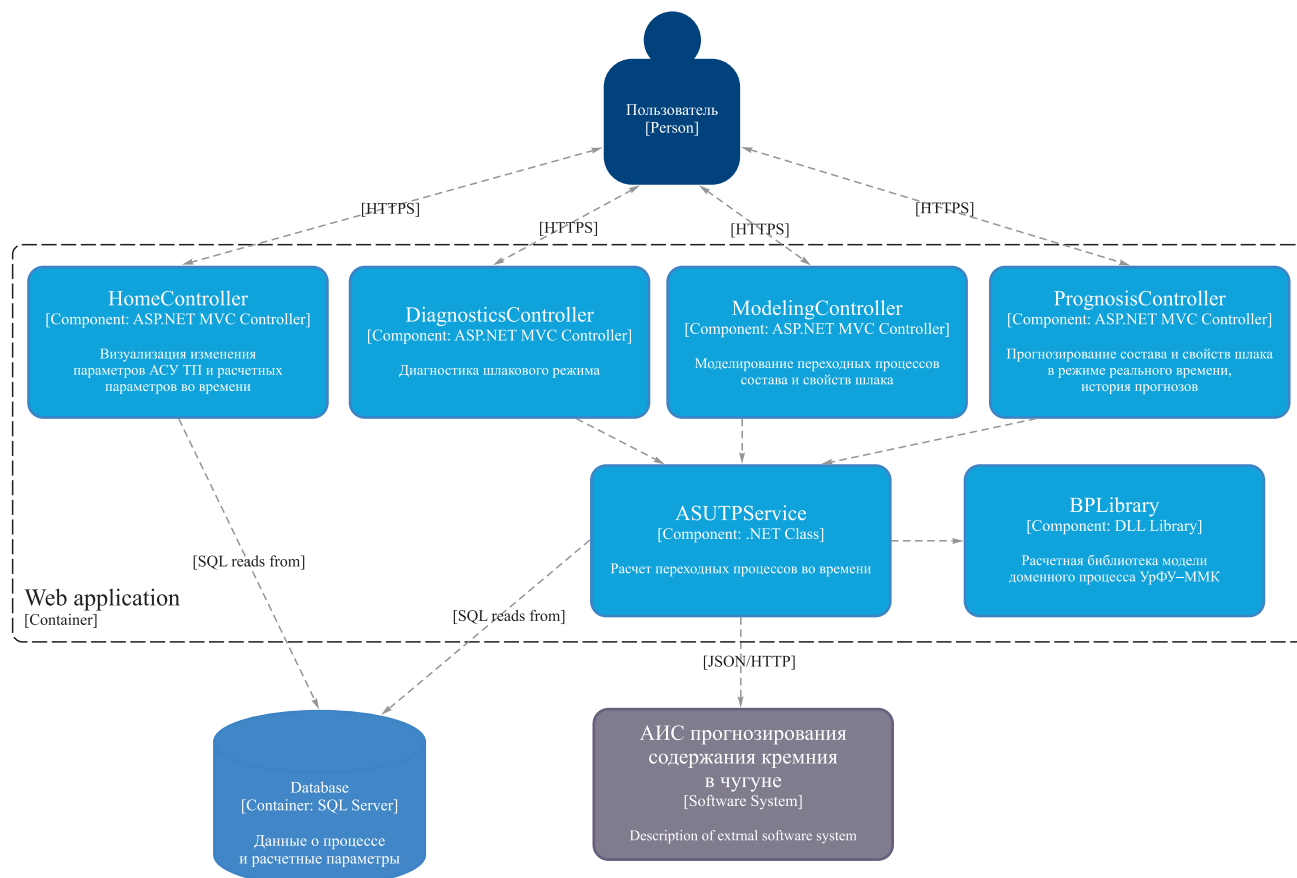


Рис. 3. Диаграмма контейнера веб-приложения в информационно-моделирующей системе прогнозирования состава и свойств конечного шлака

Fig. 3. Diagram of web application container in the information-modeling system for prediction of the composition and properties of the final slag

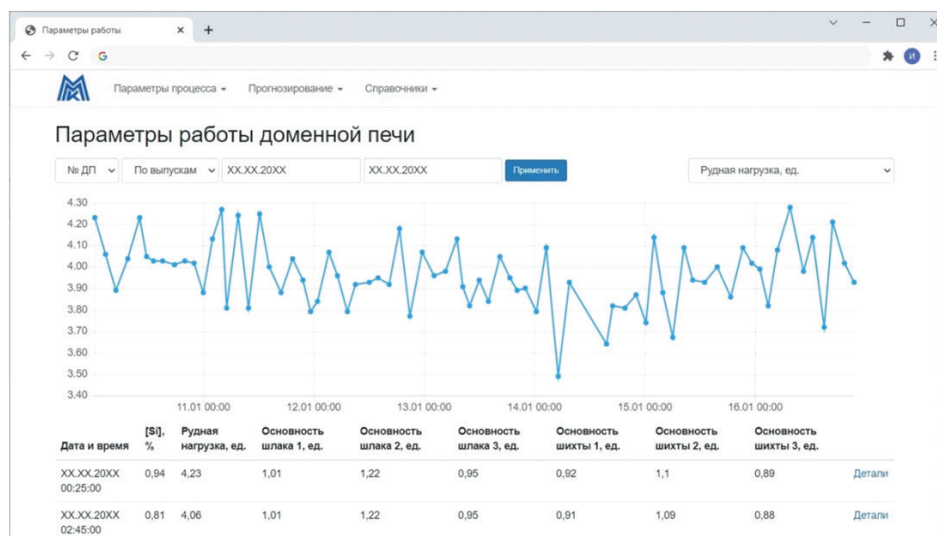
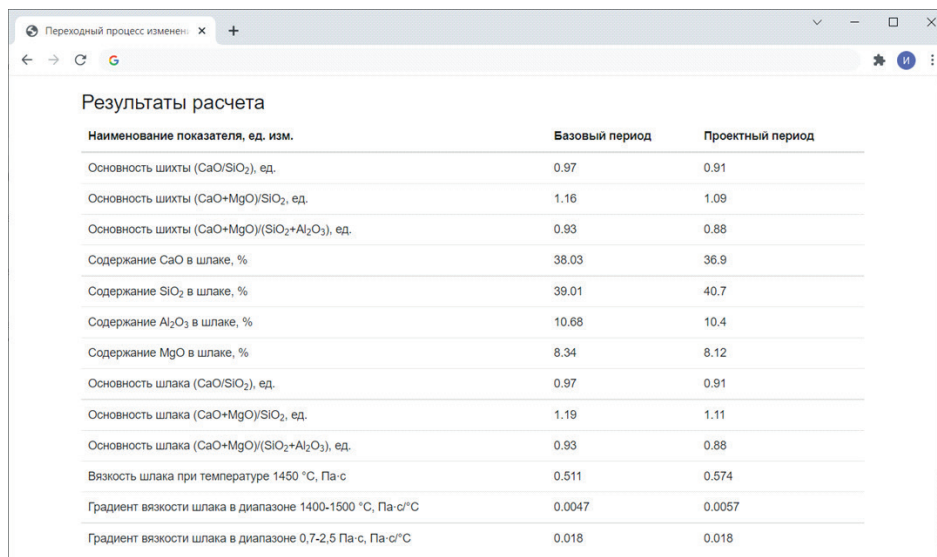
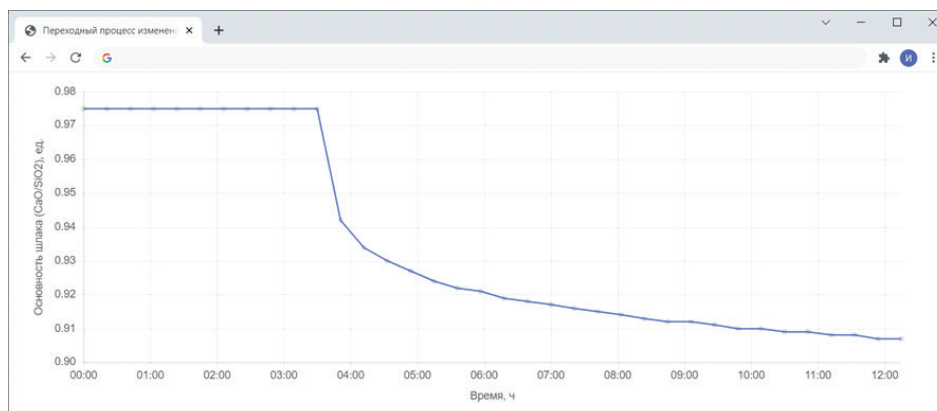


Рис. 4. Фрагмент веб-страницы визуализации изменения рудной нагрузки

Fig. 4. Fragment of a web page visualizing changes in ore load



a



б

Рис. 5. Фрагмент веб-страницы с результатами расчета состава и свойств шлака в базовом и проектном периодах (a) и график переходного процесса по основности шлака (CaO/SiO_2) (б) при увеличении расхода кварцита на 10 кг/т чугуна

Fig. 5. Fragment of the web page with the results of calculating the composition and properties of slag in the base and design periods (a) and graph of the transition process for the basicity of slag (CaO/SiO_2) (b) with increase in quartzite consumption by 10 kg/ton of cast iron

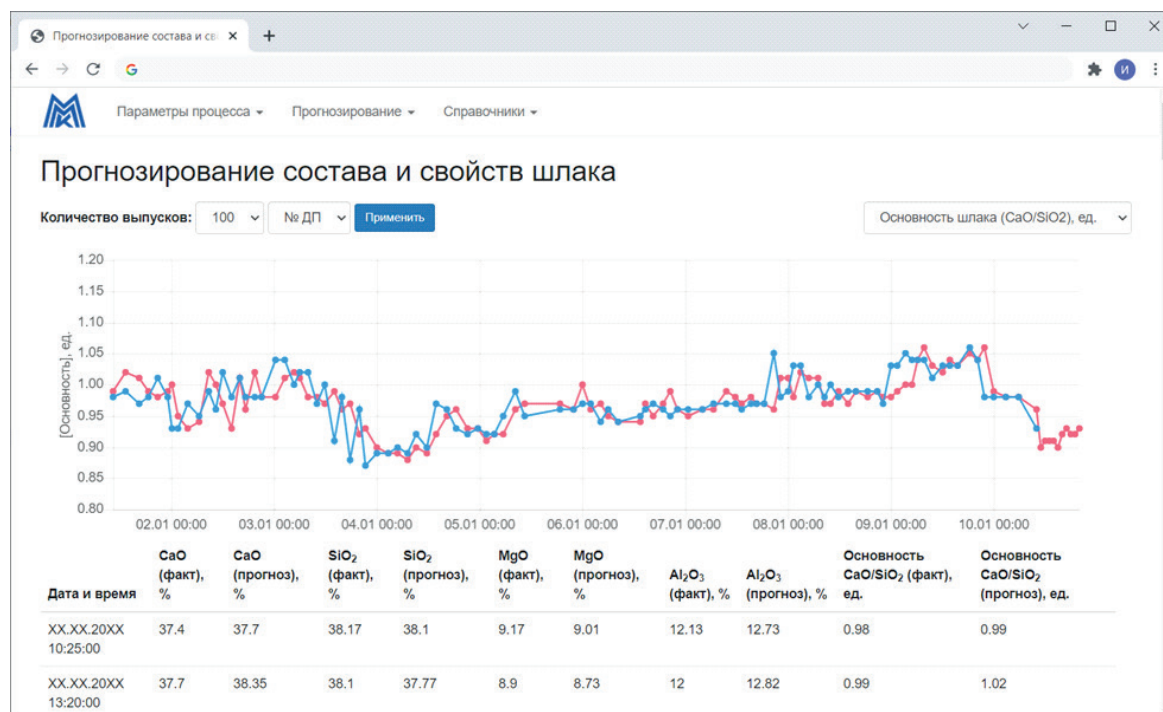


Рис. 6. Фрагмент веб-страницы «Прогнозирование состава и свойств конечного шлака»

Fig. 6. Fragment of the web page “Prediction of the final slag composition and properties”

Компонент прогнозирования предназначен не только для визуализации всех параметров, характеризующих состав и свойства шлака в режиме реального времени, но и позволяет просматривать историю прогнозируемых значений за выбранный пользователем период времени. На рис. 6 представлен фрагмент веб-страницы компонента. На нем отображается информация об измеренной (синяя линия) и прогнозируемой (красная линия) основности шлака CaO/SiO_2 в графической и табличной формах, прогнозируемая основность шлака на 10 ч вперед от текущего времени.

Среднеквадратичное отклонение прогнозируемой основности шлака CaO/SiO_2 от измеренной на выпусках составляет 0,023, надежность прогнозирования – 92 %, что указывает на удовлетворительное согласование прогнозных и фактических значений содержания отдельных компонентов в шлаке.

Информационно-моделирующая система позволяет прогнозировать состав и свойства конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени и способствует принятию научно обоснованных решений по управлению шлаковым режимом доменной плавки.

Выводы

С использованием современных технологий разработана информационно-моделирующая система прогнозирования состава и свойств конечного шлака в доменной печи в режиме реального времени. Для расчета используется вся доступная информация о работе печи

(конструктивные размеры печи, удельные расходы и свойства отдельных компонентов шихты, их химического состава, характеристики комбинированного дутья, состав жидких продуктов плавки и другие). Алгоритм прогноза построен на основе фундаментальных знаний в области теории и практики современного доменного процесса, закономерностей процессов тепло- и массообмена, газодинамики, процессов шлакообразования. Применение линейаризованной модели доменного процесса и натурно-математического подхода позволяет осуществлять настройку модели на условия функционирования объекта, учитывать при моделировании изменения состава и свойств железорудного сырья и кокса, дутьевых и режимных параметров доменной плавки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Товаровский И.Г. *Доменная плавка*. Днепропетровск: Пороги; 2009:768.
Tovarovskii I.G. *Blast Furnace Smelting*. Dnepropetrovsk: Porogi; 2009:768. (In Russ.).
2. Бабарыкин Н.Н. *Теория и технология доменного процесса*. Магнитогорск: МГТУ; 2009:257.
Babarykin N.N. *Theory and Technology of Blast Furnace Process*. Magnitogorsk: MSTU; 2009:257. (In Russ.).
3. *Металлургия чугуна* / Е.Ф. Вегман., Б.Н. Жеребин., А.Н. Похвиснев., Ю.С. Юсфин, И.Ф. Курунов., А.Е. Пареньков, П.И. Черноусов / Под ред. Ю.С. Юсфина. Москва: Академкнига; 2004:774.
Vegman E.F., Zherebin N.F., Pokhvisnev A.N., Yusfin Yu.S., Kurunov I.F., Paren'kov A.E., Chernousov P.I. *Iron Metal-*

- lurgy. Yusfin Yu.S. ed. Moscow: Akademkniga; 2004:774. (In Russ.).
4. Современный доменный процесс / М. Геердес, Р. Ченьо, И. Курнов, О. Лигарди, Д. Рикетс. Москва: Metallurgizdat; 2016:280.
Geerdes M., Chen'o R., Kurnov I., Ligardi O., Rikets D. *Modern Blast Furnace Process*. Moscow: Metallurgizdat; 2016:280. (In Russ.).
5. Большаков В.И. *Технология высокоэффективной энергосберегающей доменной плавки*. Киев: Наукова думка; 2007:412.
Bol'shakov V.I. *High-Efficiency Energy-Saving Technology of Blast Furnace Smelting*. Kiev: Naukova Dumka; 2007: 412. (In Russ.).
6. Математическое моделирование металлургических процессов в АСУ ТП / Н.А. Спирин, В.В. Лавров, В.Ю. Рыболовлев, Л.Ю. Гилева, А.В. Краснобаев, В.С. Швыдкий, О.П. Онорин, К.А. Щипанов, А.А. Бuryкин / Под ред. Н.А. Спирина. Екатеринбург: изд. УрФУ; 2014:558.
Spirin N.A., Lavrov V.V., Rybolovlev V.Yu., Gileva L.Yu., Krasnobaev A.V., Shvydkii V.S., Onorin O.P., Shchipanov K.A., Burykin A.A. *Mathematical Modeling of Metallurgical Processes in Automated Process Control Systems*. Yekaterinburg: UrFU; 2014:558. (In Russ.).
7. Модельные системы поддержки принятия решений в АСУ ТП доменной плавки / Н.А. Спирин, В.В. Лавров, В.Ю. Рыболовлев, А.В. Краснобаев, О.П. Онорин, И.Е. Косаченко. Екатеринбург: изд. УрФУ; 2011:462.
Spirin N.A., Lavrov V.V., Rybolovlev V.Yu., Krasnobaev A.V., Onorin O.P., Kosachenko I.E. *Model Decision Support Systems in Blast Furnace Smelting Process Control Systems*. Yekaterinburg: UrFU; 2011:462. (In Russ.).
8. Jia R., Deng L., Yun F., Li H., Zhang X., Jia X. Effects of SiO_2/CaO ratio on viscosity, structure, and mechanical properties of blast furnace slag glass ceramics. *Materials Chemistry and Physics*. 2019;233:155–162.
<https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.05.065>
9. Shen X., Chen M., Wang N., Wang D. Viscosity property and melt structure of $\text{CaO-MgO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-FeO}$ slag system. *ISIJ International*. 2019;59(1):9–15.
<https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-479>
10. Zheng H., Ding Y., Zhou S., Wen Q., Jiang X., Gao Q., Shen F. Viscosity prediction model for blast furnace slag with high Al_2O_3 . *Steel Research International*. 2021;92(1): 1900635. <https://doi.org/10.1002/srin.201900635>
11. Jiao K., Zhang J., Liu Z., Chen C. Effect of $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio on viscosity of blast furnace primary slag. *High Temperature Materials and Processes*. 2019;38:354–361.
<https://doi.org/10.1515/htmp-2018-0019>
12. Gan L., Lai C. A general viscosity model for molten blast furnace slag. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. 2014; 45(3):875–888. <https://doi.org/10.1007/s11663-013-9983-9>
13. Iida T., Sakai H., Kita Y., Shigeno K. An equation for accurate prediction of the viscosities of blast furnace type slags from chemical composition. *ISIJ International*. 2000;40: 110–114. https://doi.org/10.2355/isijinternational.40.suppl_s110
14. Shu Q. A viscosity estimation model for molten slags in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO-SiO}_2$ system. *Steel Research International*. 2009;80(2):107–113.
<https://doi.org/10.2374/SRI08SP085>
15. Jiang D., Zhang J., Wang Z., Feng C., Jiao K., Xu R. A prediction model of blast furnace slag viscosity based on principal component analysis and K-nearest neighbor regression. *JOM*. 2020;72(11):3908–3916.
<https://doi.org/10.1007/s11837-020-04360-9>
16. Теория и практика прогнозирования в системах управления / С.В. Емельянов, С.К. Коровин, Л.П. Мышляев, А.С. Рыков, В.Ф. Евтушенко, С.М. Кулаков, Н.Ф. Бондарь. Кемерово: Кузбассвузиздат-АСТШ; Москва: Российские университеты; 2008:486.
Emel'yanov S.V., Korovin S.K., Myshlyayev L.P., Rykov A.S., Evtushenko V.F., Kulakov S.M., Bondar' N.F. *Theory and Practice of Prediction in Control Systems*. Kemerovo: Kuzbassvuzizdat-ASTSh; Moscow: Russian Universities; 2008: 486. (In Russ.).
17. Спирин Н.А., Лавров В.В., Рыболовлев В.Ю., Шнайдер Д.А., Краснобаев А.В., Гурин И.А. Цифровая трансформация пирометаллургических технологий: состояние, научные проблемы и перспективы развития. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2021;64(8):588–598.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-588-598>
Spirin N.A., Lavrov V.V., Rybolovlev V.Yu., Shneider D.A., Krasnobaev A.V., Gurin I.A. Digital transformation of pyrometallurgical technologies: State, scientific problems and prospects of development. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(8):588–598. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-588-598>
18. Pavlov A.V., Polinov A.A., Spirin N.A., Onorin O.P., Lavrov V.V. Use of model systems for solving new technological problems in blast-furnace production. *Metallurgist*. 2017; 61(5-6):448–454.
<https://doi.org/10.1007/s11015-017-0516-7>
19. Onorin O.P., Spirin N.A., Istomin A.S., Lavrov V.V., Pavlov A.V. Features of blast furnace transient processes. *Metallurgist*. 2017;61(1-2):121–126.
<https://doi.org/10.1007/s11015-017-0464-2>
20. Spirin N.A., Polinov A.A., Gurin I.A., Beginyuk V.A., Pishnograev S.N., Istomin A.S. Information system for real-time prediction of the silicon content of iron in a blast furnace. *Metallurgist*. 2020;63(9-10):898–905.
<https://doi.org/10.1007/s11015-020-00907-y>
21. Spirin N.A., Lavrov V.V., Gurin I.A., Istomin A.S., Shchipanov K.A. Transient fluctuations in the composition and properties of blast-furnace slag. *Steel in Translation*. 2022;52(4): 434–438. <https://doi.org/10.3103/S0967091222040131>

Сведения об авторах

Information about the Authors

Александр Владимирович Павлов, к.т.н., начальник доменного цеха, ПАО «Магнитогорский металлургический комбинат»
E-mail: pavlov.av@mmk.ru

Николай Александрович Спиринов, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0001-6582-3428
E-mail: n.a.spirin@urfu.ru

Иван Александрович Гуринов, к.т.н., доцент кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0002-4989-7029
E-mail: ivan.gurin@urfu.ru

Владислав Васильевич Лавров, д.т.н., профессор кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0002-6953-5519
E-mail: v.v.lavrov@urfu.ru

Виталий Александрович Бегинюк, ведущий специалист доменного цеха, ПАО «Магнитогорский металлургический комбинат»
E-mail: beginyuk.va@mmk.ru

Александр Сергеевич Истомин, к.т.н., доцент кафедры теплофизики и информатики в металлургии, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина
ORCID: 0000-0001-9987-2201
E-mail: as.istomin@urfu.ru

Aleksandr V. Pavlov, Cand. Sci. (Eng.), Chief of Blast-Furnace Shop, PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works
E-mail: pavlov.av@mmk.ru

Nikolai A. Spirin, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0001-6582-3428
E-mail: n.a.spirin@urfu.ru

Ivan A. Gurin, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Thermophysics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0002-4989-7029
E-mail: ivan.gurin@urfu.ru

Vladislav V. Lavrov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0002-6953-5519
E-mail: v.v.lavrov@urfu.ru

Vitalii A. Beginyuk, Leading Specialist of Blast-Furnace Shop, PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works
E-mail: beginyuk.va@mmk.ru

Aleksandr S. Istomin, Cand. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Thermal Physics and Informatics in Metallurgy", Ural Federal University named after the First President of Russia B.N. Yeltsin
ORCID: 0000-0001-9987-2201
E-mail: as.istomin@urfu.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

А. В. Павлов – обсуждение идеи статьи; обоснование актуальности темы; рекомендации по практическому представлению производственных данных и выбор характерных периодов работы доменных печей из практики работы доменного цеха; обобщения практического опыта применения системы в доменном цехе ПАО «ММК»; правка текста.

Н. А. Спиринов – создание идеи статьи; обоснование актуальности темы; подготовка концепции, структуры, развернутого плана и чернового варианта статьи; подбор библиографических ссылок; окончательная правка; подготовка заключения.

И. А. Гуринов – проработка содержания разделов, связанных с разработкой и программной реализацией современных информационных систем в металлургии; подготовка аннотации, ключевых слов; перевод на английский язык материалов статьи.

В. В. Лавров – проработка содержания основных разделов; подбор библиографических ссылок; оформление по требованиям редакции; переписка с соавторами и редакцией журнала; подготовка документов для отправки материалов статьи в редакцию.

В. А. Бегинюк – проработка содержания основных разделов; подготовка примеров практической реализации системы в доменном цехе ПАО «ММК».

А. С. Истомин – проработка содержания основных разделов; представление результатов практической реализации системы.

A. V. Pavlov – discussion of the article idea; substantiation of the topic relevance; recommendations for the practical presentation of production data and the choice of characteristic periods of operation of blast furnaces from the practice of the blast furnace shop; generalization of practical experience of using the system in the blast furnace shop of PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works; editing the text.

N. A. Spirin – formulation of the article idea; substantiation of the topic relevance; preparation of the concept, structure, detailed plan and draft version of the article; selection of literary data; final editing; writing the conclusions.

I. A. Gurin – elaboration of the content of sections related to the development and software implementation of modern information systems in metallurgy; writing the abstract and keywords; translation of the text into English.

V. V. Lavrov – elaboration of the content of the main sections; selection of literary data; registration according to the requirements of the editorial board.

V. A. Beginyuk – elaboration of the content of the main sections; preparation of examples of practical implementation of the system in the blast furnace shop of PJSC Magnitogorsk Iron and Steel Works.

A. S. Istomin – elaboration of the content of the main sections; presentation of the results of the system practical implementation.

Поступила в редакцию 01.03.2022
После доработки 22.04.2022
Принята к публикации 09.12.2022

Received 01.03.2022
Revised 22.04.2022
Accepted 09.12.2022

ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЭФФЕКТИВНОСТЬ
МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ПРОИЗВОДСТВАECONOMIC EFFICIENCY
OF METALLURGICAL PRODUCTION

УДК 338.2

DOI 10.17073/0368-0797-2023-2-253-264



Оригинальная статья

Original article

ИНСТИТУАЛИЗАЦИЯ ESG-ПРИНЦИПОВ
НА МЕЖДУНАРОДНОМ УРОВНЕ И В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ,
ИХ ВЛИЯНИЕ НА ДЕЯТЕЛЬНОСТЬ ПРЕДПРИЯТИЙ
ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ. ЧАСТЬ 1

О. В. Глушакова , О. П. Черникова

Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

trinity@ktk.company

Аннотация. Управление с учетом соблюдения ESG-принципов (*Environmental – Social – Governance*) базируется на концепции устойчивого развития, которая представляет собой принципиально новый подход к ведению предпринимательской деятельности, характеризующийся вовлеченностью компаний в решение экологических, социальных и управленческих проблем. Несмотря на то, что на международном уровне начало формированию институциональных рамок в области ESG было положено 74 года назад, в России этот процесс был запущен только в 1996 г. с принятием Концепции перехода РФ к устойчивому развитию. Ратификация Россией ряда международных документов (Рамочной конвенции ООН об изменении климата (1992 г.), Киотского протокола (1997 г.), Парижского соглашения по климату (2015 г.)) и активное продвижение большинством стран мира климатической политики, направленной на сохранение в атмосфере озонового слоя, обусловили необходимость институционализации ESG-принципов на национальном уровне. Активизация рассматриваемого процесса произошла в 2020 г. и к середине 2021 г. национальные рамки в области ESG были созданы. Черная металлургия – одна из базовых отраслей национальной экономики. Несоответствие предприятий черной металлургии критериям ESG, а также высокая углеродо- и энергоемкость продукции отрасли в перспективе могут выступить причиной потери рынков сбыта, нарушения устойчивости развития. Рассмотрены этапы институционализации ESG-принципов на международном уровне и в Российской Федерации. Обоснована необходимость снижения углеродо- и энергоемкости продукции черной металлургии в связи с формирующимся глобальным трендом – переходом большинства стран мира к низкоуглеродной экономике за счет постепенного отказа от угольной энергетики и поэтапного прекращения «неэффективного» субсидирования ископаемых видов топлива.

Ключевые слова: институционализация, ESG-принципы, углеродоемкость, энергоемкость, черная металлургия

Для цитирования: Глушакова О.В., Черникова О.П. Институционализация ESG-принципов на международном уровне и в Российской Федерации, их влияние на деятельность предприятий черной металлургии. Сообщение 1. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2023;66(2):253–264. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-253-264>

INSTITUTIONALIZATION OF ESG-PRINCIPLES
AT THE INTERNATIONAL LEVEL AND IN THE RUSSIAN FEDERATION,
THEIR IMPACT ON FERROUS METALLURGY ENTERPRISES. PART 1

O. V. Glushakova , O. P. Chernikova

■ Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

trinity@ktk.company

Abstract. The idea of ESG (*Environmental – Social – Governance*) is based on the concept of sustainable development and represents a fundamentally new approach to making business, characterized by the involvement of companies in solving environmental, social and management problems. Despite the fact that at the international level, the formation of an institutional framework in the field of ESG was initiated 74 years ago, in our country this process was launched only in 1996 with the adoption of the Concept for the Transition of the Russian Federation to Sustainable Development. Ratification by Russia of a number of international documents – the UN Framework Convention on Climate Change (1992), the Kyoto Protocol (1997), the Paris Agreement on Climate (2015) and the active promotion climate policy by most countries of the world aimed at preserving ozone

in the atmosphere layer, necessitated the institutionalization of ESG principles at the national level. The activation of this process took place in 2020 and by mid-2021, the national framework in the field of ESG was created. Ferrous metallurgy is one of the basic sectors of the national economy. The discrepancy of ferrous metallurgy enterprises with the ESG criteria, as well as the high carbon and energy intensity of the products of this industry, in the future may cause the loss of sales markets and disruption of sustainable development. The stages of institutionalization of ESG principles at the international level and in the Russian Federation are considered. The necessity of reducing the carbon intensity and energy intensity of ferrous metallurgy products is substantiated in connection with the emerging global trend – the transition of most countries of the world to a low-carbon economy due to the gradual abandonment of coal energy and the gradual cessation of «inefficient» subsidizing of fossil fuels.

Keywords: institutionalization, ESG principles, carbon intensity, energy intensity, ferrous metallurgy

For citation: Glushakova O.V., Chernikova O.P. Institutionalization of ESG-principles at the international level and in the Russian Federation, their impact on ferrous metallurgy enterprises. Report 1. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(2):253–264.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-2-253-264>

ВВЕДЕНИЕ

Начиная с 2018 г. в России произошло значительное расширение нормативно-правового поля, направленного на осуществление государственного регулирования в области охраны окружающей среды и снижение уровня загрязнения атмосферного воздуха. Подобные изменения в содержании государственной политики во многом обусловлены трендами развития, которые формируются во всем мире. В их числе принятие ООН целей устойчивого развития до 2030 г., включение в реализацию этой повестки большинства стран мира, активное продвижение климатической политики странами с высоким уровнем социально-экономического развития. С 2020 г. в России начался процесс институционализации ESG-принципов, базирующихся на триаде *Environmental – Social – Governance* (окружающая среда – социальная ответственность – корпоративное управление). На осознание необходимости повышения социальной и экологической ответственности бизнеса при осуществлении предпринимательской деятельности и роли государства в регулировании этих процессов мировому сообществу потребовался не один десяток лет. Началом процесса институционализации ESG-принципов принято считать 1948 г., ознаменованный принятием Всеобщей декларации прав человека. Спустя 24 года на Стокгольмской конференции ООН был принят документ, в котором впервые были подняты вопросы о проблемах загрязнения окружающей среды и необходимости признания ответственности за результаты своей деятельности со стороны граждан, общества, предприятий и учреждений на всех уровнях. Дальнейшее развитие институциональных рамок в области ESG продолжилось в середине 80-х гг. XX столетия, когда учеными было доказано, что человеческая деятельность оказывает негативное влияние на озоновый слой атмосферы, сформулированы возможные последствия изменения его толщины и структуры.

Ориентация России на использование традиционных конкурентных преимуществ в энергосырьевом секторе порождает риски нарушения устойчивости социально-экономического развития. В настоящее время большинство стран мира разделяют необходимость реализации климатической политики, разрабатывают меры

по снижению углеродного следа в атмосфере. Черная металлургия относится к отраслям, продукция которых обладает высокой углеродо- и энергоемкостью. Введение ограничительных мер со стороны стран-импортеров может создать существенные трудности для российских производителей чугуна и стали, в том числе в плане снижения доходности активов компаний и нарушения их устойчивости.

Интерес к проблематике ESG проявляют ученые во всем мире. Обобщением результатов научных исследований, посвященных поиску взаимосвязи между экологическими, социальными и управленческими критериями деятельности и финансовыми показателями компаний, занимались в работе [1]. Выводы о возможности снижения факторов риска за счет участия компаний в решении экологических, социальных и управленческих вопросов (ESG) представлены в работе [2]. Изучением вопроса о том, почему и как инвесторы используют отчетную информацию об окружающей среде, социальной сфере и управлении (ESG), посвящена работа [3]. Изучению взаимосвязи структуры инвестиционных портфелей институциональных инвесторов с ESG практиками компаний посвящена работа [4]. Поиском ответов на вопросы о том, как социальная ответственность может проявляться в материальных составляющих ценности компании, представлено в работе [5]. Работа [6] посвящена оценке влияния на стоимость акций компаний такого фактора, как соблюдение ими ESG-принципов в условиях COVID-19. Исследованиям взаимосвязи между ESG и корпоративной ценностью, а также полезности оценок и рейтингов ESG посвящена работа [7]. Изучению последствий обязательного раскрытия ESG-информации посвящена работа [8]. Проблематикой расхождения позиции компании в рейтингах ESG с реальным положением дел в области соблюдения ESG-принципов занимались в работе [9]. Исследованием необходимости институционализации подходов к оценке ESG-эффективности компаний в силу разнообразия используемых ими ESG-показателей занимались в работе [10]. Возможность перехода к низкоуглеродному производству металлургической промышленности Китая в целях сокращения выбросов оксида CO₂ в атмосферный воздух, а также эффективность применения для этих целей новых инструментов налогообложения изложены в работах [11 – 13].

Проблематика ESG не оставлена без внимания и российскими учеными. Исследованию влияния климатической политики основных торговых партнеров России на экспорт ряда российских регионов посвящена работа [14]. В работе [15] рассмотрены причины и последствия появления ESG как нового механизма активизации деятельности инвесторов. Современный подход к развитию регионов Арктики на основе экономической теории социально-эколого-экономического гомеостаза с учетом факторов ESG рассмотрен в работе [16]. Вывод о необходимости формирования национально ориентированной модели зеленого роста на базе концепции ESG сделан в работе [17]. Анализ использования ESG-принципов китайскими компаниями посвящена работа [18]. Результаты исследования о соотношении целей устойчивого развития и ESG-принципов, а также о их влиянии на развитие правовых инструментов представлены в работе [19]. Изучением влияния ESG-рейтинга на рентабельность фирм и ожидаемую доходность на фондовом рынке занимались в работе [20]. Особенности инвестирования в ESG-инструменты в России и странах Европы рассмотрены в работе [21]. Влияние раскрытия ESG-показателей на финансовые результаты российских публичных компаний проанализировано в работе [22].

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследование базируется на хронологическом и институциональном подходах, которые дают возможность в логической последовательности проследить развитие институциональных рамок ESG как на международном уровне, так и в России. В процессе исследования было рассмотрено содержание международных документов, принятых под эгидой ООН и других международных организаций, отражающих развитие ESG-принципов, а также российского законодательства в области ESG. Использованы методы анализа, синтеза, сравнения, группировки при изучении климатических, экологических, социальных отчетов и отчетов об устойчивом развитии крупнейших российских предприятий черной металлургии, ESG-рэнкингов, официальных статистических отчетов, публикуемых Федеральной службой государственной статистики, а также статистического ежегодника Enerdata.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В климатическом пакте Глазго, принятом на конференции ООН по вопросам изменения климата в 2021 г., были объединены усилия по формированию ESG-принципов и борьбе с изменениями климата предшествующих семидесяти трех лет (табл. 1).

На конференции в Глазго было справедливо отмечено, что достижение заявленных в Пакте целей определяется конкретными национальными вкладами,

поэтому национальные планы действий по борьбе с изменениями климата странами-участницами конференции должны быть представлены уже в 2022 г. На конференции были достигнуты соглашения по завершению работы над Парижским сводом правил (комплексом процедур практической реализации Парижского соглашения). В их числе введение норм относительно углеродных рынков, которые позволят странам, испытывающим трудности с достижением целевых показателей по выбросам, приобретать единицы сокращения выбросов у других стран, которые превысили свои целевые показатели. При этом 137 стран взяли на себя обязательства по сдерживанию исчезновения лесов и обращению этих процессов вспять, а 103 страны подписали Глобальное обязательство по сокращению выбросов метана (одного из самых мощных парниковых газов). Странам, экономики которых являются наиболее углеродоемкими, а, следовательно, наиболее уязвимыми в вопросах достижения поставленных целей (согласно содержанию Пакта), будет предоставляться техническая помощь, знания и ресурсы для устранения климатических рисков посредством так называемой Сети Сантьяго.

Россия выступает одной из стран-лидеров в совокупном объеме выбросов оксидов CO₂ в атмосферный воздух в результате сжигания топлива (нефть, газ, уголь)¹. Углекислый газ, помимо других парниковых газов, в значительной степени способствует созданию парникового эффекта. В 2020 г. по объему выбросов оксидов CO₂ Россия занимала четвертое место в мире – 5,2 % от совокупного объема выбросов (на первом месте – Китай (31,3 %), на втором – США (14,2 %), на третьем – Индия (7,05 %)). На страны Евросоюза в 2020 г. приходилось 8,0 % от общемирового объема выбросов парниковых газов.

Включение в систему государственного регулирования ESG-принципов обусловлено ратификацией Россией целого пула международных документов, направленных на борьбу с изменением климата: Рамочной конвенции ООН об изменении климата (1992 г.), Киотского протокола (1997 г.), Парижского соглашения по климату (2015 г.).

В Глобальном докладе о состоянии городов мира 2020 г. «Ценность устойчивой урбанизации» отмечается, что наибольшая концентрация выбросов парниковых газов приходится на крупные промышленные города, которые производят 70 % глобальных выбросов оксидов CO₂ и потребляют две трети мировой энергии. В связи с этим ряд городов в мире реализует собственные климатические стратегии и планы, направленные на достижение «углеродной нейтральности». Принципиальное значение в решении этого вопроса имеет

¹ World Energy & Climate Statistics – Yearbook 2021. URL: <https://www.enerdata.net/publications/world-energy-statistics-supply-and-demand.html> (дата обращения: 10.02.2022 г.).

Этапы институционализации ESG-принципов на международном уровне

Table 1. Stages of institutionalization of ESG principles at the international level

Год	Наименование документа	Комментарии
1948	Всеобщая декларация прав человека	Принята на Генеральной Ассамблее ООН в целях содействию реализации прав и свобод каждого человека
1972	Декларация Конференции ООН по проблемам окружающей человека среды (Стокгольмская декларация)	В документе отмечена важность охраны окружающей человека среды для нынешнего и будущих поколений и необходимость консолидации для этого совместных усилий со стороны граждан и общества
1985	Венская конвенция об охране озонового слоя	Определено, что изменение озонового слоя может привести к изменению погоды и климата. Установлен перечень веществ, способных менять химические и физические свойства озонового слоя: углеродистые вещества; неметановые виды углеводородов; азотистые, хлористые, бромистые, водородные вещества
1987	Монреальский протокол по веществам, разрушающим озоновый слой	Установлены две группы веществ, разрушающих озоновый слой, и их озонирующая способность, сформулированы требования по расчетному уровню их производства, импорта, экспорта и потребления по отношению к уровню 1986 г.
1992	Рио-де-Жанейрская декларация по окружающей среде и развитию	Сформулированы 27 принципов сотрудничества в целях охраны окружающей среды между государствами, ключевыми секторами общества и людьми
1992	Финансовая инициатива Программы ООН по окружающей среде (<i>United Nations Environment Program Financial Initiative – UNEP FI</i>)	Партнерство между ПРООН и глобальным финансовым сектором с целью мобилизации финансовых средств для обеспечения устойчивого развития
1992	Рамочная конвенция ООН об изменении климата (<i>United Nations Framework Convention on Climate Change – UNFCCC</i>)	Указан перечень стран, в том числе РФ, которые берут на себя обязательства, связанные с проведением национальной политики и принятием мер по смягчению последствий изменения климата путем ограничения своих антропогенных выбросов парниковых газов. При этом учитывается озабоченность стран, экономика которых зависит от дохода, получаемого за счет производства, переработки и экспорта и/или потребления ископаемых видов топлива и связанных с ним энергоемких продуктов
1997	Киотский протокол к Рамочной конвенции ООН об изменении климата	Определены количественные обязательства сторон по ограничению или сокращению антропогенных выбросов парниковых газов. К секторам/категориям источников и поглотителей отнесена, в том числе обрабатывающая промышленность
2000	Глобальный договор ООН	Содержит десять принципов, которыми должны руководствоваться компании любых размеров и форм собственности, а также работающие с бизнесом в контексте повестки устойчивого развития организации и некоммерческие объединения
2000	Руководящие указания по отчетности в области устойчивого развития (GRI)	Содержит принципы и рекомендации по подготовке отчетности, включая ее стандартные элементы, а также рекомендации в части предоставления сведений о подходах менеджмента организации в отношении экономических, экологических и социальных аспектов. В частности, организация предоставляет сведения о прямых, косвенных выбросах парниковых газов, предпринятых инициативах по снижению выбросов и достигнутом снижении указанных выбросов

Т а б л и ц а 1 (Продолжение)
Table 1 (Continuation)

Год	Наименование документа	Комментарии
2000	Декларация тысячелетия ООН	Провозглашены шесть фундаментальных ценностей и принципов, которые в XXI веке будут иметь существенное значение в развитии международных отношений. В их числе – уважение к природе, а также восемь целей развития (цель 7: охрана окружающей среды, включающая усилия о вступлении в силу Киотского протокола)
2003	Принципы экватора (<i>Equator Principles</i>)	Документ адресован финансовым учреждениям как основа для регулирования экологических и социальных вопросов, связанных с финансируемыми ими проектами в любом регионе мира и в любых отраслях, включая горнодобывающую, нефтегазовую и лесную промышленности; принципы базируются на стандартах деятельности IFC и применяются к проектам, стоимость которых превышает 10 млн долл. США
2006	Принципы ответственного инвестирования (<i>Principles for Responsible Investment – PRI</i>)	Носят рекомендательный характер и состоят в необходимости включения экологических, социальных аспектов и вопросов управления в процессы проведения инвестиционного анализа и принятия решений
2011	Руководящие принципы предпринимательской деятельности в аспекте прав человека ООН (UNGPs)	Сформулированы базовые принципы осуществления корпоративной ответственности за соблюдение прав человека и принципы деятельности предприятий, в том числе в отношении устранения воздействий на права человека и обеспечения возмещения ущерба
2015	Парижское соглашение по климату	Соглашение направлено на укрепление глобального реагирования на угрозу изменения климата посредством: удержания прироста глобальной средней температуры намного ниже 2 °C сверх доиндустриальных уровней и приложения усилий в целях ограничения роста температуры до 1,5 °C; повышение способности адаптироваться к неблагоприятным воздействиям изменения климата; приведения финансовых потоков в соответствие с траекторией в направлении развития, характеризующегося низким уровнем выбросов и сопротивляемостью к изменению климата
2016	Преобразование нашего мира: повестка дня в области устойчивого развития на период до 2030 г.	Объявлены 17 целей в области устойчивого развития и 169 связанных с ними задач, которые носят комплексный и неделимый характер. Озвучен призыв к осуществлению Десятилетней стратегии действий по переходу к использованию рациональных моделей потребления и производства, стремлению свести к минимуму воздействие городов на глобальную климатическую систему.
2019	Принципы ответственного ведения банковской деятельности UNEP	Сформулировано шесть принципов финансирования в рамках партнерства между банками-учредителями и ООН
2021	Климатический пакт Глазго (COP-26)	Обозначена цель – достижение к середине XXI века чистого нулевого баланса выбросов. В числе подцелей следующее: сокращение до 2030 г. выбросов CO ₂ в атмосферу на 45 %; постепенный отказ от угольной энергетики и поэтапное прекращение «неэффективного» субсидирования ископаемых видов топлива; декарбонизация автомобильного транспорта, для чего все новые легковые автомобили и автофургоны, продаваемые к 2035 г. на ведущих рынках, а к 2040 г. – во всем мире, должны быть транспортными средствами с нулевым уровнем выбросов

государственное регулирование, благодаря которому выстраиваются определенные институциональные рамки для производителей углеродоемкой продукции. Так, используя специальные политические рычаги, 105 городов, в основном в Северной Америке и Европе, провели инвентаризацию выбросов в целях их сокращения.

В настоящее время страны используют различные механизмы, направленные на сокращение эмиссии парниковых газов. В их числе введение углеродного налога (сбора), квотирование выбросов загрязняющих веществ, введение запретов на продажу (использование) углеродоемкой продукции. Крупнейшими автоконцернами мира объявлен переход с 2025 – 2030 гг. на новые технические стандарты производства автомобилей без использования двигателей внутреннего сгорания.

В России создание институциональных рамок в области ESG-принципов началось в 1996 г. с принятием Концепции перехода к устойчивому развитию, а в 1999 г. – Федерального закона «Об охране атмосферного воздуха». В 2009 г. была принята Климатическая доктрина РФ как ответная реакция на формирующиеся в мире тренды в области ESG и повышения экологической ответственности всех субъектов экономических отношений. В этом документе были представлены основные направления климатической политики РФ.

Подробно этапы развития регуляторной среды, направленной на снижение уровня загрязнения атмосферного воздуха, рассмотрены в работах [23; 24].

Одна из национальных целей развития России до 2030 г. – создание комфортной и безопасной среды для жизни. Ее достижение предусматривает решение, в том числе, такой задачи, как снижение в два раза объема выбросов опасных загрязняющих веществ, оказывающих наибольшее негативное воздействие на окружающую среду и здоровье человека. Очевидно, что квотирование вредных выбросов в атмосферный воздух для экономических субъектов, введение перечня компенсационных мер в целях снижения уровня загрязнения атмосферного воздуха и создание Единой информационной системы мониторинга качества атмосферного воздуха в рамках национального проекта «Экология» и входящего в его состав федерального проекта «Чистый воздух» являются важными, но не достаточными шагами в решении рассматриваемой проблемы. Речь идет о необходимости создания на национальном уровне эффективных регуляторных механизмов, которые были бы направлены на повышение уровня ответственности инвесторов и субъектов реального сектора экономики за результаты своей деятельности, оказывающие негативное воздействие на окружающую среду.

Именно поэтому развитие нормативно-правового поля в России в области охраны окружающей среды, начиная с 2020 г., приобретает принципиально новое

содержание. В 2020 – 2021 гг. был разработан и принят целый перечень законодательных и нормативных правовых актов, направленных на реализацию ESG-принципов и снижение углеродоемкости российской экономики (табл. 2).

На финансовом форуме, проходившем в сентябре 2020 г. в Москве, было объявлено о запуске «нового инвестиционного цикла» в российских регионах. Отметим, что первый шаг в целях повышения инвестиционной привлекательности российских регионов был предпринят в 2013 г., когда в практику государственного управления на региональном уровне повсеместно был внедрен так называемый «Инвестиционный стандарт». Стандарт разработан созданным по инициативе Правительства РФ Агентством стратегических инициатив в сотрудничестве с Общероссийской общественной организацией «Деловая Россия» на базе лучших российских и международных практик взаимодействия региональных органов власти с предпринимателями. Однако зачастую формальное внедрение всех 15 разделов инвестиционного стандарта существенного притока инвестиций в большинство регионов не принесло. Во многих промышленных регионах, где функционируют предприятия черной металлургии (например, в Кемеровской, Свердловской, Челябинской областях) в 2014 – 2016 гг. наблюдался отрицательный инвестиционный тренд, а последующий рост, начиная с 2017 г., был обусловлен преодолением кризисных процессов в экономике и формированием благоприятной конъюнктуры на сырьевых рынках. Основной недостаток «Инвестиционного стандарта» заключался в том, что он не отвечал целям устойчивого развития, сформулированным ООН, поскольку не содержал в себе никаких ограничений для инвесторов в области экологии.

Решение о начале нового инвестиционного цикла в России принято с некоторым опозданием, поскольку в мире уже сформирована парадигма развития, базирующаяся на таких понятиях, как корпоративная нефинансовая отчетность, ESG-рейтинги, оценка инвестиционной привлекательности компаний аналитиками и инвесторами в контексте соблюдения ESG-принципов [25]. В России реальный сектор и инвесторы (прежде всего институциональные) находятся в начале этого пути. По результатам исследования аналитического агентства «Эксперт-РА» многие представители бизнеса не воспринимают серьезно необходимость реализации ESG-принципов в своей деятельности.

Черная металлургия – одна из базовых отраслей национальной экономики. Помимо лидерства в мировом производстве стали – в 2018 г. по объему производства стали Россия занимала шестое место в мире (Китай – 1 место, Индия – 2 место, Япония – 3 место, США – 4 место, Южная Корея – 5 место) [26], металлургическая продукция составляет значительную долю в общем объеме российского экспорта. По данным Федеральной таможенной службы экспорт чер-

Этапы институционализации ESG-принципов в Российской Федерации

Table 2. Stages of institutionalization of ESG principles in the Russian Federation

Год	Наименование нормативного правового акта	Комментарии
2020	О национальных целях развития Российской Федерации до 2030 г.: Указ Президента РФ от 21 июля 2020 г. № 474	Предусмотрено снижение выбросов опасных загрязняющих веществ, оказывающих наибольшее негативное воздействие на окружающую среду и здоровье человека, в два раза
2020	О сокращении выбросов парниковых газов: Указ Президента РФ от 04.11.2020 г. № 666	Сформулирован ряд задач, в числе которых обеспечить к 2030 г. сокращение выбросов парниковых газов до 70 % относительно уровня 1990 г.
2020	Об утверждении Энергетической стратегии Российской Федерации на период до 2035 г.: Распоряжение Правительства РФ от 09.06.2020 г. № 1523-р	В качестве целей и приоритетов развития обозначены уменьшение негативного воздействия отраслей топливно-энергетического комплекса на окружающую среду и адаптация их к изменениям климата. Отмечено, что для металлургических предприятий рисками развития выступает высокая углеродоемкость металлургической продукции, с учетом международной экологической повестки
2020	О рекомендациях по реализации принципов ответственного инвестирования: Информационное письмо Банка России от 15.07.2020 г. № ИН-06-28/111	Раскрыто содержание семи принципов ответственного инвестирования и определены подходы к их реализации
2020	О координирующей роли Минэкономразвития России по вопросам развития инвестиционной деятельности и привлечения внебюджетных средств в проекты устойчивого (в том числе зеленого) развития: Распоряжение Правительства РФ от 18.11.2020 г. № 3024-р	За Минэкономразвития России закреплена координирующая роль по вопросам развития инвестиционной деятельности и привлечения внебюджетных средств в проекты устойчивого (в том числе зеленого) развития в РФ
2020	О создании межведомственной рабочей группы по вопросам развития инвестиционной деятельности и привлечению внебюджетных средств в проекты устойчивого (в том числе зеленого) развития: Приказ Минэкономразвития России от 18.12.2020 г. № 838	Принято решение о создании межведомственной рабочей группы по вопросам развития инвестиционной деятельности и привлечения внебюджетных средств в проекты устойчивого (в том числе зеленого) развития
2021	О мерах по реализации государственной научно-технической политики в области экологического развития РФ и климатических изменений: Указ Президента РФ от 08.02.2021 г. № 76	Обоснована необходимость принятия Федеральной научно-технической программы в области экологического развития РФ и климатических изменений на 2021 – 2030 гг., предусматривающая создание наукоемких технологических решений, направленных на следующее: – обеспечение экологической безопасности, улучшение состояния окружающей среды; – изучение климата, механизмов адаптации к климатическим изменениям и их последствиям; – обеспечение устойчивого и сбалансированного социально-экономического развития РФ с низким уровнем выбросов парниковых газов
2021	Об утверждении методических рекомендаций и показателей по вопросам адаптации к изменениям климата: Приказ Минэкономразвития России от 13.05.2021 г. № 267	Утверждены Методические рекомендации по оценке климатических рисков; Методические рекомендации по ранжированию адаптационных мероприятий по степени их приоритетности; Методические рекомендации по формированию отраслевых, региональных и корпоративных планов адаптации к изменениям климата

Т а б л и ц а 2 (Продолжение)
Table 2 (Continuation)

Год	Наименование нормативного правового акта	Комментарии
2021	Перечень поручений по итогам Петербургского международного экономического форума (утв. Президентом РФ 26.06.2021 г. № Пр-1096)	Правительству РФ: п. 1 з) разработать план мероприятий по снижению уровня углеродоемкости российской экономики; и) обеспечить возможность реализации начиная с 1 июля 2022 г. на территории РФ климатических проектов по сокращению (предотвращению) выбросов парниковых газов и (или) увеличению поглощения парниковых газов
2021	О федеральном государственном экологическом контроле (надзоре): Постановление Правительства РФ от 30.06.2021 г. № 1096	Установлено, что реализация полномочий, предусмотренных постановлением, осуществляется Федеральной службой по надзору в сфере природопользования
2021	Об ограничении выбросов парниковых газов: федеральный закон от 02.07.2021 г. № 296-ФЗ	Установлен перечень парниковых газов, в отношении которых уполномоченным федеральным органом исполнительной власти осуществляется государственный учет выбросов и ведение кадастра парниковых газов. Законодательно установлены понятия: климатический проект, реестр углеродных единиц, обращение и зачет углеродных единиц
2021	О рекомендациях по раскрытию публичными акционерными обществами нефинансовой информации, связанной с деятельностью таких обществ: Информационное письмо Банка России от 12.07.2021 г. № ИН-06-28/49	Определены состав существенной нефинансовой раскрываемой информации о воздействии Общества на окружающую среду (в том числе на климат), социальную сферу (в том числе на соблюдение прав человека) и экономику; принципы раскрытия нефинансовой информации; подходы к определению существенной нефинансовой информации для заинтересованных сторон
2021	Об утверждении целей и основных направлений устойчивого (в том числе зеленого) развития РФ: Распоряжение Правительства РФ от 14.07.2021 г. № 1912-р	Определены критерии зеленых проектов по направлениям: обращение с отходами; энергетика; строительство; промышленность (в том числе для производства стали); транспорт и промышленная техника; водоснабжение и водоотведение; природные ландшафты, реки, водоемы и биоразнообразие; сельское хозяйство. Определены требования к системе верификации проектов (в том числе зеленого) развития в РФ и порядок включения юридических лиц в перечень верификаторов
2021	Об утверждении Концепции по развитию производства и использования электрического автомобильного транспорта в РФ на период до 2030 г.: Распоряжение Правительства РФ от 23.08.2021 г. № 2290-р	Определены ключевые целевые показатели первого (2021 – 2024 гг.) и второго (2025 – 2030 гг.) этапов реализации Концепции: к 2030 г. – обеспечить производство электротранспортных средств в количестве не менее 10 % общего объема производимых транспортных средств; запуск в эксплуатацию не менее 81,4 тыс. штук зарядных станций, из которых не менее 30,9 тыс. штук – быстрые зарядные станции
2021	Об утверждении критериев проектов устойчивого (в том числе зеленого) развития в Российской Федерации и требований к системе верификации проектов устойчивого (в том числе зеленого) развития в Российской Федерации: Постановление Правительства РФ от 21.09.2021 г. № 1587	Критериями «зеленых» проектов при производстве стали являются соответствие показателям ресурсной и энергетической эффективности согласно информационно-техническому справочнику по наилучшим доступным технологиям (ИТС 26 – 2017) «Производство чугуна, стали и ферросплавов»; углеродоемкость: углеродистая сталь – менее 0,283 т CO ₂ e/т продукции, высоколегированная сталь – менее 0,352 т CO ₂ e/т продукции. Дополнительные критерии для модернизируемых (реконструируемых) производственных объектов (соответствие одному или более критериям), в том числе снижение фактических выбросов, сбросов загрязняющих веществ на 10 % и более; повышение ресурсной и энергетической эффективности на 10 % и более. Дополнительные критерии для вновь строящихся производственных объектов, в том числе утилизация энергетических ценных технологических газов (коксовых, доменных, конвертерных и ферросплавных) технологического процесса; применение перспективных технологий, в том числе использование водородного топлива при производстве чугуна; технология улавливания и хранения парниковых газов (CO ₂) (CCS Carbon Capture & Storage)

Т а б л и ц а 2 (Продолжение)
Table 2 (Continuation)

Год	Наименование нормативного правового акта	Комментарии
2021	Об утверждении стратегии социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 г.: Распоряжение Правительства РФ от 29.10.2021 г. № 3052-р	В перечне показателей реализации стратегии значатся объемы суммарных и секторальных выбросов парниковых газов; объем и эффективность производства энергии; показатели энергетической эффективности в отраслях экономики; показатели, характеризующие углеродную интенсивность экономики; показатели вовлеченности отраслей и государственных структур в реализацию Стратегии; объем и удельная эффективность инвестиций в снижение выбросов парниковых газов и увеличение поглощающей способности. При инерционном сценарии реализации стратегии объем нетто-выбросов к 2050 г. по сравнению с 2019 г. вырастет на 25,4 %, при целевом – сократится на 60,2 %
2021	О рекомендациях по учету советом директоров публичного акционерного общества ESG-факторов, а также вопросов устойчивого развития: Информационное письмо Банка России от 16.12.2021 г. № ИН-06-28/96	С учетом распространения ответственного инвестирования, основанного на учете ESG-факторов, а также рисков и возможностей, которые указанные факторы создают для объектов инвестиций, ориентация деятельности общества на долгосрочную перспективу является базовой идеей в применении концепции создания долгосрочной стоимости
2021	Основные направления развития финансового рынка Российской Федерации на 2022 г. и период 2023 и 2024 гг. (разработаны Банком России)	Для достижения целей устойчивого развития и ESG-трансформации российского бизнеса необходимо развитие инструментов и инфраструктуры рынка финансирования устойчивого развития и создание условий и возможностей для компаний по ESG-трансформации бизнеса в ответ на запрос инвесторов, трудовых коллективов, иных заинтересованных лиц и внешние вызовы; учет ESG-факторов в регулировании финансового рынка для адаптации рынка к новым видам рисков
2021	Об утверждении Меморандума о финансовой политике государственной корпорации развития «ВЭБ.РФ»: Распоряжение Правительства РФ от 10.08.2021 г. № 2208-р (ред. от 28.12.2021 г.)	Определено, что ВЭБ.РФ не участвует в реализации проектов на территории РФ, не соответствующих требованиям и стандартам в области охраны окружающей среды. ВЭБ.РФ отдает приоритет проектам, учитывающим факторы ESG

ных металлов за январь – декабрь 2021 г. составил 28 880,8 млн долл. США (5,9 % от общего объема российского экспорта).

Вместе с тем, предприятия черной металлургии оказывают негативное воздействие на окружающую среду. К побочным эффектам относятся выбросы в атмосферный воздух различного рода загрязняющих веществ 1 – 4 классов опасности, способствующих созданию парникового эффекта [23; 24]. Металлургический сектор входит в тройку основных отраслей-эмитентов парниковых газов. В 2020 г. его совокупные выбросы составили около 4,5 млрд т в CO₂-эквиваленте². Еще одна проблема – высокая энергоемкость продукции черной металлургии, обусловленная технологическими особенностями ее производства. Несмотря на устойчи-

вую общемировую тенденцию к снижению энергоемкости ВВП, по данным Enerdata¹ (в 2020 г. этот показатель по сравнению с 2000 г. снизился на 25,3 %) (рис. 1) для России его значение превышает аналогичные показатели развитых стран. В 2020 г. энергоемкость ВВП России в 2,24 раза превысила энергоемкость стран OECD и в 2,71 раза стран Евросоюза (рис. 2).

В рамках инициативы по достижению цели сокращения выбросов парниковых газов на 45 % к 2030 г. и достижения их нулевого уровня к 2050 г. в июле 2021 г. Европейской комиссией был представлен проект пакета климатического законодательства, включающий предложения по введению механизма трансграничного углеродного регулирования (*Carbon Border Adjustment Mechanism*, CBAM), который предусматривает продажу специально созданным уполномоченным органом сертификатов на импортируемые в ЕС товары углеродоемкого производства. По мнению экспертов, CBAM затронет, в том числе, экспорт черных металлов и стали. Общая сумма сбора на экспортируемую углеродоемкую продукцию оценивается экспертами в

² Декарбонизация в горно-металлургическом секторе: возможные решения для компаний в СНГ. URL: https://assets.ey.com/content/dam/ey-sites/ey-com/ru_ru/topics/mining-metals/ey-metals-mining-decarbonization-solutions-for-cis-companies.pdf?download (дата обращения: 20.03.2022 г.)

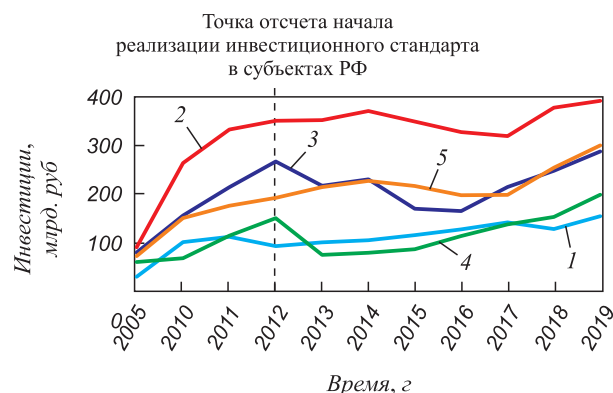


Рис. 1. Инвестиции в основной капитал в промышленных регионах, где функционируют предприятия черной металлургии за 2005 – 2019 гг.³:

1 – Липецкая область; 2 – Свердловская область; 3 – Кемеровская область; 4 – Вологодская область; 5 – Челябинская область

Fig. 1. Investments in fixed assets in industrial regions where ferrous metallurgy enterprises operate in 2005–2019³:

1 – Lipetsk region; 2 – Sverdlovsk region; 3 – Kemerovo region; 4 – Vologda region; 5 – Chelyabinsk region

1,1 – 1,3 млрд евро в год^{3, 4}. А это означает, что введение мер трансграничного углеродного регулирования создаст трудности для российских предприятий-экспортеров металлургической продукции в плане обеспечения ее доступа на европейский рынок. Аналогичная ситуация может возникнуть с введением подобных механизмов трансграничного регулирования другими странами-импортерами.

Выводы

Анализ содержания международных документов, принятых под эгидой ООН, показал, что процесс институционализации ESG-принципов продолжается уже 74 года. В настоящее время в мире формируется новый тренд, направленный на декарбонизацию экономики. Для России, экономика которой ориентирована на использование традиционных преимуществ в энергосырьевом секторе, это обстоятельство обуславливает высокие риски потери устойчивости развития. Активное продвижение климатической политики многими странами мира, в том числе, странами ЕС, послужило импульсом, начиная с 2020 г., к разработке и принятию документов, направленных на институционализацию ESG-принципов в России. Черная металлургия – одна из базовых отраслей национальной экономики, продукция которой характеризуется высокой углеродно- и энергоемкостью. Введение в перспективе трансграничного

³ Регионы России. Социально-экономические показатели–2020. Стат. Сборник. URL: https://gks.ru/bgd/regl/b20_14p/Main.htm (дата обращения: 10.02.2022 г.).

⁴ Углеродный налог в ЕС. URL: <https://www2.deloitte.com/content/dam/Deloitte/ru/Documents/tax/lt-in-focus/russian/2021/20-07-2021.pdf> (дата обращения: 09.03.2022 г.).

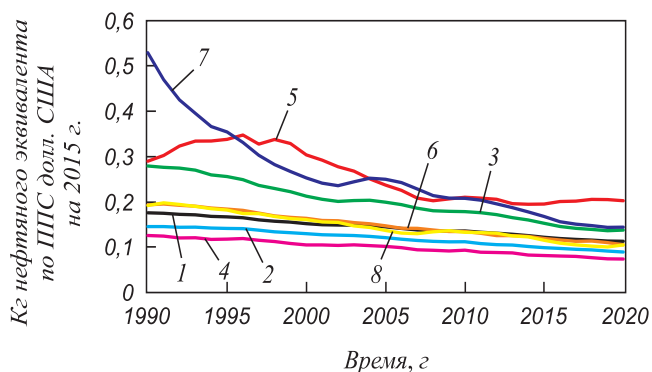


Рис. 2. Энергоемкость ВВП России и некоторых стран мира, входящих в блоки BRICS, OECD, European Union за 1990 – 2020 гг. (кг нефтяного эквивалента /по ППС долл. США на 2015 г.)¹:

1 – Мир; 2 – ОЭСР; 3 – БРИКС; 4 – ЕС; 5 – Россия; 6 – США; 7 – Китай; 8 – Индия

Fig. 2. Energy intensity of the GDP of Russia and some countries of the world included in the BRICS, OECD, European Union blocks for 1990 – 2020 (kg of oil equivalent /PPP USD for 2015):

1 – World; 2 – OECD; 3 – BRICS; 4 – EU; 5 – Russia; 6 – USA; 7 – China; 8 – India

углеродного сбора со стороны стран-импортеров может повлечь за собой потерю сложившихся рынков сбыта, снижение доходности активов предприятий черной металлургии, потерю устойчивости развития. Менеджмент стремится внедрять инновационные решения в традиционные технологии, обеспечивая высокую эффективность производства в сочетании с ответственным отношением к окружающей среде. Например, замещение кокса природным газом в доменных печах на ПАО «Северсталь» (г. Череповец) не только позволило достичь одного из самых низких уровней себестоимости чугуна и жидкой стали, но и за счет восстановления части железа водородом сократить выбросы парниковых газов на 128 тыс. т.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Friede G., Busch T., Bassen A. ESG and financial performance: Aggregated evidence from more than 2000 empirical studies. *Journal of Sustainable Finance & Investment*. 2015;5(4): 210–233. <http://dx.doi.org/10.1080/20430795.2015.1118917>
2. Hoepner A.G.F., Oikonomou I., Sautner Z., Starks L.T., Zhou X. ESG shareholder engagement and downside risk. AFA 2018 Paper. *European Corporate Governance Institute – Finance*. 2021:671/2020. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.2874252>
3. Amel-Zadeh A., Serafeim G. Why and how investors use ESG information: Evidence from a global survey. *Financial Analysts Journal*. 2018;74(3):87–103. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.2925310>
4. Starks L.T., Venkat P., Zhu Q. Corporate ESG Profiles and Investor Horizons. 2017:53. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.3049943>
5. Cornell B., Damodaran A. *Valuing ESG: Doing Good or Sounding Good?* NYU Stern School of Business; 2020:53. <http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.3557432>

6. Demers E., Hendrikse J., Joos P., Lev B.I. ESG didn't immunize stocks during the COVID-19 crisis, but investments in intangible assets did. *Journal of Business Finance & Accounting*. 2021;48:433–462.
<http://dx.doi.org/10.1111/jbfa.12523>
7. Serafeim G. ESG: Hyperboles and reality. *Harvard Business School Research Paper Series*. 2021:22-031.
<https://ssrn.com/abstract=3966695>
8. Krueger Ph., Sautner Z., Tang D. Y., Zhong R. The effects of mandatory ESG disclosure around the world. *European Corporate Governance Institute – Finance*. 2021:754/2021.
<http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.3832745>
9. Berg F., Kölbel J., Rigobon R. *Aggregate Confusion: The Divergence of ESG Ratings*. 2019:48.
<http://dx.doi.org/10.2139/ssrn.3438533>
10. Kotsantonis S., Serafeim G. Four things no one will tell you about ESG data. *Journal of Applied Corporate Finance*. 2019;31(2):50–58. Available at URL: <https://ssrn.com/abstract=3420297>
11. Lin B., Xu M. Good subsidies or bad subsidies? Evidence from low-carbon transition in China's metallurgical industry. *Energy Economics*. 2019;83:52–60.
<https://doi.org/10.1016/j.eneco.2019.06.015>
12. Lin B., Xu M. Exploring the green total factor productivity of China's metallurgical industry under carbon tax: A perspective on factor substitution. *Journal of Cleaner Production*. 2019;233:1322–1333.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.06.137>
13. Du Zh., Lin B. Analysis of carbon emissions reduction of China's metallurgical industry. *Journal of Cleaner Production*. 2018;176:1177–1184.
<https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.11.178>
14. Пискулова Н.А., Костюнина Г.М., Абрамова А.В. *Климатическая политика основных торговых партнеров России и ее влияние на экспорт ряда российских регионов*. Москва: Всемирный фонд дикой природы (WWF); 2013:223.
Piskulova N.A., Kostyunina G.M., Abramova A.V. *Climate Policy of Russia's Main Trading Partners and its Impact on Exports of a Number of Russian Regions*. Moscow: Vsemirnyi fond dikoi prirody (WWF); 2013:223. (In Russ.).
15. Соболева О.В., Стешенко А.С. ESG-факторы как новый механизм активизации ответственного инвестирования и достижения целей устойчивого развития. В кн.: *Устойчивое развитие: вызовы и возможности. Сб. статей Санкт-Петербургского государственного экономического университета*. 2020:246–255.
Soboleva O.V., Steshenko A.S. ESG-factors as a new mechanism for activating responsible investment and achieving sustainable development goals. In: *Sustainable Development: Challenges and Opportunities. Collection of articles of St. Petersburg State University of Economics*. 2020:246–255. (In Russ.).
16. Иватанова Н.П., Стоянова И.А. ESG-инвестирование – новый подход к устойчивому развитию арктических регионов России. *Известия Тульского государственного университета. Науки о Земле*. 2021;(4):610–619.
Ivatanova N.P., Stoyanova I.A. ESG-investing – a new approach to the sustainable development of the Arctic regions of Russia. *Izvestiya Tul'skogo gosudarstvennogo universiteta. Nauki o Zemle*. 2021;(4):610–619. (In Russ.).
17. Терентьев Н.Е. Зеленая экономика и ESG в условиях пандемии COVID-19: некоторые вызовы развития. *Ученые записки Международного банковского института*. 2021;3(37):86–102.
Terent'ev N.E. Green economy and ESG in the context of the COVID-19 pandemic: Some development challenges. *Uchenye zapiski Mezhdunarodnogo bankovskogo instituta*. 2021;3(37):86–102. (In Russ.).
18. Луконин С.А., Аносов Б.А. Китай: декарбонизация экономики и следование принципам ESG. *Федерализм*. 2021;26(3(103)):192–205.
<https://doi.org/10.21686/2073-1051-2021-3-192-205>
Lukonin S.A., Anosov B.A. China: Decarbonising the economy and adhering to the ESG principles. *Federalizm*. 2021; 26(3(103)):192–205. (In Russ.).
<https://doi.org/10.21686/2073-1051-2021-3-192-205>
19. Соколова Н.А., Теймуров Э.С. Соотношение целей устойчивого развития и ESG-принципов. *Вестник Университета имени О.Е. Кутафина (МГЮА)*. 2021;12(88): 171–183.
Sokolova N.A., Teimurov E.S. Correlation of sustainable development goals and ESG-principles. *Vestnik Universiteta imeni O.E. Kutafina (MGYuA)*. 2021;12(88):171–183. (In Russ.).
20. Овечкин Д.В. Ответственные инвестиции: влияние ESG-рейтинга на рентабельность фирм и ожидаемую доходность на фондовом рынке. *Научный журнал НИУ ИТМО. Серия: Экономика и экологический менеджмент*. 2021;(1): 43–53. <https://doi.org/10.17586/2310-1172-2021-14-1-43-53>
Ovechkin D.V. Responsible investments: Impact of ESG rating on firms' profitability and expected return on the stock market. *Scientific journal NRU ITMO. Series "Economics and Environmental Management"*. 2021;(1):43–53. (In Russ.). <https://doi.org/10.17586/2310-1172-2021-14-1-43-53>
21. Стрельников Е.В. Особенности инвестирования в ESG-инструменты, российский и европейский опыт. *Вопросы региональной экономики*. 2021;4(49):239–245.
Strel'nikov E.V. Features of investing in ESG tools, Russian and European experience. *Voprosy regional'noi ekonomiki*. 2021;4(49):239–245. (In Russ.).
22. Батаева Б.С., Кокурина А.Д., Карпов Н.А. Влияние раскрытия ESG-показателей на финансовые результаты российских публичных компаний. *Управленец*. 2021;12(6): 20–32. <https://doi.org/10.29141/2218-5003-2021-12-6-2>
Bataeva B.S., Kokurina A.D., Karpov N.A. The impact of ESG reporting on the financial performance of Russian public companies. *Upravlenets (The Manager)*. 2021;12(6):20–32. (In Russ.). <https://doi.org/10.29141/2218-5003-2021-12-6-2>
23. Глушакова О.В., Черникова О.П. Влияние предприятий черной металлургии на качество атмосферного воздуха как экологической составляющей устойчивого развития территорий. Сообщение 1. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2021;64(4):292–301.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-4-292-301>
Glushakova O.V., Chernikova O.P. Influence of ferrous metallurgy enterprises on atmospheric air quality as an ecological component of territories sustainable development. Report 1. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(4): 292–301. (In Russ.).
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-4-292-301>

24. Глушакова О.В., Черникова О.П. Влияние предприятий черной металлургии на качество атмосферного воздуха как экологической составляющей устойчивого развития территорий. Сообщение 2. *Известия вузов. Черная металлургия*. 2021;64(8):561–571.
<https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-561-571>
Glushakova O.V., Chernikova O.P. Influence of ferrous metallurgy enterprises on atmospheric air quality as an ecological component of territories sustainable development. Report 2. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(8):561–571. (In Russ.). <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-8-561-571>
25. Довбий И.П., Кобылякова В.В., Минкин А.А. Методологические аспекты имплементации ESG-факторов в новый инвестиционный цикл регионов. *Вестник Челябинского государственного университета*.

2021;(10(456)):77–86.

<https://doi.org/10.47475/1994-2796-2021-11008>

Dovbii I.P., Kobylyakova V.V., Minkin A.A. Methodological aspects of the implementation of ESG factors in the new investment cycle of regions. *Vestnik Chelyabinskogo gosudarstvennogo universiteta*. 2021;(10(456)):77–86. (In Russ.). <https://doi.org/10.47475/1994-2796-2021-11008>

26. Чернобровин В.П. Черная металлургия России в динамике (1970 – 2018 гг.). *Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Металлургия*. 2020;20(1):7–17.

Chernobrovin V.P. Ferrous metallurgy of Russia in dynamics (1970 – 2018). *Vestnik Yuzhno-Ural'skogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Metallurgiya*. 2020;20(1):7–17. (In Russ.).

Сведения об авторах

Information about the Authors

Ольга Владимировна Глушакова, д.э.н., доцент, профессор кафедры экономики, учета и финансов, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-9268-415X

E-mail: trinity@ktk.company

Оксана Петровна Черникова, к.э.н., доцент, заведующий кафедрой экономики, учета и финансов, Сибирский государственный индустриальный университет

ORCID: 0000-0002-5410-6623

E-mail: chernikovaop@yandex.ru

Olga V. Glushakova, Dr. Sci. (Economics), Assist. Prof., Prof. of the Chair of Economics, Accounting and Finance, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-9268-415X

E-mail: trinity@ktk.company

Oksana P. Chernikova, Cand. Sci. (Economics), Assist. Prof., Head of the Chair of Economics, Accounting and Finance, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0002-5410-6623

E-mail: chernikovaop@yandex.ru

Вклад авторов

Contribution of the Authors

О. В. Глушакова – формирование концепции работы, анализ результатов, написание статьи.

О. П. Черникова – обзор литературы, написание статьи.

O. V. Glushakova – formation of the concept, analysis of the results, writing the text.

O. P. Chernikova – literature review, writing the text.

Поступила в редакцию 14.04.2022

После доработки 16.05.2022

Принята к публикации 16.12.2022

Received 14.04.2022

Revised 16.05.2022

Accepted 16.12.2022

НАУКОМЕТРИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ЖУРНАЛА

В 2017 году международная база данных Scopus возобновила индексирование журнала «Известия ВУЗов. Черная металлургия». На инфографике отражены текущие показатели.

Данные предоставлены сайтами <https://www.scopus.com>, <https://www.scimagojr.com> и <https://www.scival.com>



ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ



Над номером работали:

Л.И. Леонтьев, главный редактор

Е.В. Протопопов, заместитель главного редактора

Е.А. Ивани, заместитель главного редактора

Л.П. Бащенко, заместитель ответственного секретаря

Е.Ю. Потапова, заместитель главного редактора по развитию

О.А. Долицкая, научный редактор

Е.М. Запольская, ведущий редактор

А.О. Гашникова, ведущий редактор

В.В. Расенец, верстка, иллюстрации

Г.Ю. Острогорская, менеджер по работе с клиентами

Подписано в печать 25.04.2023. Формат 60×90 ¹/₈. Бум. офсетная № 1.
Печать цифровая. Усл. печ. л. 16,5. Заказ 17169. Цена свободная.

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС.
119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1.
Тел./факс: (499) 236-76-17



Prospects and directions of digital transformation in foundry

Microstructure and elemental analysis of iron-based powder composite materials

Development of shear deformation in lath martensite of medium alloy steels under tension

Mechanical and acoustic properties of deformable alloys

Features of formation of austenite grains in 12 % Cr heat-resistant ferritic-martensitic steels

Structural organization and properties of surface layers of WC-Co hard alloys after pulsed laser processing

Influence of laser spot size on structure and properties of high-temperature CompoNIAL-M5-3 alloy produced by selective laser melting

Multilayer amorphous-crystalline high-entropy metal films

Electron beam additive manufacturing of composite alloy from stainless steel and aluminum bronze: Microstructure and mechanical properties

Deoxidation capacity of aluminum in ferromanganese carbon-containing melts

Hydrometallurgical refining of metallurgical silicon

Occurrence of characteristic defects of grinding balls from rejects of continuously cast billets of rail steel

Errors of non-contact temperature measurement

Data generation for digital simulators of metallurgical process operators

Information-modeling system for prediction of the composition and properties of final slag in a blast furnace in real time

Institutionalization of ESG-principles at the international level and in the Russian Federation, their impact on ferrous metallurgy enterprises. Part 1



**Зарегистрирован Федеральной службой
по надзору в сфере связи, информационных
технологий и массовых коммуникаций.
Свидетельство о регистрации
ПИ № ФС77-35456.**

Подписной индекс 70383.

