

ИЗВЕСТИЯ высших учебных заведений ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY

2023 Tom 66 Nº 5

fermet.misis.ru

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

Увеличение усталостной прочности сталей высокопрочных марок

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Условия сохранения горячего наклепа в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации

Формирование градиента структурно-фазовых состояний быстрорежущей стали при наплавке. Часть 1. Решение задачи Стефана с двумя подвижными границами

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Влияние борного ангидрида на вязкость шлаков электроплавки металлизованного сидеритового концентрата



ISSN 0368-0797 eISSN 2410-2091

ИЗВЕСТИЯ высших учебных заведений ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ

Научно-технический журнал Издается с января 1958 г. Выпускается 6 раз в год

2023 Tom 66 Nº 5

IZVESTIYA FERROUS METALLURGY

Scientific and Technical Journal Published since January 1958. Issued 6 times a year

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:



Главный редактор:

Леопольд Игоревич Леонтьев, академик РАН, советник, Президиум РАН; д.т.н., профессор, НИТУ «МИСИС»; главный научный сотрудник, Институт металлургии УрО РАН

Россия, 119049, Москва, Ленинский просп., д. 4, стр. 1, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Заместитель главного редактора:

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

Издатель:

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Адреса подразделений редакций:

в Москве

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

в Новокузнецке

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

В. П. Мешалкин, академик РАН, д.т.н., профессор, РХТУ

им. Д.И. Менделеева, г. Москва

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

А. А. Бродов, к.экон.н., ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», г. Москва

Е. П. Волынкина, 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. Громов, 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, 000 «Линн Хай Терм», Германия

В. И. Лысак, академик РАН, д.т.н., профессор, ВолгГТУ, г. Волгоград

В соответствии п. 5 Правил формирования перечня ВАК журнал «Известия вузов. Черная металлургия» входит в перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, публикация в которых учитывается при защитах кандидатских и докторских диссертаций как индексируемый в МБД. 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. Нурумгалиев, 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. Пышминдев, 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. Темлянцев, 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

Founders:



Editor-in-Chief:

Leonol'd I. Leont'ev. Academician, Adviser of the Russian Academy of Sciences; Dr. Sci. (Eng.), Prof., NUST "MISIS"; Chief Researcher, Institute of Metallurgy UB RAS, Moscow

4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation National University of Science and Technology "MISIS"

Deputy Editor-in-Chief:

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

Publisher:

National University of Science and Technology "MISIS"

Editorial Office Address:

in Moscow

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@misis.ru

in Novokuznetsk

42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region - Kuzbass 654007, Russian Federation Siberian State Industrial University Tel.: +7 (3843) 74-86-28 E-mail: redjizvz@sibsiu.ru

Editorial Board:

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, Sidney, 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, Chelvabinsk

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

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.

 (\mathbf{i}) (cc)

Articles are available under Creative Commons Attribution 4.0 License.

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, Chelvabinsk

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

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

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

In accordance with paragraph 5 of the Rules for the formation of the Higher Attestation Comission list journal "Izvestiya. Ferrous metallurgy" is included in the list of leading peer-reviewed scientific journals, publication in which is taken into account in the defense of candidate and doctoral dissertations, as indexed in internatonal data bases.

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

of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow

Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5)

Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5)

СОДЕРЖАНИЕ / СОЛТЕЛТЯ

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ

ЭКОЛОГИЯ И РАЦИОНАЛЬНОЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ

Захаро	ова .	M.A.,	Водолеев	A.C.,	Андреева	О.С., До-	
М	нин	К.И.	Экомонит	оринг	санитарно-	защитной	
30	оны	метал.	лургическо	ого пр	едприятия:	снежный	
И	почн	венный	покровы				538

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Горбенко А.Д., Каплан М.А., Конушкин С.В., Наса-
кина Е.О., Баикин А.С., Сергиенко К.В., Иван-
ников А.Ю., Морозова Я.А., Ошкуков С.А., Кол-
маков А.Г., Севостьянов М.А. Влияние серебра и
термической обработки на свойства проволоки из
аустенитной стали 03Х17Н10М2 544
Кругляков А.А., Рогачев С.О., Соколов П.Ю., Приу-
полин Д.В. Условия сохранения горячего наклепа
в штамповой стали с регулируемым аустенитным
превращением при эксплуатации 554
Мильдер О.Б., Тарасов Д.А., Тягунов А.Г., Цепе-
лев В.С., Вьюхин В.В., Левонян А.Л., Аноши-
на О.В. Структурные изменения расплава жаро-
прочного никелевого сплава как фазовый переход
второго рода 564
Пышминцев И.Ю., Битюков С.М., Гусев А.А. Влия-
ние остаточного аустенита на механические свойст-
ва стали с 15 % Cr 571
Буякова С.П., Каюров К.Н., Баранникова С.А. О влия-
нии нагрева на неоднородность деформации биме-
талла углеродистая сталь – нержавеющая сталь 580
Невский С.А., Бащенко Л.П., Перегудов О.А. Фор-
мирование градиента структурно-фазовых состоя-
ний быстрорежущей стали при наплавке. Часть 1.
Решение задачи Стефана с двумя подвижными
границами 587
Гельчинский Б.Р., Ильиных Н.И., Игнатьева Е.В. Об
ограниченной возможности использования $\mathrm{Al_2O_3}$
и Al–Zn для защиты от коррозии в камере соляного
тумана сплавов GdTbDyHoSc и GdTbDyHoY 594

METALLURGICAL TECHNOLOGIES

Kossanova I.M., Kanayev A.T., Tolkynbayev T.A., Jaxym-	
betova M.A., Sarsembaeva T.E. Changes in structure,	
hardness and crack resistance of plasma-strengthened	
steel 65G 51	6
Pavlov V.V., Temlyantsev M.V., Bukhmirov V.V. Increas-	
ing the fatigue strength of high-strength steel grades 52	22

Pavlovets V.M. Development of equipment and technology for pelletizing iron ore charge in production of pellets ... 529

ECOLOGY AND RATIONAL USE OF NATURAL RESOURCES

MATERIALS SCIENCE

Gorbenko A.D., Kaplan M.A., Konushkin S.V., Nasa- kina E.O., Baikin A.S., Sergienko K.V., Ivan- nikov A.Yu., Morozova Ya.A., Oshkukov S.A., Kolmakov A.G., Sevost'yanov M.A. Effect of silver and heat treatment on properties of 03Kh17N10M2
austenitic steel wire
Kruglyakov A.A., Rogachev S.O., Sokolov P.Yu., Priupo-
lin D.V. Preservation conditions of hot work harden- ing in die steel with regulated austenitic transformation
during exploitation 554
Mil'der O.B., Tarasov D.A., Tyagunov A.G., Tsepe- lev V.S., V'yukhin V.V., Levonyan A.L., Anoshi- na O.V. Structural changes in the melt of a heat-resis- tant nickel alloy as phase transition of the second order 564
Pyshmintsev I.Yu., Bityukov S.M., Gusev A.A. Effect of retained austenite on mechanical properties of steel
with 15 % Cr 571
Buyakova S.P., Kayurov K.N., Barannikova S.A. Effect of heat treatment on deformation inhomogeneity of carbon steel/stainless steel bimetal 580
Nevskii S.A., Bashchenko L.P., Peregudov O.A. Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 1. Solving the Stefan prob- lem with two movable boundaries

 Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5) Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5)

СОДЕРЖАНИЕ (продолжение) **СОNTENTS** (Continuation)

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Вусихис А.С., Леонтьев Л.И., Михеенков М.А. Влия-	
ние борного ангидрида на вязкость шлаков электро-	
плавки металлизованного сидеритового концент-	
рата	597
Фомина Д.Д., Пойлов В.З., Галлямов А.Н. Влияние во-	
дорода на восстановление оксида никеля на поверх-	
ности сопловой лопатки газотурбинной установки	604
Большов Л.А., Корнейчук С.К., Большова Э.Л. Вагне-	
ровский параметр взаимодействия азота с кобаль-	
том в жидкой стали	610

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ И АВТОМАТИЗАЦИЯ В ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

ПО МАТЕРИАЛАМ МЕЖДУНАРОДНОЙ КОНФЕРЕНЦИИ «НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ ШКОЛА ДЛЯ МОЛОДЫХ МЕТАЛЛУРГОВ»

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES

INFORMATION TECHNOLOGIES AND AUTOMATIC CONTROL IN FERROUS METALLURGY

BASED ON THE MATERIALS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE "SCIENTIFIC AND PRACTICAL SCHOOL FOR YOUNG METALLURGISTS"

Zayakin O.V., Kel' I.N., Renev D.S., Sychev A.V., Mikhailova L.Yu., Dolmatov A.V. Physicochemical characteristics of new complex niobium-containing alloys 616

 МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ / METALLURGICAL TECHNOLOGIES



УДК 621.791.75 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-516-521



Оригинальная статья Original article

Исследование изменения структуры, показателей твердости и трещиностойкости плазменно-упрочненной стали 65Г

И. М. Косанова¹, А. Т. Канаев¹, Т. А. Толкынбаев²,

М. А. Джаксымбетова², Т. Е. Сарсембаева¹

¹ Казахский агротехнический университет имени Сакена Сейфуллина (Казахстан, 010000, Астана, пр. Женис, 62) ² Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева (Казахстан, 010008, Астана, ул. Сатпаева, 2)

📨 ind_jm@mail.ru

Аннотация. Проведены исследования структуры, показателей твердости и трещиностойкости до и после плазменной обработки стали марки 65Г лемешной части плуга. В результате плазменной обработки получен модифицированный слой с повышенной в 3,6 раза твердостью в интервале 980 – 3558 HV. Металлографические исследования показали, что перлитно-ферритная структура исходного металла вследствие плазменной закалки превращается в игольчатый мартенсит с высокими твердостью и прочностью. Усталостную трещину на образцах создавали на вибраторе Дроздовского. Перед выращиванием усталостной трещины на боковую поверхность образца наносились боковые V-образные надрезы различной глубины. Относительная длина трещины λ изменялась в пределах от 0,27 до 0,65. По результатам испытаний на сжатие установлено небольшое перемещение трещин в закаленных образцах в диапазоне 1,3 – 5,6 мм. Исходные неупрочненные образцы находятся в более хрупком состоянии, чем закаленные, соответственно наблюдается значительное разрушение их в условиях нанесения искусственной трещины. Проведенная оценка образцов стали 65Г на трещиностойкость путем испытания на ударный изгиб с последующим осциллографированием показала, что плазменная закалка способствует торможению увеличения трещины за счет роста ударной вязкости. Таким образом, применение плазменной закалки эффективно при поверхностном упрочнении стали марки 65Г, в частности лемехов плуга, которые постоянно подвергаются механическим воздействиям, трению и износу.

- *Ключевые слова:* сталь, твердость, плазменная обработка, поверхностный слой, микротвердость, оценка трещиностойкости, испытание на ударный изгиб
- Для цитирования: Косанова И.М., Канаев А.Т., Толкынбаев Т.А., Джаксымбетова М.А., Сарсембаева Т.Е. Исследование изменения структуры, показателей твердости и трещиностойкости плазменно-упрочненной стали 65Г. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):516–521. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-516-521

CHANGES IN STRUCTURE, HARDNESS AND CRACK RESISTANCE OF PLASMA-STRENGTHENED STEEL 65G

I. M. Kossanova¹, A. T. Kanayev¹, T. A. Tolkynbayev², M. A. Jaxymbetova², T. E. Sarsembaeva¹

¹ S. Seifullin Kazakh AgroTechnical University (62 Zhenis Ave., Astana 010000, Republic of Kazakhstan) ² L.N. Gumilev Eurasian National University (2 Satpaeva Str., Astana 010008, Republic of Kazakhstan)

💌 ind_jm@mail.ru

Abstract. The present paper describes the research of structure, hardness and crack resistance indicators before and after plasma treatment of 65G steel of a ploughshare part. As a result of plasma treatment, we obtained the modified layer with increased hardness in the range of 980 – 3558 HV with increase in 3.6 times. Metallographic studies showed that pearlitic-ferritic structure of the original metal transforms into needle martensite with high hardness and strength due to plasma hardening. It is recommended to determine the impact toughness by the Drozdowski method, in which a fatigue crack is pre-created on a special vibrator. Also, before the fatigue crack was grown, lateral *V*-shaped notches of different depths were made on the sample lateral surface. The relative crack length, λ , varied from 0.27 to 0.65. According to the results of compression tests, it was found that there was a small movement of cracks in the hardened samples in the range from 1.3 to 5.6 mm. The initial unstrengthened samples are in a more brittle state than the quenched ones, and accordingly, significant fracture is observed in the conditions of artificial cracking. The evaluation of 65G steel samples for crack resistance by impact bending tests with subsequent oscillographing showed that plasma hardening inhibits crack growth

by increasing impact toughness. Thus, the use of plasma hardening is effective in surface hardening of 65G steel, in particular ploughshares which are constantly exposed to mechanical stresses, friction and wear.

Keywords: steel, hardness, plasma treatment, surface layer, microhardness, crack resistance assessment, impact bending test

For citation: Kossanova I.M., Kanayev A.T., Tolkynbayev T.A., Jaxymbetova M.A., Sarsembaeva T.E. Changes in structure, hardness and crack resistance of plasma-strengthened steel 65G. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):516–521. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-516-521

Введение

На сегодняшний день в Казахстане в целях повышения качества машин и агрегатов проводятся исследования прочностных характеристик, полученных при плазменной закалке поверхности тяжело нагруженных деталей. Для улучшения показателей прочности, в частности, твердости, износостойкости и трещиностойкости, целесообразно применять перспективный метод плазменной обработки [1; 2]. Данный способ воздействует на поверхностный слой деталей, не приводя металл к деформациям, и дает возможность получать на поверхности изделия модифицированный слой с высокими прочностными характеристиками. Изменение структуры и свойств поверхностного слоя происходит в условиях сверхвысоких скоростей нагрева и охлаждения (10³ - 10⁵ K/c) и кратковременности воздействия на обрабатываемый материал [3 – 5].

Материал и методика исследований

В качестве объекта исследования выбрана сталь 65Г лемешной части плуга, которая служит для подрезания пласта почвы и постоянно подвергается трению и износу [6; 7].

Вырезку темплетов осуществляли на отрезном станке Labotom-3 фирмы Struers (Швейцария). В процессе резания образец и отрезной диск охлаждались водой со специальным лубрикантом, исключающем окисление [8; 9]. После вырезки образцов соответствующих размеров определен химический состав стали на содержание легирующих элементов с помощью рентгенофлуоресцентного анализатора Niton XL2 (табл. 1).

Плазменное упрочнение проводили на установке плазменной закалки УДГЗ-200. Данная установка основывается на закаливании объектов плазменной дугой косвенного действия, что позволяет разогревать поверхность размером 1 – 2 мм и не приводит к внутренним деформациям деталей [10 – 12].

Поверхность стали исследовали с помощью металлографического микроскопа Carl Zeiss с увеличением 200.

Твердость на поверхности образцов измеряли на твердомере макро Виккерса Wilson VH 1150 при нагрузке на индентор 30 кг.

Испытания на ударный изгиб осуществляли в соответствии с требованиями ГОСТ 9454 – 78 с измерением величины ударной вязкости. Данный метод основан на разрушении образца с концентратором посередине одним ударом маятникового копра. Ударные испытания проводили на маятниковом копре КМ-30. Были изготовлены ударные образцы размером 6,5×11,5×55 мм. Усталостную трещину на образцах создавали на вибраторе Дроздовского. При этом относительная длина трещины λ изменялась в пределах от 0,27 до 0,65 [13 – 15]. Оценку ударной вязкости в условиях гарантированной плоской деформации проводили на образцах с двумя дополнительными боковыми V-образными надрезами, глубина которых составляла 1,0 мм. Оценка ударной вязкости на образцах с боковыми надрезами дает возможность определять уровень удельной работы распространения трещины при разрушении в условиях плоско-деформированного состояния (ПДС) [16-18].

Полученные результаты и их обсуждение

Металлографические исследования показали, что механические свойства (прочность, твердость, трещиностойкость) плазменно-закаленных деталей определяются формой, размерами и ориентацией субзерен (рис. 1).

В результате структурно-фазового исследования установлено, что основной металл состоит из перлитных зерен и феррита. При плазменной закалке они превращаются в игольчатый мартенсит с высокой твердостью и трещиностойкостью [19; 20].

Таблица 1

Результаты спектрального анализа образцов стали 65Г

Table 1. Results of spectral analysis of 65G steel samples

Номер образца	Содержание легирующих элементов, % (по массе)	±2σ		
1	0,840 Mn	0,122 Mn		
2	0,676 Mn	0,113 Mn		
3	0,757 Mn; 0,142 Cu	0,127 Mn; 0,069 Cu		
4	0,640 Mn; 0,104 Cr	0,112 Mn; 0,043 Cr		
5	0,551 Mn	0,102 Mn		
6	0,585 Mn	0,102 Mn		
7	1,03 Mn	0,130 Mn		
8	0,739 Mn; 0,148 Ti	0,116 Mn; 0,064 Ti		
9	0,684 Mn	0,103 Mn		

Таблица 2



Рис. 1. Металлографическая структура стали 65Г после поверхностной плазменной закалки:

а – основной металл; *б* – переходной слой; *в* – закаленный слой

Fig. 1. Metallographic structure of 65G steel after surface plasma hardening: a – base metal; δ – transition layer; s – hardened layer

ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ МАТЕРИАЛОВ

В табл. 2 показаны результаты измерений твердости до и после плазменной обработки образцов стали 65Г.

Представленные данные свидетельствуют о значительном повышении твердости образцов стали 65Г за счет плазменной закалки. На основании трех измерений

Результаты измерений твердости на поверхности образцов стали 65Г

Table 2. Results of hardness measurements on the surface of 65G steel samples

Номер	Наличие плазменной		Среднее		
образца	обработки на участке замера	1	2	3	HV ₃₀
1	Без обработки	484,7	422,7	653,6	520,3
1	С обработкой	1519,7	1780,2	2398,5	1899,5
2	Без обработки	764,6	762,9	698,3	741,9
2	С обработкой	3423,5	2476,8	1931,1	2610,5
2	Без обработки	609,0	640,0	621,0	623,3
5	С обработкой	2348,0	1483,9	1766,8	1866,2
1	Без обработки	553,4	354,4	855,3	587,7
4	С обработкой	3554,3	4589,2	3467,7	3870,4
5	Без обработки	368,5	345,1	368,2	360,6
5	С обработкой	554,1	686,0	900,5	713,5
6	Без обработки	418,6	355,3	344,4	372,8
0	С обработкой	980,8	2418,5	2832,3	2077,2
7	Без обработки	404,5	370,4	361,7	378,9
/	С обработкой	1407,2	960,5	860,7	1076,1
Q	Без обработки	998,3	453,1	1287,9	913,1
0	С обработкой	1133,4	1317,6	2302,8	1584,6

по каждому образцу взято среднее значение твердости до и после закалки. Наблюдается увеличение твердости в среднем в 3,6 раза.

Далее была проведена оценка трещиностойкости плазменно-упрочненной стали путем испытания на ударный изгиб с последующим осциллографированием. Значения ударной вязкости закаленных образцов составили 127, 116, 110, 104, 98, 106, 94 и 102 Дж/см².

На рис. 2 представлены результаты исследований зависимости ударной вязкости от длины трещины. Наблюдается постепенное увеличение ударной вязкости при увеличении трещины-инициатора.

По результатам работ на излом и разрушение рассчитана основная характеристика динамических испытаний – ударная вязкость КСТ.

На рис. 3 показаны результаты оценки ударной вязкости образцов стали 65Г до и после плазменной закалки. Наблюдается динамичный рост КСТ после плазменной закалки, что свидетельствует о том, что она способствует торможению дальнейшего увеличения трещины за счет увеличения КСТ. Таким образом, исходные образцы находятся в более хрупком состоянии, чем закаленные, соответственно, отмечается значи-



Рис. 2. Зависимость ударной вязкости от длины трещины (образцы *1* – *8*)





Рис. 3. Диаграмма динамической трещиностойкости исходных () и закаленных () образцов



тельное разрушение их в условиях плоской деформации [21; 22].

При испытаниях образцов на сжатие наблюдалось перемещение трещин в диапазоне от 1,3 – 5,6 мм при линейной нагрузке до 120 кН (рис. 4, 5).

В результате перемещения трещин видно, что площадь живого сечения образца уменьшилась незначительно и, соответственно, наблюдается рост работы разрушения A_n (рис. 4, 5).

Выводы

Металлографические исследования стали 65Г показали, что при ее поверхностной плазменной закалке в упрочненной зоне толщиной 2 мм формируется градиентно-слоистая структура с изменяющейся твердостью в интервале 980 – 3558 HV. Также наблюдается



Рис. 4. Длина трещин при линейной нагрузке (закаленные образцы *1* – *4*)

Fig. 4. Cracks' length at linear load (hardened samples 1 - 4)



Fig. 5. Cracks' length at linear load (hardened samples 5 - 8)

увеличение микротвердости до 3,6 раз, что является более высоким показателем в сравнение с другими видами закалок, например, электроплазменной, где увеличение твердости было зафиксировано в 2,16 раз.

Результаты исследований ударной вязкости и ударных трещин показали, что упрочнение плазменной дугой препятствует динамичному росту трещин в поверхностном слое.

Таким образом, результаты проведенных исследований подтвердили целесообразность применения закалки плазменной дугой при упрочнении поверхностного слоя тяжело нагруженных деталей, в частности, стали 65Г.

Список литературы / References

 Kossanova I.M., Kanayev A.T., Jaxymbetova M.A., Akhmedyanov A.U., Kirgizbayeva K.Zh. Effect of electrolyticplasma surface treatment on structure, mechanical, and tribological properties of grade 1 wheel steel. *Metallurgist*. 2022;66(7):69–73.

https://doi.org/10.1007/s11015-022-01393-0

2. Korotkov V.A. Influence of plasma quenching on the wear resistance of 45 and 40X steel. *Russian Engineering*

Research. 2016;36(11):916–919. https://doi.org/10.3103/S1068798X16110125

- **3.** Kanayev A.T., Jaxymbetova M.A., Kossanova I.M. Quantitative assessment of the yield stress of ferrite-pearlitic steels by structure parameters. *News of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.* 2021;3(447):65–71. https://doi.org/10.32014/2021.2518-170X.64
- Xiang Y., Yu D., Cao X., Liu Y., Yao J. Effects of thermal plasma surface hardening on wear and damage properties of rail steel. *Journal of Engineering Tribology*. 2017;232(7): 787–796. https://doi.org/10.1177/1350650117729073
- Jaxymbetova M., Kanayev A., Kossanova I., Mazur I., Akhmedyanov A., Kirgizbayeva K. Improvement of the mechanical properties of reinforcing bar steel by combined deformation-heat treatment. *International Review of Mechanical Engineering*. 2022;16(9):460–466.

https://doi.org/10.15866/ireme.v16i9.21521

Токтарбаева Г.М., Алпысбаев С.К., Рахадилов Б.К., Сатбаева З.А., Жапарова М.С. Влияние электролитно-плазменного упрочнения поверхности на структуру и свойства стали 40XH. Вестник ВКГТУ. 2020;87(1):200–205.

Toktarbayeva G.M., Alpysbayev S.K., Rakhadilov B.K., Satbayeva Z.K., Zhaparova M.S. Effect of electrolyte-plasma surface hardening on the structure and properties of 40KhN steel. *Vestnik VKGTU*. 2020;87(1):200–205. (In Russ.).

- Petrov S.V., Saakov A.G. Technology and equipment for plasma surface hardening of heavy-duty parts. *Materials and Manufacturing Processes*. 2017;17(3)363–378. https://doi.org/10.1081/AMP-120005382
- Korotkov V.A., Ananyev S.A., Shekurov A.V. Investigation of the effect of the cooling rate on the structure and mechanical properties of metal in plasma quenching. *Welding International*. 2014;28(2):140–142.

https://doi.org/10.1080/09507116.2013.796665

9. Q'Donnelly B.E., Reuben R.L., Baker T.N. Quantitative assessment of strengthening parameters in ferrite-pearlite steels from microstructural measurements. *Metals Technology*. 2013;11(1):45–51.

https://doi.org/10.1179/030716984803274837

- Ramazanova Zh.M., Kirgizbayeva K.Zh., Akhmedyanov A.U., Jaxymbetova M.A. Influence of the process of microplasma treatment in electrolyte solutions on the oxide coating properties. *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*. 2018;9(12):709–721.
- **11.** Yong X., Yu D., Li Q., Huabei P., Xiuquan C., Jin Ya. Effects of thermal plasma jet heat flux characteristics on surface hardening. *Journal of Materials Processing Technology*. 2015;226(12):238–246.

https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.07.022

12. Bespalova A., Lebedev V., Florenkova O., Knysh A. Increasing efficiency of plasma hardening by local cooling of surface by air with negative temperature. *Eastern-European*

Journal of Enterprise Technologies. 2019;4(12):52–57. https://doi.org/10.15587/1729-4061.2019.176825

- 13. Yan M.F., Chen B.F., Li B. Microstructure and mechanical properties from an attractive combination of plasma nitriding and secondary hardening of M50 steel. *Applied Surface Science*. 2018;455:1–7. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.04.213
- Esfandiari M., Dong H. Plasma surface engineering of precipitation hardening stainless steels. *Surface Engineering*. 2006;22(2):86–92. https://doi.org/10.1179/174329406X98368
- **15.** Martynov V., Brzhozovsky B., Zinina E., Yankin I., Susskiy A. Fluctuations in the process plant as a quality assessment criterion of low-temperature plasma hardening process. *Procedia Engineering*. 2017;176:451–460. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.02.344
- 16. Semboshi S., Iwase A., Takasugi T. Surface hardening of age-hardenable Cu–Ti alloy by plasma carburization. Surface and Coatings Technology. 2015;283:262–267. https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.11.003
- Lebrun J.P. Plasma-assisted processes for surface hardening of stainless steel. *Thermochemical Surface Engineering of Steels*. 2015;6(16):615–632. https://doi.org/10.1533/9780857096524.4.615
- Околович Г.А., Шарикова Т.Г., Петрова Е.В. Повышение долговечности инструмента в условиях взаимного влияния износа и усталости стали. Ползуновский вестник. 2015;(2):33–36.

Okolovich G.A., Sharikova T.G., Petrova E.V. Increasing durability of the tool under mutual influence of wear and fatigue of steel. *Polzunovskii vestnik*. 2015;(2):33–36. (In Russ.).

19. Расщупкин В.П., Акимов В.В. Усталостная прочность и износостойкость высокомарганцовистой стали. Омский научный Вестник. 2006;35(2):78–80.

Rasshupkin V.P., Akimov V.V. Fatigue strength and wear resistance of high manganese steel. *Omskii nauchnyi Vestnik*. 2006;35(2):78–80. (In Russ.).

- Mohd I., Zahari T. Surface hardening of tool steel by plasma arc with multiple passes. *International Journal of Technology*. 2014;5(1):79–87. https://doi.org/10.14716/ijtech.v5i1.156
- 21. Zhao K., Yan G., Li J., Guo W., Gu J., Li Ch. The resistance to wear and thermal cracking of laser surface engineered P20 steel. *Metallic Materials*. 2023;13(1):97–105. https://doi.org/10.3390/coatings13010097
- 22. Medina L., Marcus V.T., Paschalidou M., Lindwall G., Riekehr L. Enhancing corrosion resistance, hardness, and crack resistance in magnetron sputtered high entropy CoCrFeMnNi coatings by adding carbon. *Materials and Design*. 2021; 205:109–121. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109711

Сведения об авторах

Индира Муратовна Косанова, магистр, докторант, Казахский агротехнический университет имени Сакена Сейфуллина ORCID: 0000-0002-9092-8982 E-mail: ind_jm@mail.ru

Information about the Authors

Indira M. Kossanova, Master Student, Doctoral, S. Seifullin Kazakh AgroTechnical University *ORCID:* 0000-0002-9092-8982 *E-mail:* ind_jm@mail.ru Амангельды Токешович Канаев, д.т.н., профессор кафедры стандартизации, метрологии и сертификации, Казахский агротехнический университет имени Сакена Сейфуллина ORCID: 0000-0002-2530-038X E-mail: aman-kanaev2012@yandex.ru

Темирхан Анапияевич Толкынбаев, д.т.н., профессор, Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева ORCID: 0000-0002-8549-3064 *E-mail:* temtol1961@mail.ru

Макпал Адликановна Джаксымбетова, старший преподаватель, Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева ORCID: 0000-0002-3345-4071 *E-mail:* dzhaksymbetov@list.ru

Толкын Ержановна Сарсембаева, к.т.н., старший преподаватель, Казахский агротехнический университет имени Сакена Сейфуллина ORCID: 0000-0002-7674-313X *E-mail:* tolkyn-adil@mail.ru *Amangel'dy T. Kanayev*, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair of Standardization, Metrology and Certification, S. Seifullin Kazakh AgroTechnical University *ORCID*: 0000-0002-2530-038X

E-mail: aman-kanaev2012@yandex.ru

Temirkhan A. Tolkynbayev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., L.N. Gumilyov Eurasian National University *ORCID:* 0000-0002-8549-3064 *E-mail:* temtol1961@mail.ru

Makpal A. Jaxymbetova, Senior Lecturer, L.N. Gumilyov Eurasian National University ORCID: 0000-0002-3345-4071 E-mail: dzhaksymbetov@list.ru

Tolkyn E. Sarsembaeva, *PhD, Senior Lecturer*, S. Seifullin Kazakh Agrotechnical University *ORCID*: 0000-0002-7674-313X *E-mail*: tolkyn-adil@mail.ru

Вклад авторов 🖌	Contribution of the Authors
-----------------	-----------------------------

И. М. Косанова – оценка трещиностойкости плазменно-упрочненной стали, статистическая обработка полученных данных. *А. Т. Канаев* – постановка задачи, анализ результатов исследований, формулировка выводов.

Т. А. Толкынбаев – комплексное металлографическое и электронно-микроскопическое исследование.

М. А. Джаксымбетова – измерение твердости стали, табличное и графическое представление результатов.

Т. Е. Сарсембаева – описание результатов, формулировка выводов, критический анализ литературы.

I. M. Kossanova – assessment of crack resistance of plasma-hardened steel, statistical processing of the obtained data.

A. T. Kanayev – statement the problem, analysis of the research results, formulation of the conclusions.

T. A. Tolkynbayev – complex metallographic and electron microscopic testing.

M. A. Jaxymbetova – measurement of steel hardness, tabular and graphical representation of the results.

T. E. Sarsembaeva – description of the results, formulation of the conclusions, critical literary analysis.

Поступила в редакцию 16.04.2023 Recei После доработки 28.07.2023 Revi Принята к публикации 04.09.2023 Ассер

Received 16.04.2023 Revised 28.07.2023 Accepted 04.09.2023 МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ / METALLURGICAL TECHNOLOGIES



УДК 691.714 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-522-528



Оригинальная статья Original article

УВЕЛИЧЕНИЕ УСТАЛОСТНОЙ ПРОЧНОСТИ СТАЛЕЙ ВЫСОКОПРОЧНЫХ МАРОК

В. В. Павлов¹, М. В. Темлянцев², В. В. Бухмиров³

¹ Сибирская горно-металлургическая компания (Россия, 654041, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кутузова, 37а)

² Сибирский государственный индустриальный университет (Россия, 654007, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Кирова, 42)

³ Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина (Россия, 153003, Иваново, ул. Рабфаковская, 34)

📨 uchebn_otdel@sibsiu.ru

Аннотация. Рассматривается вопрос увеличения усталостной прочности сталей высокопрочных марок. По результатам экспериментальных измерений предела усталостной прочности (σ_1) стали пружинных марок проведен анализ влияния временного сопротивления, отношения предела текучести при сдвиге и предела усталостной прочности. Установлено отсутствие статистической связи предела усталостной прочности и временного сопротивления ($\sigma_{-1} \neq f(\sigma_s)$). Отношение τ_r/σ_{-1} есть коэффициент концентрации напряжений (ККН), который находится в тесной связи с временным сопротивлением стали. Из проведенного теоретического анализа следует, что при наличии в стали неметаллических включений (HB) одного морфологического типа и одинаковых размеров связь ККН с прочностными свойствами стали функциональна. Разброс фактических его значений связан с наличием в металле НВ различных морфологических типов и размеров. Каждый морфологический тип НВ характеризуется соответственными физико-механическими свойствами (модулем упругости, пределом прочности и различным ККН). Коэффициент концентрации напряжений возрастает как с ростом прочности стали, так и с увеличением диаметра (толщины) НВ. Установлено, что интенсивность (скорость) повышения ККН зависит от размера НВ и от модуля упругости E_{нр} (соотношение массовых долей оксидов SiO₂ и Al₂O₃ в HB). Средняя интенсивность изменения ККН, полученная путем обработки экспериментальных данных, соответствует аналогичным показателям для HB: 13 % SiO₂; 87 % Al₂O₃ (толщиной 4,0 мкм); 20 % SiO₂, 80 % Al₂O₃ (толщиной 5,0 мкм); 25 % SiO₂; 75 % Al₂O₃ (толщиной 7,0 мкм). По полученным связям примерно указаны размеры HB и их морфология, позволяющие повышать усталостные свойства сталей пружинных марок в диапазоне временного сопротивления от 1200 до 2000 МПа. Для повышения ресурса усталостной прочности стали (особенно в высокопрочном состоянии) рекомендовано использовать технологию безалюминиевого раскисления металла при выплавке. При этом обеспечивается благоприятная морфология HB с ККН не более 1,0. Формирование мелкозернистой структуры стали после термической обработки получают при отсутствии алюминия при раскислении, небольшими добавками ванадия, ниобия или титана.

Ключевые слова: прочностные свойства стали, предел текучести, коэффициент концентрации напряжений, неметаллические включения, предел усталостной прочности

Для цитирования: Павлов В.В., Темлянцев М.В., Бухмиров В.В. Увеличение усталостной прочности сталей высокопрочных марок. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):522–528. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-522-528

INCREASING THE FATIGUE STRENGTH OF HIGH-STRENGTH STEEL GRADES

V. V. Pavlov¹, M. V. Temlyantsev², V. V. Bukhmirov³

¹ Siberian Mining and Metallurgical Company (37a Kutuzova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)

² Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)
 ³ Ivanovo State Power University named after V.I. Lenin (34 Rabfakovskaya Str., Ivanovo 153003, Russian Federation)

uchebn_otdel@sibsiu.ru

Abstract. The paper considers the issue of increasing the fatigue strength of high-strength steel grades. Based on the results of experimental measurements of the fatigue strength limit (σ_{-1}) of spring steel grades, we analyzed the effect of tensile strength, ratio of the yield strength during shear and the fatigue strength limit. The absence of statistical relationship between fatigue strength limit and tensile strength ($\sigma_{-1} \neq f(\sigma_{u})$) was established. The ratio

 $\tau_{l}'\sigma_{-1}$ is the stress concentration coefficient (SCC), which is closely related to the tensile strength of steel. From the theoretical analysis, it follows that in the presence of the same morphological type and size of non-metallic inclusions (NMI) in steel, relationship of SCC with the strength properties of steel is functional. Spread of its actual values is associated with the presence of various morphological types and sizes of NMI in the metal. Each morphological type of NMI is characterized by corresponding physical and mechanical properties (modulus of elasticity, tensile strength and various SCC). SCC increases both with an increase in the strength of steel and with an increase in diameter (thickness) of NMI. It was established that the intensity (rate) of the increase in SCC depends on the size and elastic modulus E_{MNI} of NMI (ratio of mass fractions of SiO₂ and Al₂O₃ oxides in NMI). The average intensity of the change in SCC obtained by processing experimental data corresponds to similar indicators for NMI: 13 % SiO₂; 87 % Al₂O₃ (4.0 µm thick); 20 % SiO₂, 80 % Al₂O₃ (5.0 µm thick); 25 % SiO₂; 75 % Al₂O₃ (7.0 µm thick). According to the obtained connections, dimensions of NMI and their morphology are approximately indicated, which make it possible to increase the fatigue properties of spring steels grades in the tensile strength range from 1200 to 2000 MPa. To increase the fatigue life of steel (especially in high-strength condition), it is recommended to use the technology of aluminum-free metal deoxidation during smelting. At the same time, a favorable morphology of NMI with SCC less than 1.0 is provided. Formation of a fine-grained structure of steel after heat treatment is obtained in the absence of aluminum during deoxidation with small additives of vanadium, niobium or titanium.

Keywords: strength properties of steel, yield strength, stress concentration coefficient, non-metallic inclusions, fatigue strength

For citation: Pavlov V.V., Temlyantsev M.V., Bukhmirov V.V. Increasing the fatigue strength of high-strength steel grades. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):522-528. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-522-528

Введение

Усталостная прочность является одной из важнейших характеристик металлов и сплавов, предопределяющей перспективность их применения в качестве конструкционных материалов в различных отраслях промышленности и экономики [1; 2]. Стали остаются наиболее распространенными конструкционными металлическими сплавами, применяются для производства широкого сортамента металлоизделий и конструкций, в том числе, ответственного назначения. Для сталей рельсовых и рессоро-пружинных марок, работающих в условиях интенсивных знакопеременных нагрузок [3; 4], усталостная прочность имеет решающее значение и предопределяет срок службы металлоизделий [5; 6]. Характерно, что усталостная прочность зависит не только от химического и фазового составов стали, ее структурного состояния [7; 8], размеров, морфологии неметаллических включений, но и от условий эксплуатации металлоизделий [9; 10]. В частности, одним из способов влияния на усталостную прочность является деформационное упрочнение [11-13]. В связи с этим увеличение усталостной прочности сталей является актуальной научно-практической задачей современного материаловедения [14].

Методика исследования

Известно, что зависимость $\sigma_{-1} = 0.5\sigma_{\rm B}$ (где σ_{-1} и $\sigma_{\rm B}$ – предел усталостной прочности и временное сопротивление) справедлива для стали с временным сопротивлением не более 900 МПа [15; 16], при дальнейшем увеличении прочности фактические значения предела усталостной прочности имеют значительные отклонения от расчетных [17; 18] (рис. 1). В настоящей работе с применением методов регрессионного анализа проведено исследование зависимости предела усталостной прочности от временного сопротивления пружинной стали. Фактические значения временного сопротивления ($\sigma_{\rm B}$) и предела усталостной прочности (σ_{-1}) взяты из работ [19 – 23] (см. таблицу).

Статистическая регрессионная модель $\sigma_{-1} = 0.028\sigma_{\rm B} + 566,4$ неадекватна. Критерий Фишера равен 0,206, что меньше значимой величины (0,657), коэффициент корреляции имеет низкое значение (0,120).

Результаты регрессионного анализа свидетельствуют об отсутствии связи между функцией и параметром. Характерно, что с ростом временного сопротивления стали увеличивается отклонение фактических результатов от расчетных.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что изменится фактор, зависящий от временного сопротивления металлической матрицы (ММ), влияющий на снижение ее усталостной прочности. Изделия из стали проектируют с учетом ее усталостной прочности, соответственно, в таких условиях не удается в полной мере реализовать имеющийся прочностной потенциал (высокий уровень σ_t и $\sigma_{\rm B}$) для снижения металлоем-кости металлических конструкций.

В работах [18; 24] показано, что при нагружении системы неметаллическое включение – металлическая матрица (HB – MM) внешними силовыми воздействиями на границе их раздела в MM возникает напря-



Рис. 1. Зависимость предела усталостной прочности от временного сопротивления пружинной стали: *I* − σ_{−1} = 0,5σ_в (**□**, теория); *2* − σ_{−1} = 0,028σ_в + 566,4 (**●**, факт)

Fig. 1. Dependence of fatigue strength limit on tensile strength of spring steel: $I - \sigma_{-1} = 0.5\sigma_{w}$ (\Box , theory); $2 - \sigma_{-1} = 0.028\sigma_{w} + 566.4$ (\odot , fact)

m /	r				
IV	еханические	своиствя	стя пеи	пружинны	k Manok
T.4.1	icaunn iceane	CDUICIDa	crasten	mpymmmbiz	i mapon

Сталь марки	Термическая обработка	Источник	$σ_t$, ΜΠα	$\sigma_{_{\rm B}}, M \Pi a$	σ _{_1} , МПа	E^* , ГПа	
60Г	закалка 800 °С, отпуск 380 °С	[20]	1180	1370	529	204	
65Γ	н.д.		1220 1280 1440	1470 1420 1690	578 647 725	215	
55C2	закалка 880 °С, отпуск 400 – 460 °С	[19]	1050 1300 1690	1200 1400 1710	598 720 769	196	
60C2	закалка 860 °C, масло, отпуск 400 – 550 °C н.д.	[19]	н.д. 1370	1380 1580	490 421	212	
60C2A	изотерм. закалка, выдержка 330 °C, 1 ч, отпуск 300 °C закалка масло, отпуск 420 °C закалка масло, отпуск 400 °C	[21]	н.д.	1680 1810 1900	686 637 500	212	
50ХФА	закалка 850 °C, масло, отпуск 175 °C закалка 860 °C, масло, отпуск 500 °C	[20] [21]	1590 1430	1630 1570	666 725	218	
60C2XA	закалка масло, отпуск 400 °C изотерм. закалка, выдержка 290 °C изотерм. закалка, выдержка 290 °C, отпуск 325 °C	[21]	1830 1720 1430	1980 1950 1920	540 568 578	196	
60С2ХФА	закалка масло, отпуск 415 °C изотерм. закалка, выдержка 290 °C изотерм. закалка, выдержка 290 °C, отпуск 325 °C	[21]	1810 1780 н.д.	1900 1960 1920	549 588 613	191	
Примечание. [*] – данные из работы [23].							

Mechanical properties of spring steel grades

жение сдвига, при этом HB, являясь концентраторами напряжений, могут многократно усиливать влияние этих воздействий.

При достижении уровня напряжений равного или более предела текучести при сдвиге (т) в локальных областях НВ – ММ активизируются источники Франкс-Рида [16 – 18], вызывая локальную пластическую деформацию металла. Увеличение плотности дислокаций в этих областях приводит к появлению зародышевых трещин, которые при дальнейшем развитии достигают критических величин и вызывают разрушение материала.

Уровень возникающих напряжений сдвига оценивается следующим выражением [18; 24]:

$$\tau = \sigma_{\rm H} \frac{E_{\rm HB}}{E_{\rm MM}} \frac{d}{l_{\rm c}},\tag{1}$$

где т – касательные напряжения сдвига; $\sigma_{\rm H}$ – внешнее растягивающее напряжение; $E_{\rm HB}$ и $E_{\rm MM}$ – модуль упругости HB и MM; d – диаметр (толщина) HB; $l_{\rm c}$ – сумма максимальных длин зоны возникновения напряжений сдвига в MM на границе с HB.

Отсюда следует, что множитель $\frac{E_{\rm HB}}{E_{\rm MM}} \frac{d}{l_c}$ является коэффициентом концентрации напряжений (ККН). Для предела усталостной прочности можно записать следующее: $\sigma_{-1} = \frac{\tau_t}{KKH}$ или ККН $= \frac{\tau_t}{\sigma_{-1}}$.

При воздействии на систему HB – MM напряжений сжатия на их границе возникают напряжения сдвига,

но их величина на порядок меньше, чем при растяжении [18], и поэтому в дальнейшем фигурируют только растягивающие усилия.

Между пределом текучести и временным сопротивлением сталей пружинных марок наблюдается тесная статистическая связь (рис. 2). Последняя описывается выражением $\sigma_T = 1,08\sigma_{\rm B} - 312$ со следующими статистическими параметрами регрессионной модели: стандартная ошибка 104,5 МПа; коэффициент коррекции 0,94; критерий Фишера 100,86 при уровне значимости 9·10⁻⁸. Зависимости предела прочности, предела текучести при сдвиге от временного сопротивления стали получены из условия $\tau = 0,7 - 0,75\sigma_T$.

Поделив величину т на σ_T при соответствующих значениях $\sigma_{\rm B}$, получим статистическую модель зависимости ККН от прочности стали (рис. 3).

Модель имеет вид

$$KKH = 0,00167\sigma_{\rm p} - 1,04 \tag{2}$$

со следующими статистическими параметрами: коэффициент корреляции 0,70; стандартная ошибка 0,31; критерий Фишера 15,98 при уровне значимости 0,00093.

Таким образом, ККН имеет достаточно тесную статистическую связь с временным сопротивлением стали (чем выше ее прочные свойства, тем больше ККН).

Для определенных толщин HB (*d*) и их морфологии можно записать [18]



Рис. 2. Зависимости $\sigma_T = f(\sigma_{\rm B}); \tau_{\rm B} = f\sigma_{\rm B}; \tau_T = f\sigma_{\rm B}$ для сталей пружинных марок

Fig. 2. Dependences $\sigma_T = f(\sigma_u)$; $\tau_u = f\sigma_u$; $\tau_T = f\sigma_u$ for spring steel grades

$$KKH = \frac{E_{HB}}{E_{MM}} \frac{d}{l_c} = 2 \frac{E_{HB}}{E_{MM}} \frac{\tau_{\scriptscriptstyle B}^{\rm MM}}{\sigma_{\scriptscriptstyle B}^{\rm HB}},$$
(3)

где $\tau_{_B}^{MM}$ и $\sigma_{_B}^{HB}$ – пределы прочности MM при сдвиге и HB при растяжении.

Результаты и их обсуждение

Из проведенного теоретического анализа следует, что при наличии в стали HB одного морфологического типа и одинаковых размеров связь ККН с прочностными свойствами стали функциональна, а разброс фактических его значений (рис. 3) связан с наличием в металле HB различных морфологических типов и размеров. Морфология эндогенных HB, образующихся при раскислении стали, зависит от соотношения растворенного в ней кислорода и алюминия [25 – 27]. При этом от соотношения в HB базовых оксидов SiO₂ и Al₂O₃ их физические свойства могут варьироваться в широких пределах (от алюмосиликатов пластичных, хрупких, глобулей недеформируемых при прокатке до



Рис. 3. Зависимость ККН от временного сопротивления стали

Fig. 3. Dependence of SCC on tensile strength of steel

выделений чистого глинозема) [28]. Каждый морфологический тип HB характеризуется соответствующими физико-механическими свойствами (модулем упругости ($E_{\rm HB}$), пределом прочности ($\sigma_{\rm B}^{\rm HB}$) и, соответственно, различным ККН).

На рис. 4 показаны расчетные зависимости ККН от временного сопротивления стали для трех возможных базовых составов НВ, %, и размеров 4,0, 5,8 и 7,0 мкм:



Рис. 4. Расчетные зависимости ККН от временного сопротивления стали для алюмосиликатных HB с разными концентрациями в них оксидов SiO₂ и Al₂O₃: $a - 10 \% SiO_2, 90 \% Al_2O_3, E = 350$ ГПа; $\delta - 25 \% SiO_2, 75 \% Al_2O_3, E = 320$ ГПа; $e - 80 \% SiO_2, 20 \% Al_2O_3, E = 100$ ГПа; сплошные линии – расчетные значения; штриховая линия – экспериментальные значения; цифрами обозначена толщина (диаметр) HB (мкм)

Fig. 4. Calculated dependences of SCC on tensile strength of steel for aluminosilicate NMI with different concentrations of SiO₂ and Al₂O₃ oxides in them: $a - 10 \% SiO_2, 90 \% Al_2O_3, E = 350$ hPA; $\delta - 25 \% SiO_2, 75 \% Al_2O_3, E = 320$ hPA; $e - 80 \% SiO_2, 20 \% Al_2O_3, E = 100$ hPA; solid lines – calculated values; dashed line – experimental values; numbers indicate thickness (diameter) of NMI (µm)



Рис. 5. Зависимость скорости (интенсивности) увеличения ККН от соотношения в НВ массовых долей оксидов SiO, и Al₂O₃

Fig. 5. Dependence of the rate	(intensity) of increase in SCC
on the ratio of mass fractions of	SiO ₂ and Al ₂ O ₃ oxides in NMI

Группа	SiO_2	Al_2O_3	E, ГПа
1	10	90	350
2	25	75	320
3	80	20	100

Алюмосиликаты групп 1 и 2 относятся к высокомодульным HB, модуль их упругости превышает аналогичный показатель MM (среднего значения – 205 ГПа, см. таблицу), соответственно, алюмосиликаты группы 3 относятся к низкомодульным.

Коэффициент концентрации напряжений возрастает как с ростом прочности стали, так и с увеличением диаметра (толщины) НВ. Интенсивность (скорость) повышения ККН зависит от размера НВ и от модуля упругости $E_{\rm HB}$ (соотношение массовых долей оксидов SiO₂ и Al₂O₃ в НВ) (рис. 5). Следует отметить, что средняя интенсивность изменения ККН, полученная путем обработки экспериментальных данных по уравнению (2), соответствует аналогичным показателям для HB: 13 % SiO₂; 87 % Al₂O₃ (толщиной 4,0 мкм); 20 % SiO₂, 80 % Al₂O₃ (толщиной 5,0 мкм); 25 % SiO₂; 75 % Al₂O₃ (толщиной 7,0 мкм).

Для примера рассмотрим случай выплавки и раскисления сталей пружинных марок (см. таблицу) по технологии, приводящей к образованию высокомодульных НВ различного морфологического типа, существенно влияющих на показатели усталости. Для увеличения предела усталостной прочности стали необходимо обеспечить формирование НВ с модулем упругости, который не превышает модуль упругости MM ($E_{\rm HB} \le E_{\rm MM}$), и толщиной (d) не более l_c .

Согласно работе [18], это достигается при формировании в стали HB, содержащих не менее 60-65 % SiO₂, а суммарное количество высокомодульных окси-



Рис. 6. Зависимость предельного диаметра HB (60 - 65 % SiO₂; 35 - 40 % Al₂O₃) от временного сопротивления стали при $d/l_c = 1$

Fig. 6. Dependence of the limit diameter of NMI ($60 - 65 \% \text{ SiO}_2$; 35 - 40 % Al₂O₃) on tensile strength of steel at $d/l_c = 1$

дов Al_2O_3 , MgO – не более 35 – 40 %. Полученные HB такого состава пластичны при температуре нагрева металла под прокатку и относительно легко деформируются, образуя нити незначительного диаметра. Например, при прокатке рельсов в ее головке формируются алюмосиликатные HB диаметром 4,0 – 6,0 мкм при средней длине 40 – 50 мкм. Расчетный предельный диаметр (толщина) для HB указанного выше химического состава и различных уровней временного сопротивления MM показан на рис. 6.

Таким образом, при толщине HB не более 8,5 мкм $d/l_c \leq 1, E_{\rm HB}/E_{\rm MM} \approx 1,0$ [18] и ККН не превышает 1,0 даже для прочности MM 2000 МПа. Следует установить предел усталостной прочности рассматриваемой стали, равный или более предела текучести MM при сдвиге.

Выводы

Для повышения ресурса усталостной прочности стали (особенно в высокопрочном состоянии) необходимо использовать технологию безалюминиевого раскисления металла при выплавке. При этом обеспечивается благоприятная морфология HB с ККН не более 1,0. Мелкозернистую структуру стали после термической обработки получают при отсутствии алюминия при раскислении небольшими добавками ванадия, ниобия или титана.

Список литературы / References

- 1. Suresh S. *Fatigue of metals*. Cambridge University Press; 2006:701.
- 2. Nicholas T. High Cycle Fatigue: A Mechanics of Materials Perspective. Elsevier; 2006:656.
- **3.** Ishida M. Rolling contact fatigue (RCF) defects of rails in Japanese railways and its mitigation strategies. *Electronic*

Journal of Structural Engineering. 2013;13(1):67–74. https://doi.org/10.56748/ejse.131621

- 4. Zhong W., Hu J.J., Shen P., Wang C.Y., Lius Q.Y. Experimental investigation between rolling contact fatigue and Wear of high-speed and heavy-haul railway and selection of rail material. *Wear*. 2011;271(9-10):2485–2493.
- 5. Seo J.-W., Jun H.-K., Kwon S.-J., etc. Rolling contact fatigue and wear of two different rail steels under rolling-sliding contact. *International Journal of Fatigue*. 2016;83:184–194.
- Kim D., Quagliato L., Park D., Kim N. Lifetime prediction of linear slide rails based on surface abrasion and rolling contact fatigue-induced damage. *Wear*. 2019;420-421:184–194. https://doi.org/10.1016/j.wear.2018.10.015
- Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Vorobiev S.V., Konovalov S.V. Fatigue of Steels Modified by High Intensity Electron. Cambridge; 2015:272.
- Yakovleva T.Yu., Matokhnyuk L.E. Prediction of fatigue characteristics of metals at different loading frequences. *Strength of Materials*. 2004;36(4):442–448. https://doi.org/10.1023/B:STOM.0000041545.08426.7d
- Marines-Garcia I., Bin X., Bathias C. An understanding of very high cycle fatigue of metals. *International Journal of Fatigue*. 2003;25(9-11):1101–1107. http://doi.org/10.1016/S0142-1123(03)00147-6
- **10.** Mylnikov V.V., Shetulov D.I., Chernyshev E.A. On evaluation of durability criteria in carbon steels. *Metals Technology*. 2010;(2):19–22.
- Zhao Y., Tan Y., Ji X., Xiang Z., He Y., Xiang S. In situ study of cementite deformation and its fracture mechanism in pearlitic steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2018;731: 93–101. http://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.114
- Song R., Ponge D., Raabe D. Mechanical properties of an ultrafine grained C–Mn steel processed by warm deformation and annealing. *Acta Materialia*. 2005;53(18):4881–4792. http://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.07.009
- Calcagnotto M., Adachi Y., Ponge D., Raabe D. Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging. *Acta Materialia*. 2011;59(2):658–670. http://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.10.002
- 14. Kumar B.R., Raabe D. Tensile deformation characteristics of bulk ultrafine-grained austenitic stainless steel produced by thermal cycling. *Scripta Materialia*. 2012; 66(9):634–637.

https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.01.052

15. Павлов В.В., Темлянцев М.В., Трошкина А.В. О связи усталостных показателей с прочностными свойствами стали и роли неметаллических включений. Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2020;(2):44–50. Pavlov V.V., Temlyantsev M.V., Troshkina A.V. On relationship of fatigue parameters with strength properties of steel and the role of non-metallic inclusions. *Problemy chernoi metallurgii i materialovedeniya*. 2020;(2):44–50. (In Russ.).

- 16. Евстратова Н.Н., Компанеец В.Г., Сухарникова В.А. *Материаловедение*. Ростов-на-Дону: Феникс; 2006:269.
- **17.** Ардамасова Б.Н., Мухина Г.Г. *Материаловедение*. Москва: Изд. МГТУ им. Баумана; 2008:48.
- Павлов В.В. Неметаллические включения, усталость, дефекты контактной усталости. Новокузнецк: ИЦ СибГИУ; 2021:144.
- **19.** Марочник сталей и спалов / Под общ. ред. А.С. Зубченко. Москва: Машиностроение; 2003:784.
- 20. Металловедение и термическая обработка стали и чугунов. В 3-х томах. Т. 1. Методы испытаний и исследования / Под общ. ред. А.Г. Рахштадта, Л.М. Капуткиной, С.Д. Прокошкина, А.В. Супова. Москва: Интермет Инжиниринг; 2004:688.
- Металловедение и термическая обработка стали и чугунов. В 3-х томах. Т. 3. Термическая и термомеханическая обработка стали и чугунов / Под общ. ред. А.Г. Рахштадта, Л.М. Капуткиной, С.Д. Прокошкина, А.В. Супова. Москва: Интермет Инжиниринг; 2007:920.
- **22.** Арзамасов Б., Соловьева Т.В., Герасимов С.А. Справочник по конструкционным материалам. Москва: МГТУ им. Баумана; 2005:640.
- **23.** Сорокин В.Г. и др. *Стали и сплавы. Марочник*. Москва: Интермет инжиниринг; 2001:608.
- 24. Павлов В.В., Корнева Л.В. Взаимодействие системы «металлическая матрица – неметаллическое включение» в рельсовой стали. В кн.: Научные доклады «Улучшение качества и условий эксплуатации рельсов и рельсовых скреплений». Екатеринбург; 2010:133–148.
- **25.** Губенко С.И. Неметаллические включения и прочность сталей. Донецк: АРТ-ПРЕСС; 2015:468.
- 26. Павлов В.В. Безалюминевое раскисление стали. В кн.: Сб. научных докладов «Улучшение качества и условий эксплуатации рельсов и рельсовых скреплений». Санкт-Петербург; 2015:231–240.
- 27. Павлов В.В., Корнева Л.В. Разработка методики оценки склонности рельсовой стали к образованию дефектов контактно-усталостного происхождения. В кн.: Сб. научных докладов «Улучшение качества и условий эксплуатации рельсов и рельсовых скреплений». Екатеринбург; 2011:117–137.
- **28.** Jiang M., Wang X., Chen B., Wang W. Laboratory study on evolution mechanisms of non-metallic inclusions in high strength alloyed steel refined by high basicity slag. *ISIJ International*. 2010;50(1):95–104.

https://doi.org/10.2355/isijinternational.50.95

Сведения об авторах

Information about the Authors

Вячеслав Владимирович Павлов, заместитель директора по техническим вопросам, Сибирская горно-металлургическая компания

Михаил Викторович Темлянцев, д.т.н., профессор, проректор по учебной работе, Сибирский государственный индустриальный университет *ORCID:* 0000-0001-7985-5666 *E-mail:* uchebn_otdel@sibsiu.ru *Vyacheslav V. Pavlov, Deputy Technical Director, Siberian Mining and Metallurgical Company*

Mikhail V. Temlyantsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Vice-Rector for Educational Work, Siberian State Industrial University ORCID: 0000-0001-7985-5666 E-mail: uchebn_otdel@sibsiu.ru Вячеслав Викторович Бухмиров, д.т.н., профессор, профессор кафедры «Теоретические основы теплотехники», Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина *E-mail:* buhmirov@tot.ispu.ru *Vyacheslav V. Bukhmirov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., of the Chair of Theoretical Foundations of Thermal Engineering,* Ivanovo State Power University named after V.I. Lenin *E-mail:* buhmirov@tot.ispu.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
В. В. Павлов – создание идеи статьи, проведение теоретических исследований, анализ и научное обоснование полученных данных, формулировка выводов. М. В. Темлянцев – анализ актуальности исследований проблемы, систематизация сведений и данных в проблемной области.	 V. V. Pavlov – formation of the article idea, conducting theoretical research, analysis and scientific substantiation of the data obtained, formulation of conclusions. M. V. Temlyantsev – analysis of the relevance of research on the problem, systematization of information and data in the problem area.
<i>В. В. Бухмиров</i> – проработка содержания разделов, подбор библиографического списка.	<i>V. V. Bukhmirov</i> – elaboration of the content of sections, selection of references.
Поступила в редакцию 30.03.2023 После доработки 03.04.2023 Принята к публикации 10.05.2023	Received 30.03.2023 Revised 03.04.2023 Accepted 10.05.2023

МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ МЕTALLURGICAL TECHNOLOGIES



УДК 669.162.12:622 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-529-537



Оригинальная статья Original article

Особенности развития техники и технологии окомкования железорудной шихты в производстве окатышей

В. М. Павловец 📟

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

🖂 pawlowets.victor@yandex.ru

- Аннотация. Новые возможности процесса окомкования в производстве окатышей позволяют улучшить производственные показатели. Принципы принудительного зародышеобразования в технике окомкования расширяют его технологические возможности. Технические показатели новой технологии производства окатышей и физические параметры влажных окатышей позволяют повысить металлургические свойства окускованного сырья. Представленные технические схемы отражают производственные возможности принудительного зародышеобразования в процессах формирования напыленного слоя (НС) шихты и его деления различными техническими устройствами. Конструктивные особенности и технологические режимы разработанных технических схем реализованы на типичном тарельчатом окомкователе. Опытные данные, полученные при реализации разработанных технологических схем, позволяют изменять относительные величины прочности, массы и влажности окатышей в ходе окомкования железорудной шихты. Эти параметры можно регулировать в ходе загрузки шихты, ее напыления на шихтовый гарнисаж окомкователя, деления напыленного слоя шихты на зародыши и доокомкования зародышей с формированием оболочки окатышей. Оценка указанных технологических схем привела к выбору наиболее эффективных решений, основанных на теплосиловом напылении влажной шихты с учетом процесса ее налипания, материалоемкости и сложности конструктивного оформления оборудования. Для практического использования рекомендована комбинированная технологическая схема получения окатышей по технологии принудительного зародышеобразования на основе формирования НС одиночной воздушношихтовой струей, содержащей упрочняющие добавки, на предварительно профилированный гарнисаж и деления НС на зародыши коническим барабаном, снабженным металлической струной. В конце технологического цикла производства окатышей в центральной зародышевой части окатышей формируется повышенная пористость с высокой долей открытых пор. Окатыши обладают пониженной влажностью $(\Theta_w = 0.97)$ и благоприятной поровой структурой. В прогнозе они требуют меньших энергозатрат на их последующую термообработку. Технология позволяет выпускать окатыши необходимой и максимальной прочности размером 12-16 мм с более высокой производительностью. В ходе экспериментов установлено, что технология предварительного зародышеобразования обладает высокой надежностью и универсальностью, легко внедряется в действующее производство.
- *Ключевые слова:* железорудное сырье, техника и технология окомкования, окускованное металлургическое сырье, железорудные окатыши, теплосиловое напыление влажной шихты, принудительное зародышеобразование
- Для цитирования: Павловец В.М. Особенности развития техники и технологии окомкования железорудной шихты в производстве окатышей. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):529–537. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-529-537

DEVELOPMENT OF EQUIPMENT AND TECHNOLOGY FOR PELLETIZING IRON ORE CHARGE IN PRODUCTION OF PELLETS

V. M. Pavlovets 🖻

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

pawlowets.victor@yandex.ru

Abstract. New possibilities of pelletizing process in pellet production can improve the production performance. The principles of induced nucleation in the pelletizing technique expand its technological capabilities. The technical indicators of the new pellet production technology and the physical parameters of wet pellets make it possible to increase the metallurgical properties of agglomerated raw materials. The presented technical diagrams reflect the production capabilities of induced nucleation in the processes of forming a sprayed layer (SL) of the charge and its division by various technical devices. The design features and technological modes of the developed technical schemes are implemented on a typical disc pelletizer. Experimental data obtained during implementation of the developed technological schemes make it possible to change the relative values of strength, mass and moisture content of the pelletizer, dividing the sprayed layer of the charge into nuclei and further pelletizing of the nuclei to form a pellet shell. An assessment of these technological schemes led to selection of the most effective solutions based on thermal power spraying of wet

charge, taking into account its adhesion, material consumption and complexity of the equipment design. For practical use, we recommend a combined technological scheme for the production of pellets using the induced nucleation technology on the basis of SL formation of a single air-charge jet (ACJ) containing strengthening additives, on a pre-profiled skull and dividing the SL into nuclei by a conical drum equipped with a metal string. At the end of the technological cycle of pellet production, increased porosity with a high proportion of open pores is formed in the central embryonic part of the pellets. The pellets have a low moisture content ($\Theta_W = 0.97$) and a favorable pore structure. In the forecast, they require less energy consumption for their subsequent heat treatment. The technology makes it possible to produce pellets with the required and maximum strength ($\Theta_{\Pi} \ge 1.0$) 12 – 16 mm in size with higher productivity ($\Theta_M = 0.68$). In the course of experiments, it was found that the technology of preliminary nucleation has high reliability and versatility, and it can be easily introduced into the existing production.

Keywords: iron ore raw materials, equipment and technology of pelletizing, agglomerated metallurgical raw materials, iron ore pellets, thermal power spraying of wet charge, induced nucleation

For citation: Pavlovets V.M. Development of equipment and technology for pelletizing iron ore charge in production of pellets. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):529–537. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-529-537

Введение

Окомкование железорудной шихты в производстве окатышей является начальной стадией окускования железорудного сырья, которое позволяет осуществить формообразование влажной сыпучей массы, ее первичное структурообразование и упрочнение [1; 2]. Задачей окомкования является получение округлой формы у окатышей и формирование максимально возможной прочности, позволяющей выполнять последующие транспортные и термические операции с окатышами без разупрочнения. Процесс формообразования влажной шихты в производстве окатышей начинается с зародышеобразования и заканчивается доокомкованием зародышей. В традиционной технологии производства окатышей воздействовать на процесс зародышеобразования существующими техническими средствами без привлечения вспомогательных физических полей достаточно трудно [3]. В последнее время предлагается расширить функциональные возможности участка окомкования с помощью теплосилового напыления влажной шихты на гарнисаж окомкователя, придав ему дополнительные формо- и структурообразующие функции в производстве окатышей [4; 5]. Данная технология принудительного зародышеобразования напылением и доокомкованием (ЗНД) зародышей позволяет существенно изменить процессы зародышеобразования и окомкования железорудной шихты. Она обладает широким набором инструментария для воздействия на структурные свойства окатышей и производственные параметры окомкователя [4-6]. Согласно этой технологии, на первом этапе получения сырых окатышей в холостой зоне вращающегося тарельчатого окомкователя проводят формирование плотного напыленного слоя (НС) шихты воздушношихтовой струей (ВШС). Для получения зародышевой массы в этой же зоне окомкователя НС механически делят на прочные зародыши, имеющие форму, близкую к сферокубу или сферопараллелепипеду. На последующем этапе формообразования в рабочей зоне окомкователя, занятой комкуемыми материалами, у зародышей сминаются углы, грани и формируется округлая форма. Одновременно с этим происходит доокомкование зародышей в смеси с увлажненной

шихтой в режиме переката и формируется оболочка окатышей [6-8]. Центральная часть двухслойных окатышей имеет пониженную влажность и в ней формируется более высокая пористость с повышенной долей открытых пор. Низкая влажность сырых окатышей с подобным характером пористости исключает трещинообразование и резко снижает температуру шокового разрушения при сушке [4; 5], что у обожженных окатышей уменьшает вероятность снижения прочности при последующем металлургическом переделе. Структура окатышей после высокотемпературного обжига также сохраняет повышенное количество проницаемых пор, открытых для восстановительных газов [5]. Такое структурное построение окатышей позволяет снизить диффузионные ограничения при последующем восстановлении и повысить реакционную способность окускованного сырья. Подобное формирование структурных свойств окатышей можно получить с помощью порообразующей биомассы [7; 8] или вспомогательных технологий [9-11]. Схематичное представление технологии ЗНД и макроструктуры материалов, участвующих в формообразовании влажной шихты, показаны на рис. 1, 2. Технологическая схема производства достаточно легко может быть реализована на действующем производстве, для чего существуют свободные производственные площади и технические возможности. На основе технологии ЗНД разработаны многочисленные технические решения [4; 5], позволяющие управлять процессами формирования зародышей и окатышей и их физическими свойствами, анализ технологической работы которых дает возможность сформулировать общие принципы зародышеобразования и структурообразования комкуемой массы для этой технологии.

Целью работы является анализ технических решений, направленных на развитие техники и технологии окомкования железорудной шихты в производстве окатышей, основанном на принудительном зародышеобразовании.

Методы исследования и материалы

Технические схемы устройств для получения окатышей, включающих различные способы формиро-



Рис. 1. Схема формообразования влажной шихты в зародыши и окатыши (*a*) и внешний вид экспериментальной установки на основе тарельчатого окомкователя для получения окатышей по технологии ЗНД (б, в):

1 – поток шихты для зародышеобразования; 2 – тоже для доокомкования зародышей; 3 – струйный аппарат;
 4 – воздушношихтовая струя; 5 – напыленный слой шихты; 6 – делитель HC, состоящий из продольного (пластинчатые ножи) и поперечного (вращающийся барабан с ребрами) делителей; 7 – зародыши; 8 – окатыши

Fig. 1. Scheme of wet charge forming into nuclei and pellets (*a*) and appearance of experimental installation based on a disk pelletizer for producing pellets using the NSF technology (nucleation by spraying and final pelletizing of nuclei $-\delta$, ϵ):

1 - charge flow for nucleation; 2 - charge flow for the final pelleting of nucleus; 3 - jet unit; 4 - air-charge jet; 5 - sprayed charge layer; 6 - SL divider, consisting of longitudinal (lamellar knives) and transverse (rotating drum with edges) dividers; 7 - nucleus; 8 - pellets





Fig. 2. Appearance of charge materials and sequence of pellets formation from nuclei using NSF technology: a - fragment of SL divided into nuclei; $\delta -$ nucleus 60 s after final pelletizing; e - nucleus 300 s after final pelletizing

вания НС методом напыления влажной шихты на гарнисаж, показаны на рис. 3. Перспективные схемы деления НС на зародыши в этих устройствах представлены на рис. 4. На указанные технические схемы (рис. 3, 4) автором получены патенты РФ. В качестве базового устройства, на котором реализованы технические схемы для получения окатышей, использовали лабораторный полупромышленный тарельчатый оком-кователь (диаметр 0,62 м, угол наклона тарели $\gamma = 45^{\circ}$, число оборотов n = 12 об/мин), снабженный струйным аппаратом (СА) (диаметр $d_{\rm CA} = 0,02$ м, расход шихты $G_{\rm m} = 0,03 - 0,04$ кг/с, давление $P_{\rm B} = 0,2$ МПа, расход сжатого воздуха $V_{\rm B} = 0,6$ м³/мин) и устройствами различной конструкции для деления НС на зародыши. Для реализации многоструйных технических

схем использовали три СА диаметром 0,02 м при том же расходе шихты и первоначальных условиях. Окомкователь работал на влажной шихте, состоящей из железорудного концентрата Тейского месторождения ($d_q = 0,068$ мм) и 1 % бентонита. Шихта массой 5 кг напылялась в течение 60 с на шихтовый гарнисаж (ШГ) толщиной 30 мм ($\rho_{\rm mr} = 2230$ кг/м³, $W_{\rm mr} = 8,14$ %) в холостой зоне тарели при $\Theta_L = 25$ ($\Theta_L = L/d_{\rm CA}$ – безразмерное расстояние, L = 0,5 м). Для доокомкования зародышей и формирования кондиционных окатышей в рабочую зону окомкователя дополнительно подавали 5 кг влажной шихты. Для всех сформованных материалов определяли среднюю прочность и влажность. У НС измеряли его размеры (диаметр $d_{\rm HC}$, м и высоту НС на его оси h_0 , м). Зародышевую массу и массив окатышей



Рис. 3. Технические схемы формирования НС на гарнисаже окомкователя:

а – одной ВШС; б – тоже с увлажнением зоны напыления; в – увлажнение ШГ; г – несколькими ВШС с наложением НС по радиусу;
 д – тоже с наложением НС по дуге; е – одной ВШС с вспомогательным потоком воздуха; ж – одной ВШС с отклоняющими насадками на пути ВШС; з – одной ВШС с упрочняющими добавками в шихте; и – дополнительное уплотнение НС барабанами

a – one ACJ; δ – the same with moistening of the deposition zone; e – moistening of the charge skull (CS); e – several ACJ with superposition of SL along the radius; ∂ – the same with superposition of SL along an arc; e – one ACJ with auxiliary air flow; \mathcal{H} – one ACJ with deflecting nozzles on the path of ACJ; 3 – one ACJ with hardening additives in the charge; u – additional compaction of SL with drums

рассевали на ситах. Методика отбора проб подробно изложена в работах [4; 5].

Для технических схем, реализующих различные способы формирования HC (рис. 3), определяли коэффициент напыления $K_{\rm HC}$, %:

$$K_{\rm HC} = \frac{M_{\rm III} - M_{\rm M}}{M_{\rm III}}$$

где $M_{\rm m}$ – масса напыляемой шихты, кг; $M_{\rm M}$ – масса шихты, оставшейся после формирования HC, кг.

Для технических схем, реализующих различные способы деления НС на зародыши (рис. 4), определяли фракционный состав зародышевой массы и коэффициент зародышеобразования $K_{_{3p}}$, %:

$$K_{\rm 3p} = \frac{M_{\rm 3p}}{M_{\rm III}} = \frac{M_{\rm III} - M_{\rm M} - M_{\rm H}}{M_{\rm III}},$$

где $M_{_{\rm 3p}}$ – масса зародышей размером 2 – 10 мм, кг; $M_{_{\rm H}}$ – масса зародышевой мелочи размером менее 2 мм, кг.

Для каждой технической схемы выполнено несколько экспериментов, что позволило получить среднее значение анализируемых величин. Для расширения объема информации при оценке эффективности технологии ЗНД и свойств НС, зародышей и окатышей

Fig. 3. Technical schemes of SL formation on pelletizer skull:



Рис. 4. Технические схемы деления напыленного слоя шихты на зародыши на гарнисаже окомкователя:
 a – продольными пластинчатыми ножами и барабаном с поперечными ребрами; *δ* – тоже с составными вращающимися барабанами;
 s – деление НС продольными пластинчатыми ножами и вращающимся барабаном с поперечными ребрами на выходе из слоя комкуемых материалов; *c* – плужковыми делителями; *д* – коническим барабаном, снабженным металлическими струнами;
 e – барабаном, снабженным ребрами с полукруглыми ячейками; *ж* – с профилированием НС по ширине и высоте;
 s – с профилированием ШГ; *u* – барабаном с поперечными ребрами и системой стержней

Fig. 4. Technical schemes of charge SL division into nuclei on pelletizer skull with:

a – longitudinal plate knives and drum with transverse ribs; δ – the same with composite rotating drums; e – division of SL by longitudinal plate knives and rotating drum with transverse ribs at outlet from lumpy materials layer; e – plow dividers; ∂ – conical drum equipped with metal strings; e – drum equipped with ribs with semicircular cells; \mathcal{H} – SL profiling in width and height; 3 – CS profiling;

u – drum with transverse ribs and system of rods

часть результатов опытов была представлена в безразмерном виде [4; 5]. Относительную прочность сформованных материалов Θ_{Π} определяли по выражению

$$\Theta_{\Pi} = \frac{\Pi_{cp}}{\Pi_{oK}},$$

где П_{ср} – средняя прочность образцов HC, зародышей и окатышей, кПа; П_{ок} – средняя прочность окатышей размером 12 – 16 мм, кПа; П_{ок} = 280 кПа.

Относительную массу сформованных материалов (НС, зародышей и окатышей) Θ_M вычисляли по формуле

$$\Theta_{M} = \frac{M_{\rm m}}{M_{\rm o}},$$

где $M_{\rm M}$ – средняя масса сформованных материалов (HC, зародышей и окатышей), кг; $M_{\rm o}$ – общая массы шихты, используемой для получения окатышей, включая подачу шихты на доокомкование зародышей в рабочую зону окомкователя, кг, $M_{\rm o}$ = 10 кг.

Относительную влажность сформованных материалов Θ_W определяли по выражению

$$\Theta_W = \frac{W_{\rm cp}}{W_{\rm ur}}$$

где W_{cp} – средняя влажность образцов HC, зародышей и окатышей, %; W_{un} – влажность напыляемой шихты, %; $W_{un} = 8,2$ %.

Относительную длительность процессов загрузки, напыления шихты, деления HC и доокомкования зародышей Θ_{τ} определяли по выражению

$$\Theta_{\tau} = \frac{\tau_i}{\tau_{\text{OK}}},$$

где τ_i – длительность процессов загрузки, напыления шихты, деления НС и доокомкования зародышей, с, длительности напыления, деления и доокомкования составляли 15, 5 и 300 с соответственно; τ_{ok} – общая длительность процесса формирования окатышей, с, τ_{ok} = 380 с.

Для определения характеристик НС ($K_{\rm HC}$, Θ_M , Θ_Π , Θ_W), полученного в различных способах его формирования (рис. 3), окомкователь работал без делителей в течение всего времени напыления. Для сравнительного анализа показателей этих технических схем использовали базовую схему для сравнения (рис. 3, *a*), которая опиралась на работу одиночного СА, напыляющего влажную шихту на неподготовленный ШГ. Следует добавить, что в большинстве промышленных технологий на основе напыления к устройствам и технологиям напыления предъявляются многочисленные требования по эффективности их работы [12 – 15].

Для расчета параметров зародышевой массы (фракционный состав, $K_{_{3p}}$, Θ_M , Θ_Π , Θ_W), полученной в устройстве, реализующем различные способы деления НС на зародыши (рис. 4), после формирования НС на окомкователе работал делитель НС. Для сравнительного анализа показателей этих технических схем использовали базовую схему (рис. 1 и 3, *a*), которая дополнительно была снабжена делителем, состоящим из продольного (система пластинчатых ножей) и поперечного (вращающийся барабан с ребрами) делителей, покрытых баке-



Рис. 5. Кинетика изменения относительной прочности Θ_{Π} , массы Θ_M и влажности Θ_W материалов в процессе формообразования шихты и формирования окатышей

Fig. 5. Kinetics of changes in relative strength Θ_{Π} , mass Θ_M and moisture content Θ_W of materials during charge forming and pellets formation

литовым лаком в качестве покрытия, препятствующего налипанию шихты (рис. 4, *a*).

Результаты работы и их обсуждение

Типичное изменение параметров $\Theta_M, \Theta_{\Pi}, \Theta_W$ в процессе формообразования шихты (напыление шихты с образованием НС и его деления на зародыши) и формирования окатышей для базовой схемы напыления (рис. 3, а и 4, а) приведено на рис. 5. Результаты экспериментов представлены в табл. 1, 2. Полученные зависимости (рис. 5) позволяют обобщить результаты исследований и выявить узкие места в технологии ЗНД. Общим для всех технических схем (табл. 1, 2) является быстрое формообразование влажной шихты со средней скоростью роста массы зародышей более 3,0 г/с, сопровождаемое ростом прочности ($\Theta_{\Pi} > 0,39$) и незначительной потерей массы сформованных материалов в процессе напыления шихты (до $\Theta_M = 0,44$) и деления НС (до $\Theta_{M} = 0,29$) на зародыши (рис. 5). Напылением шихты можно сформировать прочность НС, близкую к прочности всего окатыша ($\Theta_{\Pi} > 0, 8 - 0, 9$) [4; 5], но в таком режиме снижается пористость и доля открытых пор в зародышевой части окатыша, что противоречит принципам структурообразования технологии ЗНД. Незначительный рост прочности зародышей при делении HC объясняется механическим уплотнением влажной массы делителями или вспомогательными устройствами. В процессе доокомкования зародышей происходит рост массы и прочности окатышей за счет формирования оболочки в режиме переката. Процесс обезвоживания НС связан с бародиффузионным переносом влаги ВШС, в которую при напылении попадает НС и зародышевая масса. Процесс доокомкования заро-

Таблица 1

Показатели технических схем, реализующих различные способы формирования НС

Table 1. Indicators of technical schemes that implement various methods of SL formation

Схема на	Показатели								
рис. 3	$K_{\rm HC}$	$d_{ m HC}/d_{ m CA}$	$d_{ m HC}/h_{ m o}$	$\Theta_{_M}$	Θ_{Π}	$\Theta_{_W}$			
а	0,88	10,5	20,5	0,44	0,39	0,96			
б	0,95	11,5	21,5	0,46	0,41	0,99			
в	0,92	11,5	21,5	0,46	0,42	0,97			
г	0,92	29,0	94,0	0,46	0,40	0,96			
9	0,91	11,5	21,5	0,46	0,45	0,94			
е	0,88	14,5	59,0	0,43	0,36	0,96			
ж	0,86	15,0	60,0	0,43	0,35	0,96			
3	0,86	10,5	20,5	0,45	0,48	0,96			
и	0,88	11,5	23,5	0,44	0,45	0,95			

Таблица 2

Показатели технических схем, реализующих различные способы деления НС на зародыши

G	Показатели								
Схема	фр	акционный	й состав за	4 204	V	0	0		
na prie. 1	0 - 2	2-4	4 - 6	6 - 10	>10	л _{зр} , мм	л _{3р}	O _M	Θ _Π
а	34,1	18,8	18,2	28,1	0,8	4,34	0,58	0,29	0,42
б	32,5	18,5	20,2	28,4	0,4	4,21	0,61	0,30	0,42
в	33,2	19,5	20,5	26,2	0,6	4,09	0,61	0,30	0,51
г	43,4	22,6	15,4	10,4	8,2	2,71	0,45	0,22	0,41
9	26,1	18,6	24,6	30,2	0,5	4,51	0,69	0,35	0,43
е	25,4	19,3	25,4	29,9	0	4,49	0,58	0,29	0,42
ж	15,2	21,3	30,6	32,9	0	5,67	0,62	0,31	0,42
3	12,3	22,2	31,9	33,6	0	6,22	0,67	0,38	0,42
и	32,1	19,8	20,2	26,1	0,8	4,15	0,58	0,29	0,38

Table 2. Indicators of technical schemes that implement various methods of SL division into nuclei

дышей сопровождается ростом параметров Θ_M , Θ_{Π} , Θ_W , имеет несколько стадий и протекает в течение значительно большего времени (300 с), что существенно снижает скорость роста массы (до 0,11 г/с) и прочности [4; 5]. Рост влажности формуемых окатышей при доокомковании зародышей происходит за счет переувлажнения оболочки окатышей. На заключительном этапе производства окатышей для большинства технических схем, реализующих технологию ЗНД, формируется максимальное количество окатышей размером 12–16 мм ($\Theta_M > 0,7$) со средней скоростью роста массы (более 0,3 г/с), необходимой прочности ($\Theta_{\Pi} = 1,0$) с пониженным количеством влаги в их структуре ($\Theta_W < 1$). В центральной зародышевой части окатышей это снижение еще больше ($\Theta_W < 0,95$).

Целесообразно представить краткий анализ работоспособности рассмотренных технических схем. Схема, представленная на рис. 3, б, отличается от базовой интенсивным увлажнением зоны напыления и поверхности НС, что позволяет повысить К_{нс} до 0,95, увеличить геометрические размеры НС и параметры $\Theta_{M}, \Theta_{\Pi}, \Theta_{W}$ (табл. 1). Однако переувлажнение НС до $W_{\rm HC} = 0.99 W_{\rm III}$ и, соответственно, зародышей и годных окатышей, увеличивает продолжительность последующей сушки окатышей на стадии термообработки. Близкие характеристики НС формирует схема, показанная на рис. 3, в, которая отличается от базового решения предварительным увлажнением ШГ перед напылением. Схема, показанная на рис. 3, г, позволяет увеличить поперечные размеры и сформировать постоянную толщину НС за счет наложения друг на друга граничных ($\delta = 1, 0 - 0, 8$, где δ – безразмерный радиус HC) зон НС, обладающих высокой пористостью и низкой прочностью. Подобное воздействие на процесс напыления представлено в источниках [16-20], где регулирование расхода дисперсной фазы в СА увязано с изменением скорости вращения напыляемой основы. Схема, показанная на рис. 3, д, более сложная по конструкции и отличается от базовой последовательным напылением шихты тремя СА, что увеличивает продольную площадь напыления и ориентировочно в три раза длительность силового воздействия ВШС на НС. Это повышает прочность НС примерно на 10-15 %, интенсифицирует влагоудаление из HC, оставляя уровень показателей $\Theta_{_M}, \Theta_{_W}$ близким к базовой схеме. Схема, приведенная на рис. 3, е, направлена на повышение равномерности толщины НС одним СА, работающим на вспомогательном вентиляторном воздухе, подаваемом по оси СА. К достоинствам этой схемы относится увеличение геометрических размеров НС из-за возрастания угла раскрытия струи до 30°, а к недостаткам – более низкие прочностные свойства НС вследствие снижения давления ВШС. Схема, приведенная на рис. 3, ж, снабжена отклоняющими механическими устройствами, расположенными на пути ВШС. Она имеет аналогичные недостатки и позволяет получить НС с характеристиками, близкими предыдущей схеме. Показанная на рис. 3, з схема отличается от базовой возможностью подачи в ВШС вспомогательных материалов (упрочняющих, вяжущих, труднокомкуемых и структурообразующих добавок). При введении в напыляемую шихту сравнительно небольшого (до 1-2%) количества добавок (например, водного раствора жидкого стекла) прочность HC можно повысить на 10 - 15 % [4; 5]. Схема, показанная на рис. 3, и, кроме давления ВШС использует дополнительную упрочняющую и профилирующую (выравнивающую по высоте) нагрузку, формируемую вращающимися барабанами, установленными на поверхности НС перед его делением. Она позволяет повысить прочность НС и равномерность его геометрических размеров, но технически более сложная и отличается повышенной налипаемостью шихты на металлические барабаны.

Схема деления НС на зародыши, приведенная на рис. 4, б, отличается от базовой наличием составных барабанов, позволяющих учесть различие в окружных скоростях НС, что облегчает деление НС большого диаметра и приводит к повышению прочности зародышей на 5 % и снижению содержания мелочи до 33,2 % (табл. 2). Схема, показанная на рис. 4, в, позволяет использовать давление слоя собственных материалов большой высоты и массы, циркулирующих в рабочей зоне окомкователя, для упрочнения НС. Она дает возможность обеспечить его деление на выходе из слоя комкуемых материалов [4; 5], а также повысить (на 5 – 10 %) прочность зародышей при достаточно равномерном фракционном составе. Делитель окомкователя, представленный на рис. 4, г, позволяет разделять НС криволинейным плужковым делителем упрощенной конструкции. Такая схема дает возможность получать зародыши в широком диапазоне размеров, включая большое количество мелочи фракции 0 - 2 мм (43,4 %) и крупных кусков размером более 10 мм. В схеме, показанной на рис. 4, ∂ , в качестве делителя НС используется тонкая металлическая струна, натянутая на конический барабан, которая одновременно выполняет функции продольного и поперечного деления НС и дает возможность существенно снизить усилия, прикладываемые к НС при его делении. Устройство характеризуется низкой налипаемомстью массы, малой металлоемкостью и высокой технологичностью [4; 5]. Подобные устройства используют в керамической промышленности для деления формуемой массы. В схеме деления НС, приведенной на рис. 4, е, в качестве делителя используется цилиндрический барабан с волнообразными ребрами, позволяющими формировать из НС зародыши таблетированной формы. Повышенная налипаемость шихты в этой схеме устраняется интенсивным увлажнением ребер барабана перед делением НС на зародыши, что повышает их влажность. В схемах профилирования НС и ШГ, приведенных на рис. 4, ж, з, реализована возможность получения НС постоянной толщины, что значительно повышает равномерность фракционного состава и средний размер зародышей $A_{\rm 3p}$ до 6,22 мм. В схеме деления НС, приведенной на рис. 4, и, делитель снабжен системой стержней, формирующих особую структуру зародышей. Однако в данном случае прочностные показатели существенно ниже показателей базовой схемы.

Учитывая характеристики НС и зародышевой массы $(\Theta_M, \Theta_\Pi, \Theta_W, \text{табл. 1, 2})$, полученные при реализации исследуемых технических схем, а также технологичность устройств (уровень налипаемости шихты, материалоемкость дополнительного оборудования, сложность конструктивного оформления, надежность и стабильность работы), для практического использования рекомендуется комбинированная технологическая схема

получения окатышей. Она включает технологию принудительного зародышеобразования ЗНД на основе формирования НС одиночной ВШС (рис. 3, а), позволяющей использовать упрочняющие добавки в напыляемой шихте (рис. 3, 3). Напыление материала в этой схеме организуют на предварительно профилированный шихтовый гарнисаж (рис. 4, ж), а деление НС на зародыши выполняют коническим барабаном, снабженным металлической струной (рис. 4, д). Реализация технологии ЗНД на основе этих элементов позволяет получать окатыши с пониженной влажностью ($\Theta_W = 0.97$), ее рациональным распределением по сечению, необходимой и достаточной прочностью ($\Theta_{\Pi} \ge 1,0$), благоприятной поровой структурой и максимальным выходом окатышей размером 12 - 16 мм ($\Theta_M = 0,72$). В традиционной технологии зародышеобразования и окатывания эти параметры существенно ниже ($\Theta_w = 1, 1, \Theta_M = 0, 33$) [4; 5]. По этим результатам можно прогнозировать более высокую производительность окомкователя, а при последующей термообработке окатыши потребуют меньших энергозатрат на термическую сушку.

Выводы

Проанализированы результаты исследований работоспособности технических схем на основе технологии ЗНД, позволяющих управлять процессом формирования зародышей и окатышей. Сформулированы общие принципы зародышеобразования и структурообразования комкуемой массы для этой технологии. Получено типичное изменение параметров Θ_M , Θ_Π , Θ_W в процессе формообразования шихты и формирования окатышей для базовых и ряда исследуемых технических схем. На основе показателей технологии ЗНД и технологичности процесса (уровень налипаемости шихты, материалоемкость дополнительного оборудования, сложность конструктивного оформления, надежность и стабильность работы) проведена оценка указанных технических схем и выбраны наиболее эффективные решения. Для практического использования рекомендована комбинированная схема получения окатышей по технологии ЗНД на основе формирования НС одиночной ВШС, позволяющей использовать упрочняющие добавки. Напыление материала в этой схеме организуют на предварительно профилированный шихтовый гарнисаж, а деление НС на зародыши выполняют коническим барабаном, снабженным металлической струной. Реализация технологии ЗНД на основе этих элементов позволяет получать окатыши с пониженной влажностью ($\Theta_W = 0.97$) с ее рациональным распределением по сечению, необходимой и достаточной прочностью ($\Theta_{\Pi} \ge 1,0$) и максимальным выходом окатышей размером 12 - 16 мм ($\Theta_M = 0,72$). По результатам исследований прогнозируются более высокая производительность окомкователя и меньшие энергозатраты на последующую термообработку окатышей.

Список литературы / References

- 1. Павловец В.М. Окатыши в технологии экстракции металлов из руд. Москва, Вологда: Инфра-Инженерия; 2022:284.
- **2.** Абзалов В.М. и др. *Физико-химические и теплотехни*ческие основы производства железорудных окатышей. Екатеринбург: НПВП «ТОРЕКС»; 2012:340.
- Юсфин Ю.С. и др. Интенсификация производства и улучшение качества окатышей. Москва: Металлургия; 1994:240.
- Павловец В.М. Расширение функциональных возможностей агрегатов для подготовки железорудного сырья к металлургической плавке. Москва, Вологда: Инфра-Инженерия, 2023:328.
- 5. Павловец В.М. Развитие техники и технологии окомкования железорудного сырья в металлургии. Москва, Вологда: Инфра-Инженерия; 2022:336.
- 6. Павловец В.М. Исследование теплосиловых режимов напыления влажной шихты, предназначенных для принудительного зародышеобразования. Известия вузов. Черная металлургия. 2009;52(6):9–13.

Pavlovets V.M. Study of thermal power modes of wet charge spraying intended for induced nucleation. *Izvestiya*. *Ferrous Metallurgy*. 2009;52(6):9–13.

 Iwase K., Higuchi T., Yamamoto T., Murakami T. Design for carbon core pellet toward co-production with sinter. *Tetsu-to-Hagane*. 2021;107(6):483–493.

https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2020-080

- Kieush L., Boyko M., Koveria A., Yaholnyk M., Poliakova N. Production of iron ore pellets by utilization of sunflower husks. *Acta Metallurgica Slovaca*. 2021;27(4):167–171. https://doi.org/10.36547/ams.27.4.1052
- Okeke S.I., Onukwuli O.D. Effect of basicity on metallurgical properties of pellets produced from Itakpe iron ore concentrates. *Discovery and Innovation*. 1999;11(3):170–176. https://doi.org/10.4314/dai.v11i3.15549
- Frantes K. North American iron mines running flat out to meet domestic and worldwide demand. *Skillings' Mining Review*. 2005;94(7):6–21.
- 11. Basics in Mineral Processing. Metso: Outotec, 2015:752. Available at URL: https://www.metso.com/globalassets/

Сведения об авторе

Виктор Михайлович Павловец, к.т.н., доцент кафедры теплоэнергетики и экологии, Сибирский государственный индустриальный университет *E-mail:* pawlowets.victor@yandex.ru insights/ebooks/mo-basics-in-mineral-processing-hand-book_lowres.pdf

- 12. Goejen J.G., Miller R.A., Brindley W.J., Leissler G.W. A simulation technique for predicting defects of thermal sprayed coatings: NASA Technical Memorandum TM-106939, 1995.
- Hansbo A., Nylén P. Models for the simulation of spray deposition and robot motion optimization in thermal spraying of rotating objects. *Surface and Coatings Technology*. 1999;122(3-4):191–201.

https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00255-8

- Ensz M.T., Griffith M.L., Reckaway D.E. Critical issues for functionally graded material deposition by laser engineered net shaping. Available at URL: http://edge.cs.drexel.edu/ GICL/people/schroeder/references/mpif02me.pdf
- **15.** De Los Santos Valladares L., Domínguez A.B., Félix L.L., Kargin J.B., Mukhambetov D.G., Kozlovskiy A.L., Moreno N.O., Santibañez J.F., Cabrera R.C., Barnes C.H.W. Characterization and magnetic properties of hollow α -Fe₂O₃ microspheres obtained by sol gel and spray roasting methods. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*. 2019;4(3):483–491.

https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2019.07.004

- **16.** Walker W.J., Reed J.S., Verma S.K. Influence of slurry parameters on the characteristics of spray-dried granules. *Journal of the American Ceramic Society*. 1999;82(7):1711–1719.
- Chen C., Planche M.-P., Deng S., Huang R., Ren Z., Liao H. Strengthened peening effect on metallurgical bonding formation in cold spray additive manufacturing. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2019;28:769–779. https://doi.org/10.1007/s11666-019-00854-4
- Assadi H., Gartner F., Stoltenhoff T., Kreye H. Bonding mechanism in cold gas spraying. *Acta Materialia*. 2003;51(15):4379–4394.

https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00274-X

- 19. Dorfman M. Thermal spray materials. AM&P Technical Articles. 2002;160:49–51.
 20. K. W. W. K. G. C. Level, J. Theorem 1. The second sec
- **20.** Kasparova M., Houdkova S., Cubrova J. Thermally sprayed coatings for high temperature application. In: *Proceedings of the 21st Int. Conf. on Metallurgy and Materials, Brno, Czech Republic, 23–25.05.2012.* 2012:144–146.

Information about the Author

Viktor M. Pavlovets, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Thermal Power and Ecology", Siberian State Industrial University E-mail: pawlowets.victor@yandex.ru

Поступила в редакцию 11.05.2022	Received 11.05.2022
После доработки 16.11.2022	Revised 16.11.2022
Принята к публикации 04.09.2023	Accepted 04.09.2023

Захарова М.А., Водолеев А.С. и др. Экомониторинг санитарно-защитной зоны металлургического предприятия: снежный и почвенный ...

ЭКОЛОГИЯ И РАЦИОНАЛЬНОЕ ECOLOGY AND RATIONAL USE ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЕ OF NATURAL RESOURCES



удк 631.45:57.042:57.048(470.314) DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-538-543



Оригинальная статья Original article

Экомониторинг санитарно-защитной зоны металлургического предприятия: снежный и почвенный покровы

М. А. Захарова¹, А. С. Водолеев¹, О. С. Андреева², К. И. Домнин¹

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

² Кузбасский гуманитарно-педагогический институт ФГБОУ ВО «Кемеровский государственный университет» (Россия, 654041, Кемеровская обл. – Кузбасс, Новокузнецк, ул. Циолковского, 23)

💌 botanic-egf@yandex.ru

Аннотация. Рассмотрены вопросы, связанные с мониторингом состояния снежного и почвенного покровов в зоне влияния промышленных выбросов в атмосферный воздух на границах санитарно-защитной зоны (СЗЗ) металлургического предприятия АО «ЕВРАЗ Объединенный Западно-Сибирский металлургический комбинат» (АО «ЕВРАЗ ЗСМК»). Санитарно-защитная зона – территория, отделяющая предприятия (их здания и сооружения) с технологическими процессами, служащими источником воздействия на среду обитания и здоровье человека, от жилой застройки. Территория СЗЗ предназначена для снижения за ее пределами уровня воздействия всех вредных факторов до требуемых гигиенических нормативов, создания санитарно-защитного барьера между промышленной и жилой застройками. Экомониторинг дает объективный анализ депонирующих сфер (снег, почва) на территории СЗЗ. Для оценки первичного (воздушной среды) и вторичного (снежных проб, почв и вод) загрязнений применяется метод химического лабораторного анализа. Результаты химического анализа снеговой воды показали, что сухой остаток в талой воде ниже (в 7-8 раз) ПДК на всех площадках, содержание хлорид-ионов не превышает ПДК (350 мг/л), содержание сульфат-ионов на площадке / в два раза ниже ПДК, на остальных площадках ниже предела обнаружения методикой, изложенной в РД 52.04.186 – 89. Содержание в почве тяжелых металлов и мышьяка на пробных площадках СЗЗ не превышает ПДК. Почвенный анализ показал, что активная кислотность (рН водной вытяжки) находится в пределах 6,3 - 7,4 единиц, что указывает на отсутствие техногенного закисления почв. Содержание нефтепродуктов в отобранных пробах ниже порогового значения, что делает возможным отнести почвы на всех площадках СЗЗ АО «ЕВРАЗ ЗСМК» по рассматриваемому соединению к условно чистым. Содержание бенз(а)пирена в почве не превышает ПДК (0,02 мг/кг) на всех экспериментальных площадках, кроме площадки 7. Содержание серы не превышает ПДК на всех пробных площадках СЗЗ.

Ключевые слова: экомониторинг, санитарно-защитная зона, атмосферный воздух, почва, снежный покров, вредные выбросы, химический анализ, ПДК, техногенное закисление почв, тяжелые металлы, бенз(а)пирен

Для цитирования: Захарова М.А., Водолеев А.С., Андреева О.С., Домнин К.И. Экомониторинг санитарно-защитной зоны металлургического предприятия: снежный и почвенный покровы. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):538–543. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-538-543

ECOMONITORING OF SANITARY PROTECTION ZONE OF METALLURGICAL ENTERPRISE: SNOW AND SOIL COVER

M. A. Zakharova¹, A. S. Vodoleev¹, O. S. Andreeva², K. I. Domnin¹

¹ Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)
 ² KUZBASS Humanitarian Pedagogical Institute of Kemerovo State University (23 Tsiolkovskogo Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654041, Russian Federation)

💌 botanic-egf@yandex.ru

Abstract. The paper considers the issues related to monitoring the state of snow and soil cover in the zone of influence of industrial emissions into the atmosphere at the borders of the sanitary protection zone (SPZ) of the metallurgical enterprise JSC "EVRAZ United West Siberian Metallurgical Combine" (JSC EVRAZ ZSMK). Sanitary protection zone is the territory separating enterprises (their buildings and structures) with technological processes that serve as a source of impact on the environment and human health from residential development. SPZ is designed to

reduce the impact of all factors beyond its limits to the required hygienic standards, to create a sanitary barrier between industrial and residential buildings. Ecomonitoring provides an objective analysis of depositing spheres (snow, soil) on the territory of the SPZ. The method of chemical laboratory analysis is important for the assessment of primary and secondary air pollution (samples of snow, soils and waters). The results of chemical analysis of snow water showed that the dry residue in meltwater is lower (7 – 8 times) MPC at all sites, the content of chloride ions does not exceed the MPC (350 mg/l), the content of sulfate ions at site *1* is 2 times lower than the MPC, at other sites below the detection limit by the methodology set out in RD 52.04.186 – 89. The content of heavy metals and arsenic in the soil at the SPZ test sites does not exceed the values of the established MPC. Soil analysis showed that the active acidity (*p*H of the water extract) is in the range of 6.30 - 7.40 units, which indicates the absence of technogenic acidification of soils. The content of petroleum products in the selected samples is below the threshold value, which makes it possible to attribute soils at all sites of the SPZ of JSC EVRAZ ZSMK according to the compound under consideration to conditionally pure. The content of benz(a)pyrene in the soil does not exceed the MPC (0.02 mg/kg) at all experimental sites, except site 7. The sulfur content does not exceed the MPC values at all test sites of the SPZ.

Keywords: ecomonitoring, sanitary protection zone, atmospheric air, soil, snow cover, harmful emissions, chemical analysis, MPC, technogenic acidification of soils, heavy metals, benz(a)pyrene

For citation: Zakharova M.A., Vodoleev A.S., Andreeva O.S., Domnin K.I. Ecomonitoring of sanitary protection zone of metallurgical enterprise: Snow and soil cover. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):538–543. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-538-543

Введение

При оценке влияния крупных промышленных предприятий важным является снижение негативного воздействия на все компоненты природы. В ресурсных регионах (Кемеровская обл. – Кузбасс) воздействие осуществляется как на природные экосистемы, так и на городскую среду, обеспечивающую качество жизни населения. В настоящей работе экомониторинг санитарно-защитной зоны (СЗЗ) рассмотрен на примере АО «ЕВРАЗ Объединенный Западно-Сибирский металлургический комбинат» (АО «ЕВРАЗ ЗСМК»). Рассматриваемое предприятие расположено в непосредственной близости от десяти особо охраняемых природных территорий (ООПТ) различного ранга, являющихся объектами природного наследия Кузбасса. Расстояние до границы ООПТ составляет 17 км - заказник регионального значения «Увалы Лучшево»; 30 км – заказник регионального значения «Черновой Нарык»; 35 км памятник природы регионального значения «Костенковские скалы»; 55 км - памятник природы регионального значения «Кузедеевский»; 55 км - памятник природы федерального значения «Кузедеевский липовый остров»; 56 км – государственный природный заповедник «Кузнецкий Алатау»; 65 км - заказник регионального значения «Караканский»; 68 км – памятник природы регионального значения «Артышта»; 75 км заказник регионального значения «Бельсинский»; 83 км - заказник регионального значения «Бачатские сопки». Для сохранения уникальных природных комплексов необходимо соблюдение требований по охране окружающей среды, одним из которых является создание санитарно-защитной зоны. Эта зона устанавливается в целях снижения уровня загрязнения атмосферного воздуха до установленных нормативов вредных выбросов после проведения на предприятиях всех мер по очистке вредных веществ.

Цель работы – исследовать и проанализировать воздействие промышленных выбросов на экологическое состояние почвы и снежного покрова СЗЗ АО «ЕВРАЗ ЗСМК».

Изучение вопроса

Для достижения поставленной цели стояли следующие задачи:

 изучить методы исследования почвенно-экологического состояния санитарно-защитной зоны;

– проанализировать результаты лабораторных исследований снежного покрова и почвы на границах C33 AO «ЕВРАЗ 3СМК».

Город Новокузнецк расположен на юге Кемеровской области, в большой котловине, образованной поймами рек Кондома и Томь, и окружен горами Кузнецкого Алатау и Салаирского кряжа. Металлургическое предприятие АО «ЕВРАЗ ЗСМК» расположено в северо-восточной части города. Место постройки комбината выбрано с учетом возможной близости к энерго-сырьевым источникам, а также с учетом наибольшего удаления от жилых массивов города. По мощности предприятия, условиям ведения технологического процесса, характеру и объему выделяемых в окружающую среду вредностей АО «ЕВРАЗ ЗСМК» относится к первому классу предприятий. Радиус санитарно-защитной зоны для металлургических предприятий первого класса составляет 1 км (фактический 5 км), что соответствует СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200 – 03¹. Озеленение (не менее 50 % площади застройки) осуществляется деревьями специальных пород.

Современное металлургическое предприятие – это сложный производственный комплекс, включающий много цехов, которые могут загрязнить воздушный бассейн окружающей территории. Избежать этого невозможно, поэтому введена санитарная охрана атмосферного воздуха, то есть система мероприятий, направленных на обеспечение чистоты воздуха и поддержание ее на уровне, безопасном для жизни и здоровья человека [1; 2].

¹ СанПиН 2.2.1/2.1.1.1200 – 03. Санитарно-защитные зоны и санитарная классификация предприятий, сооружений и иных объектов Санитарно-эпидемиологические правила и нормати-вы. URL: https://files.stroyinf.ru/Data1/52/52471/index.htm (дата обращения: 09.12.2022 г.).



Зоны опытных площадок СЗЗ АО «ЕВРАЗ ЗСМК»

Areas of experimental sites of SPZ of JSC EVRAZ ZSMK

Санитарно-защитная зона АО «ЕВРАЗ ЗСМК» включает в себя восемь опытных площадок Северного промышленного узла, на каждой площадке представлены различные почвы:

l – пойменная зернистая в районе Ильинского моста (восточный ветер);

2 – аллювиально-луговая в районе деревни Телеуты (северо-восточный ветер);

3 – чернозем выщелоченный тучный за деревней Малая Щедруха (северный ветер);

4 – чернозем выщелоченный в районе шахты Юбилейная (северо-западный ветер);

5 – луговая тяжело-суглинистая в районе дороги на Курегеш – Есауловку (западный ветер);

6 – черноземо-луговая тяжело-суглинистая в районе дороги в поселке Чистогорск (юго-западный ветер);

7 – чернозем выщелоченный среднемощный легкосуглинистый в районе деревни Мокроусово (южный ветер);

8 – чернозем выщелоченный среднемощный легкосуглинистый в районе деревни Ильинка (юго-восточный ветер).

Зоны опытных площадок АО «ЕВРАЗ ЗСМК» показаны на рисунке.

Санитарно-защитная зона Северного промышленного узла проходит на севере на расстоянии 5 км; на северо-востоке – 3,3 км; на востоке – 3,5 км; на юговостоке – 4,1 км; на юго-западе – 1,8 км; на западе – 2,6 км; на северо-западе – 4 км; на юге – 4,2 км от границ промплощадки АО «ЕВРАЗ ЗСМК».

Состояние окружающей среды крупных городов и предприятий обычно оценивается по состоянию отдельных ее составляющих: атмосферного воздуха, поверхностных и подземных вод, почв (с учетом микрофлоры), растительного покрова, здоровья горожан [3 – 7].

Снежный покров, обладающий высокой сорбционной способностью, является наиболее информативным объектом при выявлении техногенного загрязнения не только атмосферных осадков, но и атмосферного воздуха, а также последующего загрязнения вод и почв [8]. Отбор проб снега выполняли согласно РД 52.04.186 – 89 специальным шаблоном (трубой) с площадью поперечного сечения 50,3 см² на всю глубину снежного покрова. Пробы помещали в полиэтиленовые пакеты и доставляли в лабораторию мониторинга промышленных отходов, почв, ГСМ. В этой лаборатории были выполнены обработка проб и анализы на pH, содержание карбонатов, бикарбонатов, хлоридов, сульфатов, сухого остатка, кальция и магния, пыли по методикам, изложенным в РД 52.04.186 – 89.

Снеговые (талые) воды в период таяния поступают в водоемы и относятся к категории атмосферных сточных вод² [9 – 11]. Для оценки их состояния в качестве базы сравнения использовали нормативные показатели СанПиН^{1, 3, 4}. Результаты исследования снеговой воды приведены в табл. 1.

Из приведенных данных следует:

 – сухой остаток в талой воде ниже (в 7 – 8 раз) ПДК на всех площадках;

– содержание хлорид-ионов не превышают ПДК (350 мг/л);

– содержание сульфат-ионов на площадке *l* в два раза ниже ПДК, на остальных площадках ниже предела обнаружения методикой, изложенной в РД 52.04.186 – 89;

– значения *p*H на всех площадках находятся в пределах нормы, что также подтверждает вывод об

² Порядок установления и функционирования санитарно-защитных зон промышленных предприятий. URL: http://www.centreco.ru/ szz_6.php (дата обращения: 09.12.2022 г.).

³ СанПиН 1.2.3685 – 21. Гигиенические нормативы и требования к обеспечению безопасности и (или) безвредности для человека факторов среды обитания. URL: https://rkc56.ru/documents/4538 (дата обращения: 09.12.2022 г.).

⁴ СанПиН 2.1.3684 – 21. Санитарно-эпидемиологические требования к содержанию территорий городских и сельских поселений, к водным объектам, питьевой воде и питьевому водоснабжению, атмосферному воздуху, почвам, жилым помещениям, эксплуатации производственных, общественных помещений, организации и проведению санитарно-противоэпидемических (профилактических) мероприятий. URL: http://www.consultant.ru/document/cons_doc_ LAW 376166/ (дата обращения: 09.12.2022 г.).

Таблица 1

Результаты анализа снеговой воды

Помороточи	ПДК,	ІДК, Значение показателя на площадке									
показатель	мг/л	1	2	3	4	5	6	7	8		
pН	6,5 - 8,5	7,8	7,6	7,6	7,9	7,4	7,6	8,4	7,9		
Хлориды	350,0	18,46	19,84	21,3	18,46	21,3	15,62	17,1	18,46		
Сульфаты	500,0	225,6	н/о								
Сухой остаток	1000,0	126,0	124,0	114,0	110,0	118,0	158,0	22,0	104,0		
Ca	_	120,0	100,0	120,0	60,0	80,0	80,0	140,0	100,0		
Mg	_	н/о	36,5	н/о	24,3	н/о	н/о	60,8	н/о		
Примечание. н/о – ниже прелела обнаружения.											

Table 1. Results of analysis of the snow water

отсутствии техногенного закисления почв на территории СЗЗ.

Для контроля почв был проведен почвенный мониторинг [12]. При мониторинге почвы контролируются [13 – 15]:

 тяжелые металлы (ванадий, марганец, сурьма, никель, медь, цинк, свинец, ртуть, кадмий);

– мышьяк;

– химические показатели (*p*H (кислотность), бенз(а)пирен, нефтепродукты, сернистые соединения).

Показатели загрязнения были определены по восьми химическим элементам (V, Mn, As, Sb, Ni, Cu, Zn, Pb). Загрязнения почвы в границах C33 тяжелыми металлами представлены в табл. 2. Содержание тяжелых металлов и мышьяка на пробных площадках C33 не превышают значения ПДК.

Результаты химических анализов почв представлены в табл. 3. Активная кислотность (*p*H водной вытяжки) находится в пределах 6,3 – 7,4 единиц, что указывает на

Таблица 2

Содержание тяжелых металлов и мышьяка в почве в границах СЗЗ

Table 2. Content of heavy metals and arsenic in the soil in boundaries of SPZ

Плониолио		Содержание веществ, мг/кг, в почве							
площадка	V	Mn	As	Sb	Ni	Cu	Zn	Pb	
1	70	1500	н/о	н/о	50	130	200	50	
2	70	1500	н/о	н/о	50	70	200	50	
3	70	1500	н/о	н/о	50	100	150	50	
4	70	1000	н/о	н/о	30	70	100	50	
5	70	1500	н/о	н/о	50	70	200	50	
6	70	1000	н/о	н/о	50	70	200	50	
7	70	1500	н/о	н/о	50	70	150	50	
8	70	1000	н/о	н/о	50	70	150	50	
ПДК	150	1500	2	4,5	80	132	220	130	

отсутствие техногенного закисления почв. Содержание нефтепродуктов (ПНДФ 16.1.41–04) в отобранных пробах ниже порогового значения (менее 20 мг/кг), то есть почвы на всех площадках по рассматриваемому соединению можно отнести к условно чистым. Содержание бенз(а)пирена не превышает значений ПДК (0,02 мг/кг) на всех экспериментальных площадках, кроме площадки 7. Содержание серы (ГОСТ 8606 – 93) не превышает значений ПДК в 160 мг/кг.

Для оценки степени загрязнения почв рассчитывается коэффициент K_c техногенной концентрации элемента [16]:

$$K_{\rm c} = K_{\rm ofim}/K_{\rm фон}$$

Таблица З

Результаты химических анализов почвенных образцов

Table 3. Results of chemical analysis of the soil samples

Площадка (точки отбора)	Глубина отбора, см	<i>р</i> Н водной вытяжки	Бенз(а)пирен, мг/кг, ИСО 13877 (ПДК = 0,02 мг/кг)
1	0-5	7,16	0,0044
Ι	5-20	7,40	0,0037
2	5 - 20	7,27	0,0010
2	0-5	7,38	0,0021
3	5-20	7,23	0,0022
4	0-5	6,30	0,0033
	5 - 20	6,41	0,0029
	0-5	7,07	0,0010
3	5-20	7,05	0,0013
6	0-5	6,62	<0,0010
0	5 - 20	6,53	<0,0010
7	0-5	6,91	0,0158
/	5-20	6,76	0,0197
0	0-5	6,44	<0,0010
8	5-20	5,75	<0,0010

Таблица 4

Категории химического загрязнения почв

Площадка и ее расположение площадок -		Коэффициент концентрации металла						7	Категория
		Cu	Ni	Pb	Zn	As	Hg	Z _c	загрязнения
1 – район Ильинского моста	1,67	1,50	0,82	1,13	1,39	1,88	5,75	14,13	Допустимая
2 – район деревни Телеуты	1,67	1,36	0,82	1,04	1,52	1,96	3,13	11,48	Допустимая
3 – район деревни Малая Щедруха	1,67	1,25	0,94	1,16	1,26	2,50	6,88	15,65	Допустимая
4 – район шахты Юбилейная	1,67	1,14	0,98	0,92	1,27	2,59	8,88	17,44	Умеренно опасная
5 – район дороги на Куругеш-Есауловку	1,67	1,28	0,92	0,85	1,26	2,50	8,50	16,98	Умеренно опасная
6 – район дороги в Чистогорск	1,67	1,17	0,98	0,54	1,37	2,05	7,25	15,03	Допустимая
7 – район деревни Мокроусово	1,67	1,70	1,01	1,08	3,76	1,96	13,88	25,07	Умеренно опасная
8 – район деревни Ильинка	1,67	1,44	0,95	0,67	4,31	1,43	11,00	21,47	Умеренно опасная

Table 4. Categories of soil chemical contamination

где $K_{\text{общ}}$ и $K_{\text{фон}}$ – содержание элемента в исследуемой почве и в фоновой почве.

При загрязнении почвы двумя и более элементами проводится расчет суммарного показателя загрязнения *Z_c*:

$$Z_{\rm c} = \sum_{i=1}^{n} K_{\rm c} - (n-i),$$

где $K_{\rm c}$ – коэффициенты техногенной концентрации, превышающие единицу; n – число элементов при $K_{\rm c}$ > 1.

Уровень загрязнения считается низким, если Z_c находится в пределах 0 – 16; средним (умеренно опасным) – если $Z_c = 16 \div 32$; высоким (опасным) – если $Z_c = 32 \div 128$; очень высоким (чрезвычайно опасным) – если $Z_c > 128$.

В табл. 4 представлена оценка химического загрязнения пробных площадок по ряду элементов, исходя из которой можно увидеть следующее:

– суммарный показатель загрязнения на площадках
 1, *2*, *3*, *6* имеет значение меньше 16 (загрязнение почв находится в категории допустимого);

– на площадках 4, 5, 7, 8 суммарный показатель загрязнения находится в интервале 16 – 32 (загрязнение почв на этих площадках находится в категории умеренно опасного).

Выводы

Анализ снежного покрова показал, что содержание тяжелых металлов и мышьяка, сухой остаток в талой воде, содержание хлорид- и сульфат-ионов на пробных площадках СЗЗ АО «ЕВРАЗ ЗСМК» не превышают ПДК. В почвенном покрове на пробных площадках СЗЗ содержание тяжелых металлов (V, Mn, As, Sb, Ni, Cu, Zn, Pb), мышьяка, серы, нефтепродуктов, а также значение *p*H находятся в пределах нормы. Некоторое превышение содержания бенз(а)пирена зафиксировано только на одной площадке из восьми. Суммарный показатель загрязнения на четырех из восьми пробных площадок находится в категории допустимого.

Список литературы / References

 Турос О.І., Петросян А.А., Ананьєва О.В., Картавцев О.М. Розширення можливостей санітарно-епідеміологічної експертизи при обгрунтуванні встановлення розміру санітарно-захисної зони для феросплавного підприємства на етапі управління ризиком. Гігісна населених місць. 2013;(61):62–70.

Turos O.I., Petrosyan A.A., Anan'eva O.V., Kartavtsev O.M. Expanding the possibilities of sanitary and epidemiological expertise in justifying the establishment of size of sanitary protection zone for a ferroalloy enterprise at the risk management stage. *Gigiena naselenikh mists'*. 2013;(61):62–70. (In Ukr.).

- Alimbaev T., Mazhitova Zh., Beksultanova C., TentigulKyzy N. Activities of mining and metallurgical industry enterprises of the Republic of Kazakhstan: environmental problems and possible solutions. In: XIII Int. Sci. and Pract. Conf. "State and Prospects for the Development of Agribusiness – INTERAGROMASH 2020". 2020;175:14019. https://doi.org/10.1051/e3sconf/202017514019
- Casas A., Ferrero G., Tapias J.C., Rivero L., Font X., Viladevall M. Mapping heavy metal pollution of soils affected by metallurgical point-source pollution near Barcelona (Spain). In: 68th European Association of Geoscientists and Engineers Conference and Exhibition incorporating SPE EUROPEC 2006, EAGE 2006: Opportunities in Mature Areas. 2006;4: 2091–2095. https://doi.org/10.3997/2214-4609.201402202
- Medvedev M.A., Medvedev A.N., Kolomytseva A. On the use of cluster analysis for interpretation of soil pollution monitoring data obtained near mining enterprise. In: 44th Int. Conf. on Applications of Mathematics in Engineering and Economics. 2018;2048(1):060016. https://doi.org/10.1063/1.5082131
- Zhukorskyi O., Nykyforuk O. Assessment of snow cover in sanitary protection zone of pig complexes of different capacities. Агроекологічний журнал. 2014;(3):64–69.
- 6. Brimblecombe P., Lefèvre R.-A. Weathering of materials at Notre-Dame from changes in air pollution and climate in

Paris, 1325–2090. Journal of Cultural Heritage. 2021;50: 88–94. https://doi.org/10.1016/j.culher.2021.06.007

- Kozłowski R., Jóźwiak M., Jóźwiak M.A., Rabajczyk A. Chemism of atmospheric precipitation as a consequence of air pollution: The case of Poland's holy cross mountains. *Polish Journal of Environmental Studies*. 2011;20(4):919–924.
- Pilecka J., Valujeva K., Grinfelde I., Eihe P., Purmalis O. Snow in the cities as an indicator of air pollution caused by traffic. In: 19th Int. Multidisciplinary Sci. GeoConference Surveying Geology and Mining Ecology Management, SGEM, 2019. 2019;19(4.1):1069–1076. https://doi.org/10.5593/sqem2019/4.1/S19.136
- Pilecka J., Grinfelde I., Purmalis O., Valujeva K., Ulcugacevs V. The heavy metal deposition in snow: case study of Jelgava city. In: 20th Int. Multidisciplinary Sci. GeoConference Surveying Geology and Mining Ecology Management, SGEM 2020. 2020;20(4.1):507–514. https://doi.org/10.5593/sgem2020/4.1/s19.063
- Chen L., Zhi X., Shen Z., Dai Y., Aini G. Comparison between snowmelt-runoff and rainfall-runoff nonpoint source pollution in a typical urban catchment in Beijing, China. *Environmental Science and Pollution Research*. 2018;25(3): 2377–2388. https://doi.org/10.1007/s11356-017-0576-z
- 11. Рогуля Л.И. Снежный покров индикатор загрязнения атмосферы. *Молодой ученый*. 2018;(39):48–51. URL:

https://moluch.ru/archive/225/52866/ (Дата обращения: 14.09.2023).

- 12. Безрукова В.В., Самохвалова О.А., Ильина А.С., Хороших П.С., Воробьева Д.Н. Экомониторинг снежного и почвенного покровов в границах санитарно-защитной зоны АО «ЕВРАЗ ЗСМК». В кн.: Наука и молодежь: проблемы, поиски, решения. Труды Всероссийской научной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, 14-16 мая 2019 г. Новокузнецк, ИЦ СибГИУ, 2019;23(6):342–347.
- Kicińska A. Environmental risk related to presence and mobility of As, Cd and Tl in soils in the vicinity of a metallurgical plant – Long-term observations. *Chemosphere*. 2019;236: 124308. https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.07.039
- Paliulis D., Uselyte I., Couch W. J. Experimental investigations of heavy metals concentrations in the ground of section Kazlu Ruda – Jure. In: 7th Int. Conf. on Environmental Engineering, ICEE 2008 – Conf. Proceedings. 2008:267–273.
- Stevanović J., Serbula S.M., Trujić V. Arsenic heavy metals and SO₂ derived in: A mining-metallurgical production process. In: *Hazardous Materials: Types, Risks and Control.* 2011:187–223.
- 16. Геохимия окружающей среды / А.И. Ачкасов, И.Л. Башаркевич, Т.Л. Онищенко, Л.Н. Павлова, Б.А. Ревич, Ю.Е. Сает, С.Ш. Саркисян, Р.С. Смирнова, Н.Я. Трефилова, Е.П. Янин. Москва: Недра; 1990:335.

Сведения об авторах / Information about the Authors

Марина Александровна Захарова, аспирант кафедры металлургии черных металлов, Сибирский государственный индустриальный университет *E-mail:* marina-shentsova@mail.ru

Анатолий Сергеевич Водолеев, д.с-х.н., профессор кафедры теплоэнергетики и экологии, Сибирский государственный индустриальный университет ORCID: 0009-0003-0081-2797 *E-mail:* botanik-egf@yandex.ru

Оксана Сергеевна Андреева, к.г.н., доцент кафедры геоэкологии и географии, Кузбасский гуманитарно-педагогический институт Кемеровского государственного университета *E-mail:* o_s_a@bk.ru

Константин Игоревич Домнин, аспирант кафедры теплоэнергетики и экологии, Сибирский государственный индустриальный университет ORCID: 0009-0003-2257-091X *E-mail:* domnin k i@mail.ru Marina A. Zakharova, Postgraduate of the Chair of Ferrous Metallurgy, Siberian State Industrial University *E-mail:* marina-shentsova@mail.ru

Anatolii S. Vodoleev, Dr. Sci. (Agr.), Prof. of the Chair "Thermal Power and Ecology", Siberian State Industrial University ORCID: 0009-0003-0081-2797 E-mail: botanik-egf@yandex.ru

Oksana S. Andreeva, Cand. Sci. (Geogr.), Assist. Prof. of the Chair "Geoecology and Geography", Kuzbass Humanitarian and Pedagogical Institute of the Kemerovo State University *E-mail:* o_s_a@bk.ru

Konstantin I. Domnin, Postgraduate of the Chair "Thermal Power and Ecology", Siberian State Industrial University ORCID: 0009-0003-2257-091X E-mail: domnin_k_i@mail.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
 М. А. Захарова – проведение экспериментальных исследований, обработка и анализ результатов. А. С. Водолеев – формирование основной концепции, цели и задач исследования; написание текста рукописи. О. С. Андреева – обзор публикаций по теме статьи, анализ экспериментальных данных. К. И. Домнин – обработка результатов, анализ данных, доработка текста. 	 <i>M. A. Zakharova</i> - conducting experimental studies, processing and analysis of the results. <i>A. S. Vodoleev</i> - formation of the main concept, goals and objectives of the study; writing the text. <i>O. S. Andreeva</i> - literary review, analysis of experimental data. <i>K. I. Domnin</i> - processing of the results, data analysis, revision of the text.
Поступила в редакцию 07.10.2021 После доработки 02.06.2023 Принята к публикации 08.06.2023	Received 07.10.2021 Revised 02.06.2023 Accepted 08.06.2023

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



УДК 621.78:669.15-194.56 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-544-553



Оригинальная статья Original article

Влияние серебра и термической обработки на свойства проволоки из аустенитной стали 03X17H10M2

А. Д. Горбенко^{1, 2}, М. А. Каплан¹, С. В. Конушкин¹, Е. О. Насакина¹,

А. С. Баикин¹, К. В. Сергиенко¹, А. Ю. Иванников¹, Я. А. Морозова^{1, 2},

С. А. Ошкуков³, А. Г. Колмаков¹, М. А. Севостьянов^{1, 2}

¹ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 49) ² Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии (Россия, 143050, Московская область, Одинцовский район, р.п. Большие Вяземы, ул. Институт, владение 5)

³ Московский областной научно-исследовательский клинический институт им. М.Ф. Владимирского (Россия, 129110, Москва, ул. Щепкина, 61/2)

💌 artemgorbenk@yandex.ru

Аннотация. В статье рассматривается влияние различных термических обработок, их температуры, а также легирования серебром на механические свойства, фазовый состав и структуру проволоки из нержавеющей хромоникельмолибденовой аустенитной стали 03X17H10M2. Выбор величины легирования серебром основывался на ранее проведенных исследованиях антибактериального эффекта от модифицирования медицинских сталей серебром. Поскольку антибактериальное воздействие подтверждено на нескольких штаммах бактерий, для наиболее эффективной эксплуатации сплавов требуется определить наилучший температурный режим работы с ними. Сталь для исследования выплавлена и затем через операции прокатки, ковки и волочения преобразована в проволоку. На полученных образцах проволоки разного диаметра с содержанием серебра 0; 0,2 и 0,5 % (по массе) проведены механические испытания для определения относительного удлинения, предела текучести и предела прочности. На проволоке разного диаметра опробованы различные режимы и температуры термических обработок для исследования их влияния на механические свойства и структуру. Исследованы различные режимы и температуры термической обработок для исследования их влияния на механические свойства и структуру. Исследованы различные режимы и температуры термической обработок для исследования их влияния на механические свойства и структуру. Исследована микроструктура подвергнутых термической обработке и полученных после волочения образцов проволоки. Также проведен фазовый анализ с целью установления эффекта от присутствия серебра в различных количествах на аустенитную сталь. По результатам исследования фазового состава сделан вывод, что серебро уменьшает количество гамма-фазы в стали, и этот эффект растет пропорционально увеличению доли серебра. Данное изменение коррелирует с небольшим падением пластичности металла. При этом значимых изменений в прочностных характеристиках и микроструктуре от присутствия серебра не наблюдается.

Ключевые слова: термическая обработка, проволока, серебро, нержавеющая сталь, механические свойства, фазовый состав

Для цитирования: Горбенко А.Д., Каплан М.А., Конушкин С.В., Насакина Е.О., Баикин А.С., Сергиенко К.В., Иванников А.Ю., Морозова Я.А., Ошкуков С.А., Колмаков А.Г., Севостьянов М.А. Влияние серебра и термической обработки на свойства проволоки из аустенитной стали 03X17H10M2. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):544–553. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-544-553

EFFECT OF SILVER AND HEAT TREATMENT ON PROPERTIES OF 03KH17N10M2 AUSTENITIC STEEL WIRE

A. D. Gorbenko^{1, 2}, M. A. Kaplan¹, S. V. Konushkin¹, E. O. Nasakina¹,

A. S. Baikin¹, K. V. Sergienko¹, A. Yu. Ivannikov¹, Ya. A. Morozova^{1, 2},

S. A. Oshkukov³, A. G. Kolmakov¹, M. A. Sevost'yanov^{1, 2}

¹ Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

² All-Russian Research Institute of Phytopathology (5 Institut Str., Bol'shie Vyazemy Vil., Odintsovo District, Moscow Region 143050, Russian Federation)

³M.F. Vladimirskii Moscow Regional Research Clinical Institute (61/2 Shchepkina Str., Moscow 129110, Russian Federation)

💌 artemgorbenk@yandex.ru

Abstract. The article examines the influence of various heat treatments, their temperature, as well as silver alloying on mechanical properties, phase composition and structure of steel wire from chromium-nickel-molybdenum austenitic stainless steel 03Kh17N10M2. Choice of the amount of silver alloying was based on previous studies of the antibacterial effect of modifying medical steels with silver. Since the antibacterial effect was confirmed on several bacterial strains, for the most efficient operation of alloys, it is necessary to determine the best temperature mode for working with them. Steel for the study was smelted and then transformed into wire through rolling, forging and drawing operations. On the obtained wire samples of different diameters with a silver content (0; 0.2 and 0.5 wt. %) mechanical tests were carried out to determine the elongation, yield strength and tensile strength. Various modes and temperatures of heat treatment were tested on wire of different diameters to study their effect on mechanical properties and structure. Microstructure of the wire samples subjected to heat treatment and obtained after drawing was investigated. A phase analysis was also carried out to determine the effect of silver in various quantities on austenitic steel. According to the results of the phase composition analysis, it was concluded that silver reduces the amount of gamma phase in steel, and this effect increases in proportion to the increase in silver amount. This change correlates with a slight drop in the metal ductility. At the same time, there are no significant changes in the strength characteristics and microstructure from the presence of silver.

Keywords: heat treatment, wire, silver, stainless steel, mechanical properties, phase composition

For citation: Gorbenko A.D., Kaplan M.A., Konushkin S.V., Nasakina E.O., Baikin A.S., Sergienko K.V., Ivannikov A.Yu., Morozova Ya.A., Oshkukov S.A., Kolmakov A.G., Sevost'yanov M.A. Effect of silver and heat treatment on properties of 03Kh17N10M2 austenitic steel wire. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):544–553. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-544-553

Введение

Аустенитные стали широко применяются в тех областях хозяйственной деятельности, где от материалов требуются высокая стойкость к коррозионному воздействию и долговечность. Например, медицина, пищевая промышленность, химическое производство и др. Это связано с комплексом требований, включающих коррозионную стойкость и относительно низкую стоимость. Эти стали получили распространение в медицине при непосредственной работе с человеческим телом (прямой и продолжительный контакт, например, имплантация) также благодаря биотолерантности и достаточно высокой пластичности [1 - 3].

При имплантации на короткие сроки используются биотолерантные материалы, которыми являются, в том числе согласно ГОСТам, высоколегированные нержавеющие стали [4; 5]. Они могут использоваться и для создания протезов с длительным сроком действия [6; 7], но в настоящее время в этом случае их дополняют покрытиями и другими способами повышения биосовместимости [8]. Нержавеющие медицинские стали устойчивы к агрессивной среде внутри человеческого тела и, что особенно важно, не вызывают иммунной реакции (исключая индивидуальную, редкую аллергическую реакцию на отдельные компоненты). При этом, несмотря на преимущества таких материалов, при проведении операций невозможно исключить вероятность возникновения бактериальной инфекции в области вокруг имплантата [9-12].

Серебро известно своей способностью нарушать обмен веществ у бактерий [13 – 16]. Это важное свойство оно сохраняет и при использовании в составе наносимого на изделия покрытия [17; 18], и даже в виде компонента сплава [19 – 21]. В ряде публикаций [2; 19] авторы провели работу по получению стали 03X17H10M2 с добавлением 0,2 и 0,5 % Ад и исследованию этих составов на предмет антибактериальных свойств. В ходе работы выяснено, что наличие уже 0,2 % Ад в составе стали достаточно для подавления вредоносных штаммов бактерий *Pseudomonas marginalis* и *Clavibacter*. При этом повышение содержания серебра приводило к более выраженному эффекту. Эти составы также изучались для определения механических свойств и микроструктурных изменений. Однако исследования проводились на материалах в форме слитков и катаных изделий. В то же время использование таких сталей возможно в виде проволоки, либо в качестве заготовки, например, для дальнейшего применения в аддитивном производстве или сварке, либо для формирования изделий простой механической обработкой.

Настоящая работа проводилась с целью определения механических свойств проволоки из стали 03X17H10M2 (схожей по химическому составу со сталями, применяющимися в медицине и бижутерии, вроде 316L) с добавлением серебра, влияния серебра на структуру стали, ее фазовый состав и механические свойства, а также влияния различных типов термической обработки на исследуемую сталь с добавлением серебра.

Материалы и методы

Выплавка стали проведена в институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН. Путем трехкратной переплавки получена хромоникельмолибденовая нержавеющая аустенитная сталь 03X17H10M2 с дополнительным микролегированием серебром. Химический состав полученных сплавов представлен в табл. 1. Под *1* обозначен оригинальный состав без добавления серебра. В сплав *2* добавляли 0,2 % Ад, в сплав *3* – 0,5 % Ад. Подробная технология получения слитков представлена в работе [2].

Прокатка литых заготовок до состояния пластин толщиной в 1 мм проведена на двухвалковом стане. Далее деформированные заготовки поворачивались на 90° и повторением прокатки доводились до состоя-
Таблица 1

Составы выплавленных сплавов

Table 1. Compositions of the smelted alloys

Номер		Содержание элемента, % (по массе)								
сплава	C	Cr	Ni	Ag	Si	Mn	Мо	Р	S	N
1	0,023	16,75	10,09	0	0,43	1,82	2,05	0,041	0,009	0,073
2	0,023	16,75	10,09	0,2	0,43	1,82	2,05	0,041	0,009	0,073
3	0,023	16,75	10,09	0,5	0,43	1,82	2,05	0,041	0,009	0,073

ния прутка 10×10 мм. Для получения диаметра 2,4 мм проведена ротационная ковка на радиальных ковочных машинах с последовательной сменой бойков и шагом в 1 мм до получения диаметра 5 мм, после чего шаг уменьшался до 0,5 мм. Во время ковки материалы подвергались промежуточному нагреву до 700 °C.

Для возможности дальнейших операций и выявления влияния различных видов термообработки (TO) на свойства прутков из полученных сталей в муфельной печи проведены различные TO прутка диаметром 2,4 мм: отжиг, нормализация и закалка.

Перед обработкой до меньшего диаметра осуществлялась операция по удалению окалины, для чего использовался раствор азотной и соляной кислот. Смазывание прутков проводилось с использованием натриевого мыла, а в качестве подсмазочного слоя наносилась бура. Этот слой нужен для повышения адгезии смазочного материала к стальной поверхности.

Дальнейшее изменение диаметра до размера в 1 мм проведено на волочильном стане. Операция проходила на воздухе. С диаметра 2,4 до 1,6 мм проволока



Рис. 1. Полученная проволока диаметром 1 мм

Fig. 1. Obtained wire with a diameter of 1 mm

обрабатывалась со скоростью 5 м/мин, с уменьшением диаметра на 0,2 мм за проход. После этого для разупрочнения нагартованной стали в печи проведена двухминутная термическая обработка при 900 °С. Дальнейшее волочение проволоки до диаметра 1 мм проходило в 2 раза меньшими шагом и скоростью: 0,1 мм за проход и 2,5 м/мин соответственно.

После получения финального диаметра проволока из стали без добавления серебра подвергалась термической обработке при температурах 900, 950, 1000 и 1050 °C с выдержкой 2,5 мин (рис. 1).

Структурные исследования проводились на шлифах. Запрессовка образцов полученных сталей осуществлялась в непроводящую смолу. После этого образцы были отшлифованы и отполированы.

Травление поверхности выполняли с помощью состава для высоколегированных сталей, состоящего из плавиковой, серной и азотной кислот (2, 15 и 5 % соответственно, остальное вода).

Микроструктурные исследования проведены на микроскопе Альтами МЕТ 5С. В результате получены изображения структуры проволоки двух диаметров: 2,4 и 1 мм. Фотофиксация выполнена в поляризованном свете при максимальной яркости.

Изучен фазовый состав полученных сталей. Рентгеновские дифрактограммы получены в геометрии параллельного пучка в излучении CuK_{α} . Погрешность положения рефлексов в ходе анализа не превышала 0,01° 20. Параметр кристаллической решетки уточняли экстраполяцией на $\theta = 90^{\circ}$ по методу Нельсона-Райли в программе «Origin-2017». Величину микродеформации кристаллической решетки основной фазы определяли по методу Вильямсона-Холла. Количественное содержание кристаллических фаз оценивалось методом корундовых чисел.

Механические свойства полученных проволок рассчитывались по результатам испытаний на растяжение, которые проводились на универсальной испытательной машине INSTRON 3382. Среднее значение высчитывалось на основе пяти опытов. Определение предела прочности, предела текучести и относительного удлинения проведено с помощью программного обеспечения испытательной машины в соответствии с ГОСТ 1497 – 84.

Результаты работы и их обсуждение

На рис. 2 представлены поверхности шлифов, сделанных из прутков диаметром 2,4 мм.

Исходя из анализа микроструктуры, можно заключить, что видимого эффекта на размер зерен присутствие серебра в обоих случаях не оказало. Материалы после волочения упрочнены, сильно деформированы по всему объему металла, вследствие чего показывают минимальную пластичность. Для возможности дальнейших операций и выявления влияния серебра и типа термической обработки на свойства прутков из стали 03X17H10M2 проведены отжиг, нормализация и закалка полученных прутков. На рис. 3 пред-



Рис. 2. Микроструктура прутков: *a* – 03X17H10M2; *б* – 03X17H10M2 + 0,2 Ag; *в* – 03X17H10M2 + 0,5 Ag

Fig. 2. Microstructure of the bars: *a* - 03Kh17N10M2; *σ* - 03Kh17N10M2 + 0.2 Ag; *s* - 03Kh17N10M2 + 0.5 Ag



Рис. 3. Микроструктура прутков после нормализации при 900 °C (выдержка 2 мин): a-03X17H10M2; 6-03X17H10M2+0,2 Ag; 6-03X17H10M2+0,5 Ag





Рис. 4. Микроструктура прутков после отжига при 950 °С (выдержка 2,5 мин): $a-03X17H10M2; \, 6-03X17H10M2+0,2$ Ag; e-03X17H10M2+0,5 Ag

Fig. 4. Microstructure of the bars after annealing at 950 °C (holding time – 2.5 min): a - 03Kh17N10M2; $\delta - 03$ Kh17N10M2 + 0.2 Ag; $\epsilon - 03$ Kh17N10M2 + 0.5 Ag



Рис. 5. Микроструктура прутков после закалки 950 °C (выдержка 2,5 мин): a - 03X17H10M2; $\delta - 03X17H10M2 + 0,2$ Ag; $\epsilon - 03X17H10M2 + 0,5$ Ag

Fig. 5. Microstructure of the bars after quenching at 950 °C (holding time – 2.5 min): a - 03Kh17N10M2; $\delta - 03$ Kh17N10M2 + 0.2 Ag; $\epsilon - 03$ Kh17N10M2 + 0.5 Ag

ставлены изображения трех сплавов после проведения нормализации (900 °C), на рис. 4 – микроструктура после отжига при 950 °C, на рис. 5 – после закалки (950 °C).

После термических обработок в материалах проволок происходит рекристаллизация, благодаря которой осуществляется формирование мелкозернистой структуры (размеры зерен 3 – 6 мкм).

После закалки наблюдается равноосная и мелкодисперсная структура аустенита. Ее полосчатость говорит о том, что рекристаллизация до начала ускоренного охлаждения образцов не завершилась. Охлаждение образцов с печью придало зернам более правильную форму, чем при охлаждении в воде. При этом отожженные образцы показывают лучшую травимость по сравнению с закаленными. У образцов, нормализированных от температуры 900 °C, наблюдаются такие же микроструктуры, что и у закаленных.

Микроструктуры всех составов, вне зависимости от наличия серебра, не имеют значительных отличий друг от друга, т. е. микролегирование не вызывает микроструктурных изменений.

Определены механические свойства сталей плавок *l* – *3* после различных термических обработок. Результаты испытаний представлены в табл. 2.

Термическая обработка прутков диаметром 2,4 мм во всех случаях приводит к значительному увеличению пластичности, что необходимо для снятия наклепа и получения проволоки меньшего диаметра. При этом наибольший эффект показало проведение закалки в случае 03X17H10M2 без добавления серебра, позво-

Таблица 2

Механические свойства прутка диаметром 2,4 мм в зависимости от химического состава образца и термической обработки

Материал и термическая обработка	Относительное удлинение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа
<i>l</i> (03X17H10M2) после волочения	12 ± 1	243 ± 3	1026 ± 10
<i>1</i> + нормализация 900 °C, 2 мин	31 ± 1	454 ± 5	760 ± 8
<i>l</i> + отжиг 950 °C, 2,5 мин	33 ± 2	423 ± 4	738 ± 7
<i>l</i> + закалка 950 °C, 2,5 мин	53 ± 2	311 ± 3	691 ± 7
2 (03X17H10M2 + 0,2 % Аg) после волочения	10 ± 1	177 ± 3	974 ± 8
2 + нормализация 900 °С, 2 мин	42 ± 2	365 ± 4	721 ± 7
2 + отжиг 950 °C, 2,5 мин	28 ± 1	346 ± 3	667 ± 7
2 + закалка 950 °C, 2,5 мин	35 ± 2	295 ± 3	645 ± 5
3 (03X17H10M2 + 0,5 % Ag) после волочения	3 ± 1	276 ± 3	900 ± 9
3 + нормализация 900 °C, 2 мин	30 ± 1	336 ± 4	672 ± 6
<i>3</i> + отжиг 950 °C, 2,5 мин	31 ± 1	394 ± 5	714 ± 7
<i>3</i> + закалка 950 °C, 2,5 мин	45 ± 2	293 ± 4	680 ± 6

Table 2. Mechanical properties of a bar with diameter of 2.4 mm, depending on the sample composition and heat treatment

Таблица З

Фазовый состав и параметры кристаллической решетки проволоки диаметром 1 мм образцов 1-3

Состав	Параметры кристаллической решетки, Å	Фазовый состав	Объемная доля, %	Весовая доля, %	
	$3,59442 \pm 0,00008$	γ-Fe	$85{,}3\pm0{,}1$	$85{,}6\pm0{,}1$	
1(02V17U10M2)	$2,\!87512\pm0,\!00011$	α-Fe	$13{,}8\pm0{,}1$	$13{,}5\pm0{,}1$	
I(03X1/1110W12)	8,81800	a NiCa	0.0 ± 0.1	0.0 ± 0.1	
	4,57800	0-INICI	$0,9 \pm 0,1$	0,0 ± 0,1	
	$3{,}59488 \pm 0{,}00009$	γ-Fe	$82{,}9\pm0{,}2$	$83,3 \pm 0,2$	
$2(02X17U10M2 + 0.20/A_{a})$	$2,\!87552\pm0,\!00012$	α-Fe	$15{,}8\pm0{,}1$	$15,5 \pm 0,1$	
2(03 A1/H10M2 + 0,2% Ag)	8,81800	- NEC-	1.2 ± 0.1	12+01	
	4,57800	o-micr	$1,5 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$	
	$3{,}59497 \pm 0{,}00008$	γ-Fe	$74,2 \pm 0,1$	$74,7 \pm 0,1$	
$2(02X17U10M2 + 0.50/A_{a})$	$2,\!87599 \pm 0,\!00008$	α-Fe	$24,1 \pm 0,1$	$23,7 \pm 0,1$	
3(03A1/H10M2 + 0,5% Ag)	$8,\!80994 \pm 0,\!00165$	- NEC-	1.7 ± 0.1	1 () 0 1	
	$4{,}59121 \pm 0{,}00165$	o-inicr	$1,7 \pm 0,1$	$1,6 \pm 0,1$	

Table 3. Phase composition and parameters of the crystal lattice of 1 mm wire samples 1-3

лив добиться показателя относительного удлинения более 50 %. Серебро на механические характеристики повлияло мало, немного понизив пластичность. Таким образом, именно закалка выбрана в качестве наиболее подходящего метода подготовки к дальнейшему волочению проволоки до диаметра в 1 мм.

С целью лучшего изучения влияния серебра проведен рентгеновский фазовый анализ. Исследование фазового состава выполнялось уже на проволоках диаметром 1 мм. Данные по фазовому составу проволок представлены в табл. 3 и на рис. 6, 7.

По результатам исследований фазового состава отмечается уменьшение количества γ -Fe и увеличение α -Fe, σ -NiCr от проволоки состава *l* к составу *3*. Таким образом, наблюдается ферритообразовательное влияние серебра в составе нержавеющей стали, так как с ростом содержания серебра увеличивается доля α -Fe и σ -NiCr фаз. Присутствие феррита является следствием интенсивной пластической деформации в процессе волочения проволоки, и не подавляется, так как содержание элементов-аустенитизаторов (углерода, марганца и никеля) в стали достаточно низкое. В условиях использования полученной проволоки в таком виде при производстве может быть целесообразной термообработка с целью получения однофазной структуры.

Микроструктура проволок, использованных в фазовом анализе, представлена на рис. 8. После волочения проволока нагартована.

Механические свойства полученных проволок составов *1* – *3* после волочения до диаметра в 1 мм представлены в табл. 4.

Исследование механических свойств проволоки исходного состава и сравнение с легированными

составами показало, что проволока с добавлением серебра имеет аналогичные механические характеристики.

Для выяснения влияния термической обработки на деформационно упрочненную проволоку диаметром 1 мм образцы подвергались термической обработке при температурах 900, 950, 1000 и 1050 °C с выдержкой 2,5 мин. Результаты механических испытаний материала после термической обработки представлены в табл. 5.

Установлено, что с ростом температуры нагрева под закалку увеличивается пластичность и снижается прочность, что происходит из-за снижения плотности



Рис. 6. Дифрактограмма с результатами фазового анализа

Fig. 6. Diffractogram with the results of phase analysis



Рис. 7. Увеличенная дифрактограмма с результатами фазового анализа

Fig. 7. Enlarged diffractogram with the results of phase analysis



Рис. 8. Микроструктура проволок диаметром 1 мм, полученная при волочении из сталей марок 1 (а), 2 (б), 3 (в)

Fig. 8. Microstructure of the wires with a diameter of 1 mm obtained on optical microscope 1(a), 2(b), 3(e)

дислокаций и увеличения размеров зерна. Среда процесса охлаждения (воздух или вода) одинаково влияет на механические свойства из-за достаточно маленького диаметра проволоки. Полученные данные совпадают с существующими рекомендациями по термической обработке хромоникельмолибденовых сталей. Также и результаты механических испытаний прутков, несмотря на наличие

Таблица 4

Механические свойства проволок диаметром 1 мм

Table 4. Mechanical properties of wires with diameter of 1 mm

Состав	Относительное удлинение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа
1 (03X17H10M2)	$2,1 \pm 0,3$	1018 ± 8	1356 ± 8
2 (03X17H10M2 + 0,2 % Ag)	$1,5 \pm 0,3$	1207 ± 9	1648 ± 10
<i>3</i> (03X17H10M2 + 0,5 % Ag)	$1,2 \pm 0,2$	1280 ± 9	1636 ± 10

Таблица 5

Механические свойства проволоки состава 1 диаметром 1 мм в зависимости от термической обработки (охлаждение на воздухе или в воде)

Термическая обработка	Относительное удлинение, %	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	
900 °С, 2 мин, воздух	$51,5 \pm 1,3$	399 ± 5	802 ± 7	
950 °С, 2 мин, воздух	$52,1 \pm 1,4$	371 ± 4	765 ± 7	
1000 °С, 2 мин, воздух	$55,7 \pm 1,5$	325 ± 3	738 ± 6	
1050 °С, 2 мин, воздух	$61,\!4 \pm 1,\!8$	311 ± 3	707 ± 6	
900 °С, 2 мин, вода	$52,3 \pm 1,4$	386 ± 5	792 ± 7	
950 °С, 2 мин, вода	$54,6 \pm 1,5$	344 ± 4	766 ± 7	
1000 °С, 2 мин, вода	$58,0 \pm 1,8$	320 ± 3	739 ± 6	
1050 °С, 2 мин, вода	$66,7 \pm 1,9$	319 ± 3	713 ± 6	

Table 5. Mechanical properties of the wire with composition 1 and diameter, depending on heat treatment (cooling in air or water)

серебра в составе сталей, не показывают аномальных результатов. При этом стоит отметить, что ферритообразующее влияние серебра, обнаруженное в ходе рентгеновского фазового анализа, совпадает с результатами работы [20], где добавление 0,2 % Ag в сталь 2205 DSS приводило к росту содержания ферритной фазы на 1,1 %. Однако для стали 03X17H10M2 эффект оказался в два с лишним раза больше (2,3 %). Это, скорее всего, связано с тем, что количество ферритной фазы в стали 2205 DSS изначально было в несколько раз больше, чем у стали 03X17H10M2.

Выводы

Исследование механических свойств проволоки различных диаметров из аустенитной нержавеющей стали 03X17H10M2 без и с добавлением серебра в количестве 0,2 и 0,5 % показало, что легирование серебром приводит к небольшому уменьшению пластичности и росту прочности. Повышение содержания серебра вызывает изменение фазового состава: уменьшение количества γ -фазы и увеличение α -фазы и σ -фазы. Добавление лишь 0,5 % Ад ведет к уменьшению доли аустенита на 11,1 %.

После термических обработок, вне зависимости от химического состава и диаметра проволоки, происходит рекристаллизация, вызывающая образование мелкозернистой структуры (размеры зерен 3 – 6 мкм).

При этом закалка на воздухе и закалка в воде полученной проволоки диаметра 1 мм привели к одинаковому результату, что говорит о том, что закалку изделий из сталей подобного состава можно проводить на воздухе при диаметре до 1 мм. Однако уже при диаметре более 2 мм тип термической обработки дает существенную разницу механических свойств.

Список литературы / References

- Chen Q., Thouas G.A. Metallic implant biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports.* 2015;87:1–57. https://doi.org/10.1016/j.mser.2014.10.001
- Колмаков А.Г., Иванников А.Ю., Каплан М.А., Кирсанкин А.А., Севостьянов М.А. Коррозионностойкие стали в аддитивном производстве. Известия вузов. Черная металлургия. 2021;64(9):619–650. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-619-650

Kolmakov A.G., Ivannikov A.Yu., Kaplan M.A., Kirsankin A.A., Sevost'yanov M.A. Corrosion-resistant steels in additive manufacturing. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(9):619–650. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-619-650

 Каплан М.А., Иванников А.Ю., Конушкин С.В., и др. Исследование структуры, механических и антибактериальных свойств коррозионностойкой стали, легированной серебром и титаном. Доклады Российской академии наук. Химия, науки о материалах. 2022;502(2):41–49. https://doi.org/10.31857/S268695352201006X

Kaplan M.A., Ivannikov A.Yu., Konushkin S.V., etc. Investigation of the structure, mechanical and antibacterial properties of corrosion-resistant steel alloyed with silver and titanium. *Reports of the Russian Academy of Sciences. Chemistry, Materials Sciences.* 2022;502(2):41–49. (In Russ.). *https://doi.org/10.31857/S268695352201006X*

- ГОСТ Р 51148-98. Изделия медицинские. Требования к образцам и документации, представляемым на токсикологические, санитарно-химические испытания, испытания на стерильность и пирогенность. Москва: Издательство стандартов; 05.05.1998:17.
- 5. ГОСТ 30208-94. Инструменты хирургические. Металлические материалы. Часть 1: Нержавеющая сталь. Москва: Издательство стандартов; 01.10.2002:7.
- Zardiackas L.D. Stainless steels for implants. Wiley Encyclopedia of Biomedical Engineering. 2006:1–9. https://doi.org/10.1002/9780471740360.ebs1136

- Dick J.C., Bourgeault C.A. Notch sensitivity of titanium alloy, commercially pure titanium, and stainless steel spinal implants. *Spine*. 2001;26(15):1668–1672. https://doi.org/10.1097/00007632-200108010-00008
- Khosravi F., Nouri Khorasani S., Khalili S., etc. Development of a highly proliferated bilayer coating on 316L stainless steel implants. *Polymers*. 2020;12(5):1022. https://doi.org/10.3390/polym12051022
- Rogers B.A., Little N.J. Surgical site infection with methicillin-resistant Staphylococcus aureus after primary total hip replacement. *The Bone & Joint Journal*. 2008;90-B(11): 1537–1538. https://doi.org/10.1302/0301-620X.90B11.21242
- Arciola C.R., Campoccia D., Montanaro L. Implant infections: adhesion, biofilm formation and immune evasion. Nature Reviews Microbiology. 2018;16(7):397–409. https://doi.org/10.1038/s41579-018-0019-y
- Filipović U., Dahmane R.G., Ghannouchi S., Zore A., Bohinc K. Bacterial adhesion on orthopedic implants. *Advances in Colloid and Interface Science*. 2020;283:102228. https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102228
- Arciola C.R., An Y.H., Campoccia D., Donati M.E., Montanaro L. Etiology of implant orthopedic infections: A survey on 1027 clinical isolates. *The International Journal of Artificial Organs*. 2005;28(11):1091–1100. https://doi.org/10.1177/039139880502801106
- **13.** Rai M.K., Deshmukh S.D., Ingle A.P., Gade A.K. Silver nanoparticles: the powerful nanoweapon against multi-drug-resistant bacteria. *Journal of Applied Microbiology*. 2012;112(5):841–852.

https://doi.org/10.1111/j.1365-2672.2012.05253.x

- Morones J.R., Elechiguerra J.L., Camacho A., Holt K., Kouri J.B., Ramírez J.T., Yacaman M.J. The bactericidal effect of silver nanoparticles. *Nanotechnology*. 2005;16(10):2346. https://doi.org/10.1088/0957-4484/16/10/059
 - Сведения об авторах

Артем Дмитриевич Горбенко, инженер-исследователь, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; инженер-исследователь, Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии *E-mail:* artemgorbenk@yandex.ru

Михаил Александрович Каплан, младший научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *ORCID:* 0000-0002-8635-0719 *E-mail:* mkaplan@imet.ac.ru

Сергей Викторович Конушкин, младший научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *ORCID:* 0000-0002-9574-1957 *E-mail:* venev.55@mail.ru

Елена Олеговна Насакина, старший научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *ORCID:* 0000-0002-0783-1558 *E-mail:* nacakina@mail.ru

Александр Сергеевич Баикин, научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *E-mail:* baikinas@mail.ru

Константин Владимирович Сергиенко, младший научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН *E-mail:* shulf@yandex.ru

- Baker C., Pradhan A., Pakstis L., Pochan D.J., Shah S.I. Synthesis and antibacterial properties of silver nanoparticles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. 2005;5(2): 244–249. https://doi.org/10.1166/JNN.2005.034
- 16. Yamanaka M., Hara K., Kudo J. Bactericidal actions of a silver ion solution on Escherichia coli, studied by energyfiltering transmission electron microscopy and proteomic analysis. *Applied and Environmental Microbiology*. 2005;71(11):7589–7593. https://doi.org/10.1128/AEM.71.11.7589-7593.2005
- Mirzaee M., Vaezi M., Palizdar Y. Synthesis and characterization of silver doped hydroxyapatite nanocomposite coatings and evaluation of their antibacterial and corrosion resistance properties in simulated body fluid. *Materials Science and Engineering: C.* 2016;69:675–684. https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.07.057
- Gobi S.K., Sudhakar T., Karthik Al., etc. Silver-calcia stabilized zirconia nanocomposite coated medical grade stainless steel as potential bioimplants. *Surfaces and Interfaces*. 2021;24:101086.

https://doi.org/10.1016/j.surfin.2021.101086

- Kaplan M.A., Gorbenko A.D., Ivannikov A.Y., etc. Investigation of antibacterial properties of corrosion-resistant 316L steel alloyed with 0.2 wt.% and 0.5 wt.% Ag. *Materials*. 2023;16(1):319. https://doi.org/10.3390/ma16010319
- 20. Yang S.M., Chen Y.C., Pan Y.T., Lin D.Y. Effect of silver on microstructure and antibacterial property of 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: C*. 2016;63:376–383. https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.03.014
- 21. Gong P., Li H., He X., Wang K., Hu J., Tan W., Zhang S., Yang X. Preparation and antibacterial activity of Fe₃O₄@Ag nanoparticles. *Nanotechnology*. 2007;18(28):285604. https://doi.org/10.1088/0957-4484/18/28/285604

x 🖊 Information about the Authors

Artem D. Gorbenko, Research Engineer, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; *Research Engineer*, All-Russian Research Institute of Phytopathology *E-mail:* artemgorbenk@yandex.ru

Mikhail A. Kaplan, Junior Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-8635-0719 E-mail: mkaplan@imet.ac.ru

Sergei V. Konushkin, Junior Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-9574-1957 E-mail: venev.55@mail.ru

Elena O. Nasakina, Senior Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences *ORCID:* 0000-0002-0783-1558 *E-mail:* nacakina@mail.ru

Aleksandr S. Baikin, *Research Associate*, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences *E-mail:* baikinas@mail.ru

Konstantin V. Sergienko, Junior Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences *E-mail:* shulf@yandex.ru Александр Юрьевич Иванников, к.т.н., старший научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0003-1113-391X *E-mail:* aiyannikov@imet.ac.ru

Ярослава Анатольевна Морозова, инженер-исследователь, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; инженер-исследователь, Всероссийский научно-исследовательский институт фитопатологии *E-mail:* yasya12987@gmail.com

Сергей Александрович Ошкуков, к.мед.н., старший научный сотрудник, Московский областной научно-исследовательский клинический институт им. М. Ф. Владимирского *E-mail:* sergey0687@mail.ru

Алексей Георгиевич Колмаков, член-корреспондент РАН, д.т.н., заведующий лабораторией, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0002-4907-951X *E-mail:* akolmakov@imet.ac.ru

Михаил Анатольевич Севостьянов, к.т.н, ведущий научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН; руководитель центра, Всероссийский научноисследовательский институт фитопатологии *ORCID*: 0000-0003-2652-8711

E-mail: msevostyanov@imet.ac.ru

Aleksandr Yu. Ivannikov, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0003-1113-391X *E-mail:* aivannikov@imet.ac.ru

Yaroslava A. Morozova, Research Engineer, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; Research Engineer, All-Russian Research Institute of Phytopathology E-mail: yasya12987@gmail.com

Sergei A. Oshkukov, Cand. Sci. (Medical), Senior Researcher, M. F. Vladimirskii Moscow Regional Research Clinical Institute *E-mail:* sergey0687@mail.ru

Aleksei G. Kolmakov, Corresponding Member of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-4907-951X E-mail: akolmakov@imet.ac.ru

Mikhail A. Sevost'yanov, Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences; *Head of the Center,* All-Russian Research Institute of Phytopathology

ORCID: 0000-0003-2652-8711 **E-mail:** msevostyanov@imet.ac.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
 А. Д. Горбенко – подготовка текста статьи, обработка результатов. М. А. Каплан – проведение исследований. С. В. Конушкин – отработка режимов, получение проволоки. Е. О. Насакина – консультация в исследованиях и написании работы. А. С. Баикин – проведение фазового анализа. К. В. Сергиенко – обработка результатов испытаний. А. Ю. Иванников – проведение термической обработки. Я. А. Морозова – исследование структуры проволоки. С. А. Ошкуков – исследование механических свойств проволоки. А. Г. Колмаков – доработка текста, корректировка выводов. М. А. Севостьянов – научное руководство, редактура статьи. 	 A. D. Gorbenko – writing of the text, processing of the results. M. A. Kaplan – conducting the research. S. V. Konushkin – modes testing, obtaining the wire. E. O. Nasakina – consultation in research and writing the article. A. S. Baikin – conducting phase analysis. K. V. Sergienko – processing of test results. A. Yu. Ivannikov – conducting heat treatment. Ya. A. Morozova – study of the wire structure. S. A. Oshkukov – study of the wire mechanical properties. A. G. Kolmakov – finalization of the text, correction of conclusions. M. A. Sevostyanov – scientific guidance, article editing.
Поступила в редакцию 07.04.2023 После доработки 05.05.2023 Принята к публикации 28.08.2023	Received 07.04.2023 Revised 05.05.2023 Accepted 28.08.2023

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



удк 669.15:621.78 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-554-563



Оригинальная статья Original article

Условия сохранения горячего наклепа в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации

А. А. Кругляков¹, С. О. Рогачев^{2, 3}, П. Ю. Соколов², Д. В. Приуполин²

¹ Научно-коммерческая фирма WBH (Германия, D-10117, Берлин, Фридрихштрассе, 106 Б)

² Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

³ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (Россия, 119334, Москва, Ленинский пр., 49)

💌 csaap@mail.ru

Аннотация. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (РАПЭ) – новый класс безвольфрамовых сталей для горячей обработки давлением при рабочих температурах до 750 – 800 °C. Высокая стойкость прессового инструмента и его длительный ресурс обеспечиваются за счет способности этих сталей сохранять горячее деформационное упрочнение (горячий наклеп). Это обстоятельство отличает стали с РАПЭ от традиционных легированных сталей, склонных к разупрочнению при высоких температурах. Однако температурные диапазоны проявления горячего упрочнения в сталях с РАПЭ систематически не изучены, что затрудняет более эффективное использование штампового инструмента. В данной работе изучено механическое поведение штамповой стали с РАПЭ при термомеханической обработке в широком диапазоне температур, включающей этап предварительной деформации при более низких температурах и этап основной деформации при более высоких температурах, соответствующих температурам эксплуатации прессового инструмента. Термомеханическую обработку проводили на закалочно-деформационном дилатометре DIL 805 А/D по схеме сжатия. Получены истинные диаграммы деформации, определены механические характеристики и показатель деформационного упрочнения. Измерен размер бывшего зерна аустенита в структуре стали после термомеханической обработки. Авторы установили температурно-силовые условия, в которых сталь демонстрирует усиление и стабилизацию горячего упрочнения, либо разупрочнение. Показано, что достигнутое на этапе предварительной деформации при температуре 450 °C упрочнение усиливается на этапе основной деформации при температурах в интервале от 550 до 800 °C, при этом в указанном температурном интервале склонность к усилению горячего упрочнения ослабевает.

Ключевые слова: стали с РАПЭ, штамповые стали, горячая деформация, горячий наклеп, аустенит

Благодарности: Исследование структуры выполнено с использованием оборудования ЦКП «Материаловедение и металлургия» при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (соглашение № 075-15-2021-696). Авторы выражают благодарность к.т.н. Хаткевичу В.М. за советы в организации исследования.

Для цитирования: Кругляков А.А., Рогачев С.О., Соколов П.Ю., Приуполин Д.В. Условия сохранения горячего наклепа в штамповой стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):554–563. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-554-563

PRESERVATION CONDITIONS OF HOT WORK HARDENING IN DIE STEEL WITH REGULATED AUSTENITIC TRANSFORMATION DURING EXPLOITATION

A. A. Kruglyakov¹, S. O. Rogachev^{2, 3}, P. Yu. Sokolov², D. V. Priupolin²

¹ Scientific Production Association WBH (106 b Friedrichstrasse, Berlin D-10117, Germany)

² National University of Science and Technology "MISIS" (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

³ Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences (49 Leninskii Ave., Moscow 119334, Russian Federation)

💌 csaap@mail.ru

Abstract. Die steels with regulated austenitic transformation during exploitation (RATE steels) are a new class of tungsten-free steels for hot forming at operating temperatures up to 750 – 800 °C. High durability of the pressing tool and its long service life are ensured by the ability of these steels

to preservation of hot work hardening. This circumstance distinguishes RATE steels from traditional alloy steels, which are prone to softening at high temperatures. However, the temperature ranges for the preservation of hot hardening in RATE steels was not systematically studied, which makes it difficult to use a pressing tool more efficiently. In this paper, we study the mechanical behavior of RATE die steel during thermo-mechanical treatment in a wide temperature range, including the stage of preliminary deformation at lower temperatures and the stage of main deformation at higher temperatures corresponding to operating temperatures of the pressing tool. The thermo-mechanical treatment was carried out using a hardening-deformation dilatometer DIL 805 A/D according to the compression mode. We obtained the true stress-strain curves and determined the mechanical characteristics and strain hardening index. Size of the former austenite grain in the steel structure after thermo-mechanical treatment was measured. The temperature-force conditions for enhancing hot hardening or stabilizing hot hardening, or softening, were established. It is shown that the hardening achieved at the stage of preliminary deformation at a temperature of 450 °C is enhanced at the stage of main deformation at temperatures in the range from 550 to 800 °C, while in this temperature range the tendency to increase hot hardening is weakened.

Keywords: RATE steels, die steels, hot deformation, hot work hardening, austenite

- Acknowledgements: The study of the structure was carried out using the equipment of the Center for Collective Use "Materials Science and Metallurgy" with the financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (agreement No. 075-15-2021-696). The authors express their gratitude to Khatkevich V.M. for advice on the study organization.
- For citation: Kruglyakov A.A., Rogachev S.O., Sokolov P.Yu., Priupolin D.V. Preservation conditions of hot work hardening in die steel with regulated austenitic transformation during exploitation. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):554–563. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-554-563

Введение

Считается, что стойкость сталей на основе α -железа при температурах разогрева порядка 690 – 700 °С является предельной. Поэтому наиболее теплостойкие штамповые стали типа 5Х3ВЗМФС, 3Х2В8Ф (DIN: Х30WCrV9-3, AISI/SAE: H21 или H21A), 4Х2В5МФ и 4Х2В4ФС с повышенным содержанием вольфрама ограничены рабочими температурами горячего прессования до 660 – 680 °С [1 – 3]. Еще ниже рабочие температуры безвольфрамовых сталей типа 70Х3Г2ФТР или 4Х5МГФС [4; 5]. Несколько выше рабочие температуры у аустенитных сталей, однако они характеризуются низкой технологичностью [6 – 8].

Еще в 1980-х годах Озерским А.Д. и Кругляковым А.А. были разработаны штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации (стали с РАПЭ) – безвольфрамовые стали на основе α-железа для горячей обработки давлением при рабочих температурах до 750 - 800 °C [9 - 11]. Высокая стойкость прессового инструмента и его длительный ресурс обеспечиваются за счет способности этих сталей сохранять горячее деформационное упрочнение (горячий наклеп) [12; 13]. Это обстоятельство и отличает стали с РАПЭ от традиционных легированных сталей, склонных к разупрочнению при высоких температурах. Основная причина разупрочнения – развитие процессов возврата и динамической рекристаллизации [14-16]. Следствие этого - изменение формы кривых растяжения при высоких температурах [17; 18].

Экспериментально склонность к горячему наклепу в сталях с РАПЭ проверяли при термомеханической обработке, включающей предварительную деформацию при более низкой температуре и основную деформацию при более высокой температуре [19 – 21]. Уровень упрочнения, достигнутый на стадии предварительной деформации, сохранялся и усиливался на стадии основной деформации. Однако в этих работах температура предварительной деформации была ограничена 450 °C, а температура основной деформации – 750 °C. Таким образом, температурные диапазоны проявления горячего упрочнения в таких сталях систематически не были изучены. Этот вопрос важен для выбора температур предварительного упрочнения штампа и рабочих температур, обеспечивающих наиболее эффективную и длительную эксплуатацию штампового инструмента.

Цель настоящей работы – изучение влияния температуры горячей деформации на характер горячего упрочнения в штамповой стали с РАПЭ на примере среднеуглеродистой стали системы Fe-C-Si-Cr-Ni--Mn-Mo-V-Ti-Nb.

Материалы и методики исследования

Для исследования взята штамповая сталь с РАПЭ типа 4X2H3M2Г4ФТБС [22] после смягчающей термической обработки на твердость ~34 HRC.

Термомеханическую обработку (ТМО) проводили на закалочно-деформационном дилатометре DIL 805 A/D, при этом использовали цилиндрические образцы высотой 10 мм и диаметром 5 мм. Термомеханическая обработка состояла из следующих этапов:

– аустенизация при 1150 °С в течение 15 мин;

– выдержка 15 мин и предварительная пластическая деформация при температуре в интервале 400 - 500 °C (с шагом 50 °C);

– выдержка 15 мин и основная пластическая деформация при температуре в интервале 550 - 850 °C (с шагом 50 °C).

После ТМО образцы подвергали свободному охлаждению (~10 °C/с).

Диаграмма ТМО показана на рис. 1.

Деформацию проводили по схеме сжатия (пять циклов, деформация на каждом цикле 1 - 2 %, скорость $0,1 c^{-1}$) с записью кривых процесса в координатах «истинное напряжение – истинная деформация».



Рис. 1. Диаграмма термомеханической обработки

Fig. 1. Thermo-mechanical treatment diagram

Показатель деформационного упрочнения n определяли из уравнения $S = Ke^n$, где S – истинное напряжение; K – коэффициент; e – истинная деформация.

Микроструктуру на шлифах после травления в 5 %-ном водном растворе азотной кислоты изучали на оптическом микроскопе NIM-100 при увеличении 200. Размер зерен измеряли на полученных изображениях микроструктуры методом секущих.

Микротвердость определялась методом Виккерса на приборе Micromet 5101 Buehler. При этом использовали следующие параметры: нагрузка 300 г; время приложения нагрузки 10 с; увеличение микроскопа 500. Измерения проводились на поперечных шлифах образцов после ТМО в двух зонах: на периферии и в центре образца. Рассчитывали среднее арифметическое значение и стандартное отклонение по шести измерениям на каждую точку.

Результаты работы и их обсуждение

Механические характеристики стали с РАПЭ при ТМО с варьированием температуры предварительной деформации и постоянной температурой основной деформации приведены в табл. 1, кривые деформации – на рис. 2. Как и в более ранних исследованиях [19; 20], многократная пластическая деформация при 450 °C обеспечила существенное упрочнение стали: максимальное напряжение цикла $S_{\rm max}$ повысилось с
 248-263до 441-467 МПа (в 1,8 раз). Достигнутый уровень упрочнения сохраняется на первом цикле основной деформации при 750 °С и усиливается при следующих четырех циклах: S_{max} повышается до 517-523 МПа (в 1,1 раз). Варьирование температуры предварительного этапа деформации от 400 до 500 °C оказывает слабое влияние на уровень упрочнения как на этапе предварительной деформации, так и на этапе основной деформации. При одинаковых степенях деформации разница в максимальном напряжении отличается не более, чем на 6 %. С увеличением степени основной деформации эта разница уменьшается. Прирост упрочнения на первом цикле основной деформации (по сравнению с пятым циклом предварительной деформации)

Таблица 1

Механические характеристики стали с РАПЭ при ТМО с варьированием температуры предварительной деформации

Table 1. Mechan	nical characteristics o	f RATE steel during	g TMT with var	rying pre-deformation	temperature

Деформация		Пре	цварител	ьная		Основная				
Температура			400 °C					750 °C		
Цикл, номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<i>S</i> , МПа	263	326	379	425	467	471	486	498	508	517
е	0,019	0,018	0,018	0,017	0,016	0,016	0,016	0,015	0,015	0,012
п		0,37					0,06			
Температура			450 °C			750 °C				
<i>S</i> , МПа	250	312	364	409	450	474	493	502	511	518
е	0,019	0,019	0,017	0,017	0,017	0,016	0,016	0,015	0,015	0,014
n			0,38			0,06				
Температура			500 °C					750 °C		
<i>S</i> , МПа	248	308	358	402	441	486	500	510	517	523
е	0,019	0,018	0,018	0,017	0.017	0,015	0,015	0,015	0,014	0,012
п	0,37					0,04				





Fig. 2. Stress-strain curves of RATE steel during TMT with varying pre-deformation temperature 400 (a) and 500 °C (b)

Таблица 2

Механические характеристики стали с РАПЭ при ТМО с варьированием температуры основной деформации

Table 2 Machanical characteristics of RATE steel during	а ТМТ у	with varving	the main	deformation	tomnoraturo
<i>Tuble 2.</i> Mechanical characteristics of KATE steel uning	<u>g i ivii v</u>	with varying	g thể màn	ueror mation	temperature

Деформация		Пре	цварител	ьная	-	Основная				
Температура			450 °C			550 °C				
Цикл, номер	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<i>S</i> , МПа	252	313	363	408	449	445	478	512	541	569
е	0,019	0,019	0,018	0,017	0,017	0,016	0,016	0,015	0,015	0,014
n			0,37					0,16		
Температура			450 °C					600 °C		
<i>S</i> , МПа	242	303	354	398	438	420	445	485	513	537
е	0,019	0,018	0,018	0,017	0,017	0,016	0,015	0,015	0,014	0,012
п			0,38					0,16		
Температура			450 °C					650 °C		
<i>S</i> , МПа	254	316	368	414	452	439	474	504	530	552
е	0,019	0,019	0,018	0,018	0,017	0,016	0,016	0,015	0,015	0,013
п			0,37			0,15				
Температура			450 °C					700 °C		
<i>S</i> , МПа	245	305	355	398	438	454	477	501	521	537
е	0,019	0,019	0,019	0,019	0,018	0,017	0,017	0,017	0,016	0,014
п			0,36			0,11				
Температура			450 °C					750 °C		
<i>S</i> , МПа	250	312	364	409	450	474	493	502	511	518
е	0,019	0,019	0,017	0,017	0,017	0,016	0,016	0,015	0,015	0,014
п			0,38					0,06		
Температура			450 °C					800 °C		
<i>S</i> , МПа	254	315	367	410	449	442	449	449	451	451
е	0,019	0,018	0,017	0,017	0,017	0,015	0,015	0,015	0,014	0,013
п			0,37					0,01		
Температура			450 °C					850 °C		
<i>S</i> , МПа	246	303	352	395	436	368	373	375	377	378
е	0,019	0,018	0,017	0,017	0,017	0,017	0,017	0,016	0,016	0,014
n	0,37					0,02				

наибольший (10 %) в случае температуры предварительной деформации 500 °С.

Механические характеристики стали с РАПЭ при ТМО с постоянной температурой предварительной деформации и варьированием температуры основной деформации приведены в табл. 2, а кривые деформации – на рис. 3.

Достигнутый уровень упрочнения на этапе предварительной деформации при температуре 450 °С усиливается на этапе основной деформации при температурах 550 – 750 °С: при температуре 550 °С S_{max} повышается до 569 МПа (на 27 %), а при температуре 750 °С –

до 518 МПа (на 15%). С повышением температуры основной деформации с 550 до 750°С склонность к горячему упрочнению ослабевает – показатель деформационного упрочнения n уменьшается с 0,16 до 0,06. С дальнейшим повышением температуры основной деформации до 800°С усиления горячего упрочнения не наблюдается, но происходит его стабилизация, т. е. $S_{\rm max}$ в процессе деформации остается почти постоянным (n = 0,01) на уровне 450 МПа. Наконец, с повышением температуры основной деформации до 850°С происходит некоторое разупрочнение стали: $S_{\rm max}$ на первом цикле деформации снижается до 368 МПа (на 20%) и



Рис. 3. Кривые деформации стали с РАПЭ при ТМО с варьированием температуры основной деформации, °C: $a - 550; \delta - 600; e - 650; c - 700; \partial - 750; e - 800; m - 850$

Fig. 3. Stress-strain curves of RATE steel during TMT with varying the main deformation temperature, °C: $a - 550; \delta - 600; e - 650; c - 700; \partial - 750; e - 800; w - 850$







остается на этом уровне при следующих четырех циклах деформации (n = 0,02). Очень важно отметить, что значения $S_{\rm max}$ даже при 850 °C выше значений этого показателя при первых циклах упрочнения при 450 °C. Уровень прочности стали с РАПЭ при температуре 850 °C

оказывается даже выше в сравнении с высоколегированной 10Cr-10Ni-5Mo-2Cu сталью (при одинаковых степенях деформации и скоростях нагружения) [23].

Микротвердость стали с РАПЭ после ТМО и охлаждения до комнатной температуры в основном коррелирует с уровнем горячего упрочнения после основной деформации (рис. 4). Так, после предварительной деформации в интервале 400 – 500 °С и охлаждения микротвердость постоянна и находится на уровне 700 HV. После охлаждения с температур основной деформации в интервале 550 – 800 °С микротвердость имеет слабую тенденцию к уменьшению – от 770 до 700 HV, а после температуры основной деформации 850 °С микротвердость резко снижается до 580 HV. Разница в значениях микротвердости между центром образца и его периферией несущественна.

Микроструктура (бывшее зерно аустенита) стали с РАПЭ после ТМО с варьированием температуры предварительной деформации и охлаждения до комнатной температуры и гистограммы распределения зерен по размерам показаны на рис. 5.

Размер бывшего зерна аустенита после ТМО с варьированием температуры предварительной деформации приведен в табл. 3. Видно, что повышение температуры предварительной деформации от 400 до 500 °С не влияет на размер бывшего зерна аустенита, который составляет около 28 мкм, что соответствует баллу 7 по ГОСТ 5639 – 82.



Рис. 5. Бывшее зерно аустенита в структуре стали с РАПЭ после ТМО с варьированием температуры предварительной деформации 400 (*a*) и 500 °С (*б*)

Fig. 5. Former austenite grain in the structure of RATE steel after TMT with varying pre-deformation temperature 400 (a) and 500 °C (d)





Рис. 6. Бывшее зерно аустенита в структуре стали с РАПЭ после ТМО с варьированием температуры основной деформации, °C: $a-550; \ 6-750; \ s-800; \ c-850$

Fig. 6. Former austenite grain in the structure of RATE steel after TMT with varying the main deformation temperature, °C: $a - 550; \ 6 - 750; \ 8 - 800; \ 2 - 850$

Таблица З

Размер бывшего зерна аустенита в структуре стали с РАПЭ после ТМО с варьированием температуры предварительной деформации

Table 3. Size of the former austenite grain in the structure of RATE steel after TMT with varying pre-deformation temperature

Температура предварительной деформации, °С	400	500
Наименьший размер зерна, мкм	12	17
Наибольший размер зерна, мкм	39	39
Средний размер зерна, мкм	27 ± 6	29 ± 5

Таблица 4

Размер бывшего зерна аустенита в структуре стали с РАПЭ после ТМО
с варьированием температуры основной деформации
Table 4. Size of the former austenite grain in the structure of RATE steel
after TMT with varying the main deformation temperature

Температура основной деформации, °С	550	600	650	700	750	800	850
Наименьший размер зерна, мкм	17	16	12	11	14	14	16
Наибольший размер зерна, мкм	38	36	34	52	49	51	48
Средний размер зерна, мкм	29 ± 5	25 ± 5	22 ± 5	26 ± 8	33 ± 7	31 ± 8	35 ± 6

Микроструктура (бывшее зерно аустенита) стали с РАПЭ после ТМО с варьированием температуры основной деформации и охлаждения до комнатной температуры и гистограммы распределения зерен по размерам показаны на рис. 6.

Размер бывшего зерна аустенита после ТМО с варьированием температуры основной деформации приведен в табл. 4. Видно, что с повышением температуры основной деформации от 550 до 850 °C наблюдается слабая тенденция к увеличению размера бывшего зерна аустенита от 29 до 35 мкм, что соответствует баллу 7 по ГОСТ 5639 – 82.

Выводы

Повышение температуры предварительной деформации от 400 до 500 °С не оказывает существенного влияния на уровень упрочнения стали с РАПЭ как на этапе предварительной деформации, так и на этапе основной деформации при постоянной температуре 750 °С.

Уровень упрочнения, достигнутый на этапе предварительной деформации при постоянной температуре 450 °C, усиливается на этапе основной деформации при температурах в интервале от 550 до 750 °C, при этом при повышении температуры склонность к деформационному упрочнению ослабевает. С дальнейшим повышением температуры основной деформации до 800 °C наблюдается стабилизация упрочненного состояния, а до 850 °C – слабое разупрочнение.

Повышение температуры предварительной деформации от 400 до 500 °С при постоянной температуре основной деформации 750 °С не влияет на размер бывшего зерна аустенита, который составляет около 28 мкм. С повышением температуры основной деформации от 550 до 850 °С и постоянной температуре предварительной деформации 450 °С наблюдается слабая тенденция к увеличению размера бывшего зерна аустенита от 29 до 35 мкм.

Полученные результаты позволяют предположить, что сталь с РАПЭ будет эффективно работать при температурах разогрева инструмента во всем интервале температур от 550 до 800 °С. При этом даже при температуре разогрева 850 °С сталь сохраняет достаточно высокий запас прочности (380 МПа).

Список литературы / References

- Горбатюк С.М., Морозова И.Г., Наумова М.Г. Разработка рабочей модели процесса реиндустриализации производства термической обработки штамповых сталей. Известия вузов. Черная металлургия. 2017; 60(5):410–415. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-5-410-415
 Gorbatyuk S.M., Morozova I.G., Naumova M.G. Development of the working model of production reindustrialization of die steel heat treatment. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2017; 60(5):410–415.
 - https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-5-410-415
- Озерский А.Д., Кругляков А.А. Штамповые стали с регулируемым аустенитным превращением при эксплуатации. Ленинград: ЛДНТП; 1988:28.
- Позняк Л.А. Инструментальные стали. Киев: Наукова думка; 1996:488.
- Орлов Ю.Г., Дудецкая Л.Р. Материалы и технологии изготовления литого штампового инструмента. Минск: Беларуская навука; 2010:171.

5. Кругляков А.А. Влияние легирующих элементов на упрочнение штамповых сталей в аустенитном состоянии при высокотемпературной пластической деформации. *Деформация и разрушение материалов*. 2019;(3):28–32. https://doi.org/10.31044/1814-4632-2019-3-28-32

Kruglyakov A.A. Effect of alloying elements on the hardening of die steels in the austenitic state during high-temperature plastic deformation. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2019;2019(10):1096-1101.

https://doi.org/10.1134/S0036029519100343

6. Кругляков А.А., Никулин С.А. Структура и особенности деформационного упрочнения штамповых сталей с регулируемым аустенитным превращением. Деформация и разрушение материалов. 2014;(11):23–25.

Kruglyakov A.A., Nikulin S.A. Structure and features of strain hardening of die steels with controlled austenite transformation. *Deformatsiya i razrushenie materialov*. 2014;(11):23-25. (In Russ.).

- 7. Логинов Ю.Н., Инатович Ю.В. *Инструмент для прессования металлов*. Екатеринбург: Издательство Уральского университета; 2014:224.
- 8. Федулов В.Н. Влияние количественного легирования инструментальных сталей для горячего деформирования на уровень их упрочнения. *Литье и металлургия*. 2015;(3):123–131.

Fedulov V.N. Influence of quantitative alloying of tool steels for hot deformation on their hardening level. *Lit'e i metallurgiya*. 2015;(3):123–131. (In Russ.).

 Крылова С.Е., Клецова О.А., Грызунов В.И., Фот А.П., Тавтилов И.Ш. Влияние термической обработки на структуру и свойства штамповой стали 70Х3Г2ФТР. Металловедение и термическая обработка металлов. 2017;(10):4–10.

Krylova S.E., Kletsova O.A., Gryzunov V.I., Fot A.P., Tavtilov I.Sh. Effect of heat treatment on the structure and properties of die steel 70Kh3G2FTR. *Metal Science and Heat Treatment*. 2017;59(10):4–10.

https://doi.org/10.1007/s11041-018-0198-1

 Wang L., Li H., Li G., Tang Z., Ma M. Microstructural evolution and flow behavior of 2205 and 2507 duplex stainless steel during double pass hot compressive deformation. *Chinese Journal of Materials Research*. 2016;30(12):888–896.

https://doi.org/10.11901/1005.3093.2016.410

 Фомина О.В. Формирование структуры высокопрочной азотсодержащей стали в процессе горячей деформации. Известия вузов. Черная металлургия. 2017;60(3):216–222. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-3-216-222

Fomina O.V. Structure formation of high strength nitrogenbearing steel under hot deformation. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2017;60(3):216–222. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-3-216-222

- Alimi A., Fajoui J., Kchaou M., Branchu S., Elleuch R., Jacquemin F. Multi-scale hot working tool damage (X40CrMoV5-1) analysis in relation to the forging process. *Engineering Failure Analysis*. 2016;62:142–155. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2015.11.031
- Llanos L., Pereda B., Lopez B., Rodriguez-Ibabe J.M. Hot deformation and static softening behavior of vanadium microalloyed high manganese austenitic steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2016;651:358–369. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.123
- 14. Petković R.A., Luton M.J., Jonas J.J. Recovery and recrystallization of carbon steel between intervals of hot working. *Canadian Metallurgical Quarterly*. 1975;14(2):137–145. https://doi.org/10.1179/000844375795050201
- 15. Graetz K., Miessen C., Gottstein G. Analysis of steady-state dynamic recrystallization. *Acta Materialia*. 2014;67:58–66. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.12.005
- 16. Sakai T., Belyakov A., Kaibyshev R., Miura H., Jonas J.J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*. 2014;60:130–207. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.09.002
- Giordani E.J., Jorge Jr. A.M., Balancin O. Proportion of recovery and recrystallization during interpass times at high temperatures on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial. *Scripta Materialia*. 2006;55(8):743–746. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.015
- Souza R.C., Silva E.S., Jorge Jr. A.M., Cabrera J.M., Balancin O. Dynamic recovery and dynamic recrystallization competition on a Nb- and N-bearing austenitic stainless steel biomaterial: Influence of strain rate and temperature. *Materials Science and Engineering: A.* 2013;582:96–107. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.037
- Krugljakow A.A., Nikulin S.A., Rogachev S.O., Nguyen H.X., Lebedeva N.V., Panova G.A. Hot-hardening phenomenon in die steel during thermomechanical processing. *Materials Letters*. 2020;266:127475. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127475
- 20. Krugljakow A.A., Rogachev S.O., Lebedeva N.V., Sokolov P.Yu., Arsenkin A.M., Khatkevich V.M. On the nature of hot work hardening phenomenon in die steel with regulated austenitic transformation during exploitation. *Materials Science and Engineering: A.* 2022;833:142548. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142548
- Пат. 2776893 RU. Способ упрочняющей обработки инструмента из штамповых сталей / Н.В. Лебедева, Г.А. Панова, А.А. Кругляков, С.О. Рогачев; опубл. 28.07.2022.
- 22. Пат. 2744584 RU. Штамповая сталь / С.А. Никулин, А.А. Кругляков, С.О. Рогачев, Г.А. Панова, Н.В. Лебедева; опубл. 11.03.2021.
- Abbasi S.M., Shokuhfar A. Prediction of hot deformation behaviour of 10Cr–10Ni–5Mo–2Cu steel. *Materials Letters*. 2007;61(11–12):2523–2526. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.09.050

Сведения об авторах

Александр Аркадьевич Кругляков, к.т.н., генеральный директор, Научно-коммерческая фирма WBH *E-mail:* dr.a.krugljakow@t-online.de *Aleksandr A. Kruglyakov, Cand. Sci. (Eng.), General Director,* Scientific Production Association WBH *E-mail:* dr.a.krugljakow@t-online.de

Information about the Authors

Станислав Олегович Рогачев, к.т.н., доцент кафедры металловедения и физики прочности, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»; научный сотрудник, Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН ORCID: 0000-0001-7769-7748 *E-mail:* csaap@mail.ru

Павел Юрьевич Соколов, старший преподаватель, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» *E-mail:* sokolov@misis.ru

Денис Викторович Приуполин, студент, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» *E-mail:* dpriupolin@gmail.com Stanislav O. Rogachev, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Metallography and Physics of Strength", National University of Science and Technology "MISIS"; Research Associate, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0001-7769-7748 E-mail: csaap@mail.ru

Pavel Yu. Sokolov, Senior Lecturer, National University of Science and Technology "MISIS" *E-mail:* sokolov@misis.ru

Denis V. Priupolin, Student, National University of Science and Technology "MISIS" *E-mail:* dpriupolin@gmail.com

Вклад авторов	Contribution of the Authors			
<i>А. А. Кругляков</i> – формирование основной концепции, формули-	A. A. Kruglyakov – conceptualization, formulation of conclusions.			
рование выводов. <i>С. О. Рогачев</i> – научное руководство, подготовка текста статьи.	S. O. Rogachev – scientific guidance, writing the text.			
<i>П. Ю. Соколов</i> – проведение расчетов.	<i>P. Yu. Sokolov</i> – investigation, calculations.			
<i>д. в. приуполин</i> – проведение расчетов.	D. V. Priupolin – Investigation, calculations.			
Поступила в редакцию 15.03.2023	Received 15.03.2023			
После доработки 22.04.2023	Revised 22.04.2023			
Принята к публикации 24.08.2023	Accepted 24.08.2023			

Мильдер О.Б., Тарасов Д.А. и др. Структурные изменения расплава жаропрочного никелевого сплава как фазовый переход второго рода

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



удк 004.852 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-564-570



Оригинальная статья Original article

Структурные изменения расплава жаропрочного никелевого сплава как фазовый переход второго рода

О. Б. Мильдер¹, Д. А. Тарасов¹, А. Г. Тягунов¹, В. С. Цепелев¹, В. В. Вьюхин¹, А. Л. Левонян², О. В. Аношина³ □

¹ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина (Россия, 620002, Екатеринбург, ул. Мира, 19)

² Национальный политехнический университет Армении (Армения, 0009, Ереван, ул. Теряна, 105)

³ Российский государственный профессионально-педагогический университет (Россия, 620012, Екатеринбург, ул. Машиностроителей, 11)

📨 anoshina@inbox.ru

Аннотация. Информация о поведении расплавов жаропрочных никелевых сплавов является основой для создания новых технологий плавки, позволяющих значительно повысить эксплуатационные свойства металлопродукции, а также решить ряд технологических задач. Результаты многочисленных исследований свидетельствуют о структурных изменениях, происходящих в расплавах различных металлов под влиянием температуры и времени. На протяжении многих лет ведется научная дискуссия о природе этих явлений, по ряду вопросов сформулировано общее мнение. Структурные изменения в металлических жидкостях представляются как фазовый переход второго рода, при котором жидкость большей плотности заменяется жидкостью меньшей плотности. Эти превращения в структурах жидких металлов называют переходом жидкость – жидкость (LLT). Исследования структурно-чувствительных свойств расплавов жаропрочных никелевых сплавов также выявляют структурные изменения, необратимо переводящие расплава микрогомогенное состояние. Результаты исследований, представленные в данной работе, подтвердили, что структурные изменения в расплавах жаропрочных никелевых сплавов также являются фазовым переходом второго рода. Об этом свидетельствуют разрывы атомных микрогруппировок, равномерное перераспределение легирующих элементов и образование новых кластеров, характеризующихся меньшими размерами и большей химической однородностью. Поэтому данные изменения можно характеризовать как LLT, что не противоречит ранее обоснованной квазикристаллической модели микронеоднородного состояния жидких жаропрочных никелевых сплавов.

Ключевые слова: расплав, никелевый сплав, структура, необратимое изменение, фазовый переход, температура, однородность

Для цитирования: Мильдер О.Б., Тарасов Д.А., Тягунов А.Г., Цепелев В.С., Вьюхин В.В., Левонян А.Л., Аношина О.В. Структурные изменения расплава жаропрочного никелевого сплава как фазовый переход второго рода. Известия вузов. Черная металлургия. 2023; 66(5):564–570. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-564-570

STRUCTURAL CHANGES IN THE MELT OF A HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOY AS PHASE TRANSITION OF THE SECOND ORDER

O. B. Mil'der¹, D. A. Tarasov¹, A. G. Tyagunov¹, V. S. Tsepelev¹,

V. V. V'yukhin¹, A. L. Levonyan², O. V. Anoshina³

¹ Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin (19 Mira Str., Yekaterinburg 620002, Russian Federation)

² National Polytechnic University of Armenia (105 Teryan Str., Yerevan 0009, Armenia)

³ Russian State Professional Pedagogical University (11 Mashinostroitelei Str., Yekaterinburg 620012, Russian Federation)

💌 anoshina@inbox.ru

Abstract. Information about the behavior of melts of the high-temperature nickel alloys is the basis for creating new smelting technologies that significantly increase the service properties of metal products, as well as solve a number of technological problems. The results of numerous studies indicate structural changes occurring in various metal melts under the influence of temperature and time. For many years, there has been a scientific

discussion about the nature of these phenomena, and a common opinion was formulated on a number of issues. Structural changes in metallic liquids are presented as a second-order phase transition, where a liquid of higher density is replaced by a liquid of lower density. These transformations in the structures of liquid metals are called liquid-liquid transition (LLT). Studies of the structure-sensitive properties of melts of the heat-resistant nickel alloys also reveal structural changes that irreversibly transform the melt into a microhomogeneous state. The research results presented in this article confirmed that structural changes in melts of the high-temperature nickel alloys are also a second-order phase transition, as evidenced by the breakage of atomic microgroups, uniform redistribution of alloying elements, and the formation of new clusters characterized by smaller sizes and greater chemical homogeneity. Therefore, these changes can be characterized as LLT, while this does not contradict the previously substantiated quasi-crystalline model of the microinhomogeneous state of liquid heat-resistant nickel alloys.

Keywords: melt, nickel alloy, structure, irreversible change, phase transition, temperature, homogeneity

For citation: Mil'der O.B., Tarasov D.A., Tyagunov A.G., Tsepelev V.S., V'yukhin V.V., Levonyan A.L., Anoshina O.V. Structural changes in the melt of a heat-resistant nickel alloy as phase transition of the second order. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):564–570. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-564-570

Введение

Важный резерв повышения свойств металлопродукции заложен в подготовке расплава к кристаллизации, основанной на достижении жилким металлом равновесного состояния в широких интервалах температур. Возникновение неравновесного расплава немногим выше температуры ликвидуса объясняется наследием твердых структур и рассматривается с точки зрения квазикристаллической модели микронеоднородного состояния как набор разноразмерных атомных микрогруппировок (кластеров) с неравномерным распределением легирующих элементов. С увеличением температуры нагрева расплава происходят структурные изменения, в результате чего расплав достигает равновесного микрооднородного состояния, которое сохраняется вплоть до кристаллизации. Результатом является получение благоприятных литых структур и существенное улучшение служебных свойств. Подобная термическая обработка расплавов имеет широкое промышленное применение и называется термовременной обработкой (ТВО) или высокотемпературной обработкой расплава (ВТОР) [1].

Многокомпонентные жаропрочные никелевые композиции применяются для изготовления наиболее ответственных деталей газотурбинных двигателей, предназначенных для работы в условиях повышенных температур и растягивающих напряжений. Химический состав включает до 22 легирующих элементов: С, Сr, Co, Mo, W, Al, Ti, Nb, B, Fe, Y, Zr, Ta, Re, Ru, V, Ce, La, Mn, Mg, Hf, Si, а также может содержать сложно удаляемые примеси S, Si, P и растворенные газы O, N. На стадии металлургического производства возникает множество проблем: брак, низкий выход годного, сложность применения отходов. Применение ВТОР для жаропрочных никелевых сплавов позволило решить многие проблемы и повысить качество металлопродукции [2].

Разработка режимов ВТОР для жаропрочных никелевых сплавов основывается на детальном изучении структурных изменений расплавов при нагреве. Для описания этих превращений была предложена квазикристаллическая модель микронеоднородного состоя-

ния для расплавов жаропрочных никелевых сплавов [1]: жидкие жаропрочные никелевые сплавы состоят из атомных микрогруппировок, имеющих стехиометрический состав, подобный основной упрочняющей γ'-фазе Ni₂(Al, Ti). Нагрев металлической жидкости или длительная ее изотермическая выдержка способствуют переводу расплавов в гомогенное и микрооднородное состояние в широком температурном интервале. Это изменение необратимо и сохраняется до начала образования твердой структуры. Известно, что подобные структурные изменения для большинства исследованных металлических материалов являются фазовым переходом второго рода жидкость – жидкость (LLT) [3; 4]. По завершению процесса перестройки образуется стабильная металлическая жидкость, состоящая из однородных атомных микрогруппировок, имеющих меньший радиус, межатомные расстояния или измененное координационное число [3; 4].

Структурные изменения металлических расплавов жаропрочных никелевых сплавов подтверждаются многочисленными экспериментальными фактами [3 – 5]. Поскольку мнения о механизме этих изменений в сплавах на основе никеля пока остаются дискуссионными, то целью настоящей работы является определение принадлежности структурных изменений, происходящих при нагреве никелевых композиций, к фазовому переходу второго рода.

Экспериментальная часть

В качестве тестового материала выбран жаропрочный никелевый сплав ЖС6У, как наиболее часто применяемый в промышленности. Плавочный состав приведен в таблице.

Согласно феноменологической теории Ландау [6], фазовые переходы второго рода характеризуются непрерывностью изменения состояния и отсутствием выделения или поглощения скрытой энергии.

Основным методом определения наличия выделения или поглощения скрытой энергии процесса является дифференциальный термический анализ (ДТА). На рис. 1 приведены ДТА-кривые, полученные при нагреве (1) и охлаждении (2) сплава ЖС6У. Морфоло-

Плавочный химический состав образца жаропрочного никелевого сплава ЖСбУ, % (ат.)

Melting chemica	l composition	of ZhS6U	heat-resistant	t nickel alloy	v sample, at.	%
-----------------	---------------	----------	----------------	----------------	---------------	---

С	Cr	Со	Мо	W	Al	Ti	Nb	В	Fe	Zr	S	Si	Mn	Р	Ni
0,18	9,0	9,8	1,5	10,3	5,4	2,6	1,0	0,025	0,5	0,04	0,015	0,5	0,5	0,015	осн.

гия кривых типична большинству марок жаропрочных никелевых сплавов.

Стрелками обозначены температуры солидуса $t_{\rm S}$ и ликвидуса $t_{\rm L}$. В температурном интервале от 1250 до 1350 °С выявлены тепловые эффекты, связанные с плавлением (1) и кристаллизацией (2) исследуемого сплава. Выше температуры ликвидуса ДТА-кривые представляют собой горизонтальную линию с полным отсутствием поглощения или выделения тепла в широком температурном интервале. Результаты экспериментов свидетельствуют об отсутствии скрытой теплоты в процессе структурных изменений жидкого жаропрочного сплава.

Для выполнения поставленной задачи выбран метод удельного электросопротивления, как наиболее структурочувствительный для исследования структурных изменений расплавов жаропрочных никелевых сплавов [2]. Более подробно данная методика описана в работе [7]. Исследовались политермы $\rho = f(t)$ (рис. 2), а также изотермы $\rho = f(\tau)$ (рис. 3) исследуемого сплава.

Графики зависимости $\rho = f(t)$ нагрева и последующего охлаждения расплава ЖС6У имеют вид, характерный большинству жидких жаропрочных никелевых композиций [2; 5]. Политерма нагрева демонстрирует немонотонное изменение значений удельного электросопротивления. На ней имеются характерные точки, обозначенные как t_{an} и t_k , между которыми зафиксирован интервал с аномальным возрастанием удельного электросопротивления. Также к характерным особенностям политерм удельного электросопротивления жаропрочных никелевых сплавов относится явление гистерезиса, заключающееся в несовпадении ветвей нагрева и охлаждения.



Рис. 1. ДТА кривые сплава ЖС6У: 1 – при нагреве; 2 – при охлаждении

Fig. 1. DTA curves of ZhS6U alloy: 1 – during heating; 2 – during cooling

Для выявления характера структурных изменений, происходящих в расплаве ЖСбУ в диапазоне температур ниже t_k , выполнены измерения удельного электросопротивления в условиях изотермических выдержек при температурах 1417, 1448 и 1479 °С. Наблюдаемые значения электросопротивления фиксировались каждые 300 с (5 мин).

Как следует из результатов эксперимента, в период изотермических выдержек значения удельного электросопротивления постоянно возрастали, пока не достигали максимума (рис. 3), после которого слабо зависели от времени. Чем выше температура выдержки, тем меньше времени требовалось расплаву для достижения максимума.

Обсуждение результатов исследования

Характер зависимости $\rho = f(t)$ и положение точек t_{an} и t_i объясняются квазихимической моделью микронеоднородного состояния жаропрочных никелевых сплавов [1]: сразу же после плавления структура расплава ЖС6У гомогенна, но микронеоднородна. Она состоит из динамических кластерных образований с различными размерами и неравномерным распределением атомов элементов химического состава сплава. В результате повышения температуры достигается гомогенное и микрооднородное состояние с более равномерными размерами и составами атомных ассоциаций. Политермы охлаждения образцов, предварительно нагретых до температур, превышающих t_k , линейны, т. е. структурные изменения сохраняются при охлаждении в широком интервале температур и расплав перед затвердеванием находится в более равновесном состоянии.



Рис. 2. Политермы удельного электросопротивления исследуемого сплава ЖС6У при нагреве и охлаждении

Fig. 2. Electrical resistivity polytherms of ZhS6U alloy during heating and cooling

В теории Друде предложена формула для электропроводности металлов

$$\frac{1}{\rho} = \sigma = \frac{ne^2 \tau_m}{m},\tag{1}$$

где n – концентрация всех электронов в единице объема (концентрация электронов проводимости в современных моделях); τ_m – среднее время свободного пробега.

Формула сохраняет свой формальный вид и в современных моделях, изменяется лишь физическое наполнение входящих в формулу величин [8]. Формально, единственным параметром, с которым можно связать нелинейное возрастание удельного электросопротивления, является среднее время свободного пробега. Нелинейное возрастание удельного электросопротивления (понижение электропроводности) объясняется увеличением количества центров рассеяния.

Явление гистерезиса физических свойств расплавов (рис. 2), заключающееся в несовпадении ветвей прямого и обратного хода, описывается многими другими исследователями [9 – 12], где также подчеркивается необратимость произошедших в расплаве изменений в широком интервале температур.

Из экспериментальных результатов, приведенных на рис. 3, следует, что постоянная времени сокращается по мере роста температуры, при которой осуществляется изотермическая выдержка, т. е. имеет место зависимость $\theta = f(t)$. При этом выявлена эмпирическая закономерность:

$$(t - t_{lig})\theta = \text{const},$$
 (2)

где t – температура изотермической выдержки; t_{liq} – точка ликвидуса.

Если формально устремить постоянную времени к нулю, можно оценить температуру, при которой подавляющее большинство кластеров будет разрушено, т. е. температуру t_k перехода металлической жидкости в микрооднородное состояние.

Таким образом, структурные изменения металлической жидкости происходят не только в условиях нагрева до температуры t_k , но и в результате временных выдержек. Другими словами, процесс распада кластера происходит не только в условиях изменения термодинамических параметров системы (политерма), но также и в случае фиксации этих параметров (изотерма). Данный факт указывает на непрерывность происходящего процесса, что, как было отмечено, является одним из признаков фазового перехода второго рода.

Аналогичные результаты (релаксация в период длительных выдержек) были получены и другими исследователями [13 – 15].

Поскольку фазовый переход второго рода LLT имеет термодинамические и структурные признаки, то приведенное термодинамическое обоснование позволяет судить о механизме структурных изменений расплава ЖС6У. Сразу же после плавления расплав имеет микронеоднородное состояние – кластеры с разным размером и неравномерным распределением химических элементов. Дальнейший нагрев и/или изотермическая выдержка приводят расплав к фазовому переходу второго рода LLT: металлическая жидкость с исходной структурой заменяется на подобную с меньшей плотностью, а именно происходит распад кластерных образований, равномерное перераспределение атомов и образование новых кластеров с меньшими размерами. Об увеличении количества атомных микрогруппировок также свидетельствует повышение значений удельного электросопротивления. Произошедшие структурные изменения необратимы, что подтверждается несовпадением политермы охлаждения с политермой нагрева. Новое структурное состояние отличается стабильностью и микрооднородностью, что подтверждается отсутствием экстремумов на политерме охлаждения.



Рис. 3. Изотермы удельного электросопротивления расплава ЖСбУ, полученные при температурах, °C: 1417 (*a*); 1448 (б); 1479 (в). Стрелками указано время завершения структурных изменений расплава

Fig. 3. Electrical resistivity isotherms of ZhS6U melt obtained at temperatures, °C: 1417 (*a*); 1448 (δ); 1479 (*b*). Arrows indicate the time of completion of structural changes in the melt

С этими утверждениями согласны авторы работы [16]. По их мнению, признак микрооднородного состояния — это стабильность размеров кластеров в каждой фазовой области.

К подобным же выводам пришли авторы работ [17 – 20]. Кроме того, по их утверждениям с ростом температуры происходит резкое уменьшение параметра решетки и координационного числа, что также способствует повышению значений удельного электросопротивления.

Выводы

Показано, что расплав жаропрочного никелевого сплава ЖСбУ при нагреве и в условиях изотермических выдержек испытывает структурные изменения, связанные с переходом в гомогенное микрооднородное состояние в широком интервале температур. Границы этих структурных изменений на политермах удельного электросопротивления расплава обозначены как t_{an} и t_k . Структурные изменения имеют необратимый характер.

Полученная экспериментально постоянная времени, описывающая процесс структурных изменений расплава на основе никеля в случае фиксированных термодинамических параметров системы (изотермическая выдержка), доказывает принадлежность структурного изменения расплава ЖС6У к фазовому переходу второго рода LLT.

Приведенные термодинамические доказательства структурных изменений расплава жаропрочного никелевого сплава позволяют расширить представление о его природе: термовременное воздействие на расплав жаропрочного никелевого сплава способствует так называемому преобразованию жидкость – жидкость (LLT). До LLT расплав состоит из кластеров с разными размерами и набором атомов. В период LLT происходит разрыв атомных микрогруппировок, равномерное перераспределение легирующих элементов и образование новых кластеров, характеризующихся меньшими размерами и большей химической однородностью.

Полученные утверждения не противоречат квазикристаллической теории микронеоднородного состояния металлических жидкостей и являются ее продолжением.

Список литературы / References

- **1.** Баум Б.А. *Металлические жидкости*. Москва: Наука; 1979:120.
- Ефимов В.Е. Влияние температурно-временной обработки интерметаллидных сплавов на основе Ni₃Al на их фазовый состав и жаропрочность. Авиационные материалы и технологии. Выпуск «Высокожаропрочные материалы для современных и перспективных газотурбинных двигателей и прогрессивные технологии их производства». Москва: ВИАМ; 2003:79–92.

 Николаев Б.В., Тягунов Г.В., Баум Б.А., Барышев Е.Е., Ларионов В.Н., Хлыстов В.Н., Булер Т.П., Печатников М.И. Влияние подготовки расплава на структуру и свойства интерметаллидного сплава на основе Ni₃Al. *Металлы.* 1991;(1):104–110.

Nikolaev B.V., Tyagunov G.V., Baum B.A., Baryshev E.E., Larionov V.N., Khlystov V.N., Buler T.P., Pechatnikov M.I. Influence of melt preparation on structure and properties of Ni₃Al based intermetallic alloy. *Metally*. 1991;(1):104–110. (In Russ.).

- Zu F.-Q. Temperature-induced liquid-liquid transition in metallic melts: A brief review on the new physical phenomenon. *Metals*. 2015;5(1):395–417. https://doi.org/10.3390/met5010395
- 5. Бунтушкин В.П., Ефимов В.Е., Николаев В.В. Влияние микродобавок на критическую температуру расплава и жаропрочность литейного сплава на основе интерметаллида Ni₃Al. *Металлы*. 1995;(3):60–69.

Buntushkin V.P., Efimov V.E., Nikolaev V.V. Influence of mycoadditives on critical melt temperature and heat resistance of a casting alloy based on Ni₃Al intermetallic compound. *Metally.* 1995;(3):60-69. (In Russ.).

- Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика. Статистическая физика. Часть І. Т. V. Москва: Наука; 1976:584.
- Тягунов Г.В., Баум Б.А, Цепелев В.С., Тягунов А.Г. Измерение удельного электросопротивления методом вращающегося магнитного поля. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2003;69(2):35–37.

Tyagunov G.V., Baum B.A., Tsepelev V.S., Tyagunov A.G. Measurement of resistivity by the method of rotating magnetic field. *Zavodskaya laboratoriya*. *Diagnostika materia-lov*. 2003;69(2):35–37. (In Russ.).

8. Блейкмор Дж. *Физика твердого тела*. Москва: Мир; 1988:608.

Blakemore J.S. *Solid State Physics*. Cambridge University Press;1985, 506.

https://doi.org/10.1017/CBO9781139167871

- Цепелев В.С., Конашков В.В., Баум Б.А. Свойства металлических расплавов. Часть 1. Екатеринбург: УГТУ-УПИ; 2008:358.
- Цепелев В.С., Конашков В.В., Баум Б.А. Свойства металлических расплавов. Часть 2. Екатеринбург; УГТУ-УПИ; 2008:383.
- Ри Х., Ри Э.Х., Химухин С.Н., Ри В.Э., Зернова Т.С., Князев Г.А. Тепловые воздействия на структурообразование и свойства алюминиевых сплавов. Вестник ТОГУ. 2013;(2(29)):137–144.

Ri Kh., Ri E.Kh., Khimukhin S.N., Ri V.E., Zernova T.S., Knyazev G.A. Influence of thermal treatment on structure formation and properties of aluminum alloys. *Vestnik TOGU*. 2013;(2(29)):137–144. (In Russ.).

- Li Y., Chen W., Dong B., Zhou S. Effects of metalloid content on viscosity of Fe-Si-B-P-C alloy melt. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2018;490:31–34. https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.03.042
- Ладьянов В.И., Лагунов С.В., Пахомов С.В. Об осциллирующих релаксационных процессах в неравновесных металлических расплавах после плавления. Металлы. 1998;(5):20–23.

Lad'yanov V.I., Lagunov S.V., Pakhomov S.V. On oscillating relaxation processes in nonequilibrium metal melts after melting. *Metally*. 1998;(5):20–23. (In Russ.).

14. Васин М.Г., Ладьянов В.И., Бовин В.П. О механизме немонотонных релаксационных процессов в металлических расплавах. *Металлы*. 2000;(5):27–32.

Vasin M.G., Lad'yanov V.I., Bovin V.P. On the mechanism of nonmonotonic relaxation processes in metal melts. *Metally*. 2000;(5):27–32. (In Russ.).

15. Колотухин Э.В., Тягунов Г.В., Николаев Б.В., Баум Б.А. О кинетическом режиме процесса релаксации структуры многокомпонентного металлического расплава. *ЖФК*. 1989;63(4):1118–1121.

Kolotukhin E.V., Tyagunov G.V., Nikolaev B.V., Baum B.A. On kinetic mode of relaxation of the structure of a multicomponent metal melt. *Journal of Physical Chemistry*. 1989;63(4):1118–1121. (In Russ.).

 Wang L., Bian X.F., Liu J.T. Discontinuous structural phase transition of liquid metal and alloys. *Physics Letters A*. 2004;326(5-6):429–435.

https://doi.org/10.1016/j.physleta.2004.04.052

 Боровых М.А., Чикова О.А., Цепелев В.С., Вьюхин В.В. О влиянии режима термообработки на удельное электросопротивление расплава стали 35ХГФ. Известия вузов. Черная Металлургия. 2018;61(3):237–243. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-3-237-243

Borovykh M.A., Chikova O.A., Tsepelev V.S., V'yukhin V.V. Effect of heat treatment conditions on electrical resistivity of 35KhGF molten steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2018;61(3):237–243. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2018-3-237-243

- Popel P.S., Sidorov V.E. Microheterogeneity of liquid metallic solutions and its influence on the structure and properties of rapidly quenched alloys. *Materials Science and Engineering: A.* 1997:226–228:237–244. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10624-9
- Su H., Wang H., Zhang J., Guo M., Liu L., Fu H. Influence of melt superheating treatment on solidification characteristics and rupture life of a third-generation Ni-based singlecrystal superalloy. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2018;49(4):1537–1546.

https://doi.org/10.1007/s11663-018-1256-1

20. Wang L.N., Sun X.F., Guan H.R. Effect of melt heat treatment on MC carbide formation in nickel-based superalloy K465. *Results in Physics*. 2017;7:2111–2117. https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.06.020

Сведения об авторах / Information about the Authors

Олег Борисович Мильдер, к.ф.-м.н., доцент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0001-7828-032X *E-mail:* o.b.milder@urfu.ru

Дмитрий Александрович Тарасов, к.т.н., доцент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина *ОRCID:* 0000-0001-6911-8371 *F-mail:* d.a.tarasoy@urfu.ru

Андрей Геннадиевич Тягунов, к.т.н., доцент, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0001-8129-9726 E-mail: AG.Tyagunov@urfu.ru

Владимир Степанович Цепелев, д.т.н., профессор, директор Исследовательского центра физики металлических жидкостей, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0003-4195-9042 E-mail: v.s.tsepelev@urfu.ru

Владимир Викторович Вьюхин, научный сотрудник Исследовательского центра физики металлических жидкостей, Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина ORCID: 0000-0002-0772-8155 E-mail: vv.vyukhin@urfu.ru

Айк Левонович Левонян, к.т.н., доцент, Национальный политехнический университет Армении ORCID: 0009-0006-3003-8781 E-mail: hayk_levonyan@mail.ru

Ольга Владимировна Аношина, к.ф.-м.н., доцент, Российский государственный профессионально-педагогический университет ORCID: 0000-0003-0563-8217 *E-mail:* anoshina@inbox.ru *Oleg B. Mil'der, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Assist. Prof.,* Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin *ORCID:* 0000-0001-7828-032X *E-mail:* o.b.milder@urfu.ru

Dmitrii A. Tarasov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin *ORCID:* 0000-0001-6911-8371 *E-mail:* d.a.tarasov@urfu.ru

Andrei G. Tyagunov, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin ORCID: 0000-0001-8129-9726 E-mail: AG.Tyagunov@urfu.ru

Vladimir S. Tsepelev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Director of the Research Center of Physics of Metallic Liquids, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin ORCID: 0000-0003-4195-9042 *E-mail:* v.s.tsepelev@urfu.ru

Vladimir V. V'yukhin, Research Associate of the Research Center of Physics of Metallic Liquids, Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin ORCID: 0000-0002-0772-8155 E-mail: v.v.yukhin@urfu.ru

Aik L. Levonyan, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof., National Polytechnic University of Armenia ORCID: 0009-0006-3003-8781 E-mail: hayk_levonyan@mail.ru

Ol'ga V. Anoshina, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Assist. Prof., Russian State Professional Pedagogical University *ORCID:* 0000-0003-0563-8217 *E-mail:* anoshina@inbox.ru

Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):564–570. *Мильдер О.Б., Тарасов Д.А. и др.* Структурные изменения расплава жаропрочного никелевого сплава как фазовый переход второго рода

Вклад авторов	Contribution of the Authors
О. Б. Мильдер – разработка идеи, теоретическое обоснование, написание текста. Д. А. Тарасов – разработка идеи, теоретическое обоснование, выполнение анализа. А. Г. Тягунов – написание текста, проведение эксперимента, выполнение анализа.	 O. B. Mil'der – development of the idea, theoretical justification, writing the text. D. A. Tarasov – development of the idea, theoretical justification, analysis. A. G. Tyagunov – writing the text, conducting an experiment, analysis.
<i>В. С. Цепелев</i> – разработка идеи, теоретическое обоснование. <i>В. В. Вьюхин</i> – проведение эксперимента, выполнение анализа. <i>А. Л. Левонян</i> – проведение эксперимента, теоретическое обо- снование, выполнение анализа. <i>О. В. Аношина</i> – написание текста, лабораторное сопровождение, редактирование.	 V.S. Tsepelev – development of the idea, theoretical justification. V. V. V'yukhin – conducting an experiment, analysis. A. L. Levonyan – conducting an experiment, theoretical justification, analysis. O. V. Anoshina – writing the text, laboratory support, editing.
Поступила в редакцию 12.04.2023 Посте поработки 24.08.2023	Received 12.04.2023

После доработки 24.08.2023 Принята к публикации 30.09.2023

Revised 24.08.2023 Accepted 30.09.2023

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



УДК 669.018 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-571-579



Оригинальная статья Original article

Влияние остаточного аустенита на механические свойства стали с 15 % Cr

И. Ю. Пышминцев, С. М. Битюков, А. А. Гусев 📟

ООО «Исследовательский центр ТМК» (Россия, 143026, Москва, Инновационный Центр Сколково, Большой бульвар, 5)

💌 gusev.a@tmk-group.com

Аннотация. Исследованы особенности влияния остаточного аустенита на механические свойства стали аустенитно-мартенситного класса с 15 % Сг после различных режимов термической обработки. По окончании нагрева под закалку и последующего отпуска или нагрева в межкритический интервал температур в микроструктуре стали сохраняется значительное количество остаточного аустенита, что затрудняет достижение высокого предела текучести. Дестабилизация остаточного аустенита с последующим превращением в «свежий» мартенсит обеспечивается за счет многоступенчатой термической обработки, включающей закалку, нагрев в межкритический интервал температур или выше точки А_{C3} и заключительный отпуск. Установлено, что сохранившийся в микроструктуре двухфазной стали остаточный аустенит имеет форму блоков и тонких прослоек, расположенных в межреечном пространстве. Испытание на растяжение стали с 15 % Сг показало, что многоступенчатая термообработка обеспечивает высокопрочное состояние, соответствующее группам прочности Q125 и Q135. Сравнительный анализ характера деформации аустенитно-мартенситной стали в различных состояниях свидетельствует о смещении начала мартенситного превращения при растяжении после заключительного отпуска в упругую область с образованием мартенсита напряжения. Для стали с 15 % Сг установлена ограниченая деформационная устойчивость остаточного аустенита блочной формы, преимущественно претерпевающего мартенситное превращение при испытаниях на растяжение и удар при отрицательной температуре. Предположительно, этим обусловлена заметно меньшая ударная вязкость аустенитно-мартенситной стали с 15 % Сг по сравнению с сталью мартенситного класса с 13 % Сг посравнению со сталью мартенситной стали с 15 % Сг по сравнению со сталью мартенситного класса с 13 % Сг при равной прочности.

Ключевые слова: нержавеющие высокопрочные стали, стали переходного класса, термическая обработка, закалка, отпуск, мартенсит, остаточный аустенит, ударная вязкость, фазовый состав, микрорентгеноспектральный анализ, просвечивающая электронная микроскопия, дифракция обратного рассеяния электронов

Для цитирования: Пышминцев И.Ю., Битюков С.М., Гусев А.А. Влияние остаточного аустенита на механические свойства стали с 15 % Сг. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):571–579. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-571-579

EFFECT OF RETAINED AUSTENITE ON MECHANICAL PROPERTIES OF STEEL WITH 15 % Cr

I. Yu. Pyshmintsev, S. M. Bityukov, A. A. Gusev

LLC "Research Center TMK" (5 Bol'shoi Blvd.., Skolkovo, Moscow 143026, Russian Federation)

💌 gusev.a@tmk-group.com

Abstract. The paper considers the study of influence of retained austenite on the mechanical properties of steel of the austenite-martensitic class based on 15 % Cr after various heat treatment. Significant amount of retained austenite remains in the steel microstructure after quenching and subsequent tempering or heating in the intercritical temperature range that makes difficult to achieve a high yield strength. Destabilization of retained austenite with subsequent transformation into newly formed martensite is provided by multi-stage heat treatment which includes quenching, heating in the intercritical temperature range or above the A_{C3} point and final tempering. It was established that retained austenite remains in the microstructure of two-phase steel and has the form of blocks and thin layers located in the inter-lath space. Tensile testing of steel based on 15 % Cr showed that multi-stage heat treatment provides a high-strength condition corresponding to strength groups Q125 and Q135. A comparative analysis of deformation behavior of semi-austenitic steel in various states indicates that the beginning of the martensite. It was determined that block-shaped retained austenite in steel with 15 % Cr predominantly undergoes martensitic transformation during tensile and impact tests at a subzero temperature. This is supposed to be the reason for the noticeably lower impact toughness of semi-austenitic steel with 15 % Cr compared to martensitic steel with 13 % Cr at equal strength.

Keywords: stainless high-strength steels, semi-austenitic steels, heat treatment, hardening, tempering, martensite, retained austenite, impact toughness, phase composition, X-ray microanalysis, transmission electron microscopy, electron backscatter diffraction

For citation: Pyshmintsev I.Yu., Bityukov S.M., Gusev A.A. Effect of retained austenite on mechanical properties of steel with 15 % Cr. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):571–579. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-571-579

Введение

Малоуглеродистые комплексно легированные стали с содержанием хрома 13 % [1] хорошо зарекомендовали себя в качестве коррозионностойких высокопрочных материалов для трубной продукции в нефтегазовой и энергетической отраслях. Однако активная разработка месторождений большой глубины (более 4000 м) с повышенным содержанием СО, и развитие проектов по его улавливанию, утилизации и захоронению с применением поглощающих скважин требуют повышения коррозионной стойкости сталей, что может быть достигнуто посредством увеличения в составе содержания хрома. Есть вероятность, что это приведет к образованию в микроструктуре стали δ-феррита, ухудшающего ее вязко-пластичные свойства при комнатной и отрицательных температурах и технологичность при горячей деформации [2]. Избежать образования б-феррита в стали можно введением аустенитообразующих элементов, таких как никель. Однако совокупное повышение содержания хрома и никеля значительно снижает температуру начала мартенситного превращения, переводя сталь из мартенситного в переходный (аустенитно-мартенситный) класс [3-6]. Стали переходного класса сохраняют высокую прочность, но, благодаря присутствию остаточного аустенита в мартенситной матрице, отличаются повышенной пластичностью и деформируемостью в холодном состоянии [7-11].

Термическая обработка сталей переходного класса включает ряд операций, начиная с закалки от температуры, достаточной для растворения карбидов на основе хрома. Целью следующей операции является превращение подавляющего объема аустенита в мартенсит [2; 3; 5]. Для наиболее полного превращения применяют различные приемы, включая обработку холодом. Однако данный метод для производства трубной продукции нерационален.

Альтернативным вариантом является промежуточный нагрев выше точки A_{C3}, обеспечивающий контролируемое выделение карбидов и, как следствие, повышение температуры мартенситного превращения. Выбор температуры нагрева определяется содержанием углерода и легирующих элементов и может достигать 780 – 800 °C в случае стали марки 08X17H5M3 [2].

Окончательный отпуск направлен на снижение внутренних напряжений, возникающих при образовании «свежего» (неотпущенного) мартенсита, повышение пластичности, увеличение прочностных свойств [3; 7].

Остаточный аустенит в высокопрочных сталях обычно имеет форму блоков или тонких прослоек [12–15]. Блочный аустенит в низколегированных высокопрочных сталях имеет повышенную концентрацию углерода, располагаясь вблизи мягких ферритных участков, в то время как тонкие прослойки аустенита окружены жесткими рейками бейнита или мартенсита [14; 16; 17]. Блочный аустенит отличается невысокой стабильностью, вследствие чего при деформации может претерпевать мартенситное превращение [12; 13; 17 – 19]. Тонкие прослойки аустенита имеют более высокую устойчивость, что обусловлено воздействием окружающей реечной микроструктуры мартенсита или бейнита, препятствующих $\gamma \rightarrow \alpha$ превращению и создающих эффект «экранирования» [17; 20 – 22].

Целью данной работы является исследование влияния количества и морфологии остаточного аустенита на комплекс механических свойств стали с 13 и 15 % Сг и достижение прочностных свойств для групп прочности Q125 ($\sigma_{\rm B}$ не менее 931 МПа; $\sigma_{0,65}$ не менее 862 МПа) и Q135 ($\sigma_{\rm B} \ge 1000$ МПа; $\sigma_{0,65} \ge 930$ МПа) в соответствии с ГОСТ 31446 – 2017.

Материал и методика исследования

Исследование проводили на двух сталях с 13 и 15 % Сг (табл. 1) типичной для таких материалов композиции [23 – 25]. После выплавки в лабораторной вакуумно-индукционной печи и разливки слитки нагревали до 1180 – 1200 °С с гомогенизирующей выдержкой.

Последующую горячую прокатку в прутки диаметром 16 мм осуществляли на универсальном стане в три прохода при температуре окончания не менее 850 °С и охлаждением на спокойном воздухе до 20 °С. Затем прутки подвергали отпуску при температуре 620 °С продолжительностью 1 ч.

Аустенитизацию исследуемых сталей проводили в электрической печи LH 30/13 с выдержкой 30 мин и последующим охлаждением на спокойном воздухе. Температура нагрева под закалку для стали *l* была равной 980 °C, а для стали *2* варьировалась в интервале от 900 до 1020 °C. Нагрев в диапазоне температур от 530 до 760 °C проводили в электрической печи LAC PP 40/85 продолжительностью от 1 до 2 ч с охлаждением на воздухе. Сталь *l* для получения механи-

Таблица 1

Химический состав исследуемых сталей, %

Table 1. Chemical composition of the studied steels, %

Номер стали	С	Si	Mn	S	Р	Cr	Ni	Mo
1	0,08	0,23	0,43	0,007	0,013	12,7	4,2	1,1
2	0,08	0,37	0,42	0,005	0,007	15,2	6,5	2,2

ческих свойств групп прочности Q125 и Q135 отпускали при 560 °С в течение 1,5 ч.

Фазовый состав сталей определяли на рентгеновском дифрактометре Bruker модели D8 ADVANCE с кобальтовым анодом. Микроструктуру изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) марки JSM-IT500 с инвертированным детектором дифракции обратного рассеяния электронов (EBSD) и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) марки JEOL JEM-2100Plus, оснащенного энергодисперсионным спектрометром Bruker марки XFlash 6TI60. Химическое травление образцов для СЭМ проводили с помощью реактива Вилелла. Фольги для ПЭМ готовили из заготовок толщиной 0,5 мм с механическим утонением и электролитической полировкой до ≈100 нм при температуре –22 °C.

Механические свойства сталей при растяжении определяли по ГОСТ 1497 – 84 на универсальной испытательной машине MTS Insight с использованием цилиндрических пятикратных образцов диаметром 6 мм. Предел текучести определяли при полном удлинении под нагрузкой 0,65 % в соответствии с ГОСТ 31446 – 2017. Скорость деформации при растяжении соответствовала 1,67 · 10⁻³ с⁻¹.

Испытание на ударный изгиб по ГОСТ 9454 – 78 проводили на маятниковом копре Zwick RKP-450 с использованием образцов с *V*-образным надрезом размером 55×10×10 мм при температуре –40 °C.

Таблица 2

Влияние температуры нагрева под закалку на фазовый состав стали 2

Table 2. Influence of hardening temperature on steel 2 phase composition

Температура нагрева под закалку, °С	900	930	960	990	1020
Количество остаточного аустенита, %	20,9	32,2	38,6	53,6	55,5

Результаты исследования и их обсуждение

Фазовый состав сталей определяли с использованием структурной диаграммы Потака-Сагалевич [2], позволяющей более точно оценить соотношение фаз в сталях, чем диаграмма Шеффлера [2]. Согласно рассчитанным хромовым эквивалентам феррито- и мартенситообразования, сталь 1 имеет полностью мартенситную структуру, в то время как сталь 2 относится к аустенитно-мартенситному классу с равным соотношением структурных составляющих. Рентгеноструктурный фазовый анализ в закаленном состоянии определил наличие в стали 1не более 1 % аустенита. В стали 2 по мере увеличения температуры нагрева под закалку количество аустенита варьируется от 20,9 до 55,5 % (табл. 2).

Закалку стали 2 проводили от 960 °С для уменьшения количества остаточного аустенита и растворения значительной части карбидов [26]. Высокий отпуск в интервале температур от 530 до 590 °С приводит к незначительному уменьшению количества остаточного аустенита, следствием чего является низкий предел текучести (табл. 3).

Нагрев в межкритический интервал температур (МКИ) до 680 °С существенно дестабилизирует остаточный аустенит. Это способствует повышению предела текучести, однако образование «свежего» мартенсита при охлаждении заметно снижает относительное удлинение.

Микроструктура стали 2 после высокого отпуска при 590 °C состоит из продуктов распада мартенсита и остаточного аустенита (рис. 1, *a*), а после нагрева в МКИ при 680 °C наблюдаются пакеты «свежего» мартенсита (рис. 1, δ).

Микроструктура стали 2 после закалки и высокого отпуска также включает расположенные преимущественно в зернограничных участках (рис. 2) карбиды на основе хрома и молибдена, что позволяет отнести их к карбидам типа $Me_{23}C_6$.

Поскольку предел текучести после термообработки по вышеуказанным режимам не достиг требуемых для групп прочности Q125 и Q135 значений, сталь 2

Таблица З

Влияние режимов термической обработки на фазовый состав и механические свойства исследуемых сталей

Table 3. Influence of heat treatment on phase composition and mechanical properties of the studied steels

Номер	Режим	термообработки, °С		σ MΠο	σ MΠο	\$ 0/	
стали	закалка	отпуск	$\gamma_{\rm oct}, \gamma_0$	O_{B} , IVIIIa	$0_{0,65}$, with	0, %	
1	980 (0,5 ч)	560 (1,5 ч)	0,2	968 - 1053	924 - 956	17 - 19	
2	960 (0,5 ч)	530 (1,5 ч)	36,1	1137 - 1148	596 - 659	20	
		560 (1,5 ч)	30,6	1120	757 – 779	20	
		590 (1,5 ч)	29,8	1078 - 1090	810 - 833	20-21	
		Нагрев в МКИ 680 (1,5 ч)	25,4	1072 - 1075	824 - 841	14 - 16	



Рис. 1. Микроструктура стали 2 после закалки от 960 °C и отпуска при 590 °C (*a*) и нагрева при 680 °C (*б*): γ_{ocr} – остаточный аустенит; α' – «свежий» мартенсит

подвергли многоступенчатой термической обработке, включающей закалку от 1020 °C с охлаждением на воздухе, нагрев при 760 °C и отпуск при 530 °C. Нагрев при 760 °C приводит к обеднению гамма-твердого раствора по углероду за счет выделения карбидов и дестабилизации аустенита. Заключительный отпуск способствует снятию внутренних напряжений за счет распада свежего мартенсита, повышает пластичность и предел текучести (табл. 4). Нагрев стали 2 при 760 °С приводит к выделению карбидов, форма которых близка к равноосной, а размеры варьируются в диапазоне от 20 до 150 нм (рис. 3). Тип карбидной фазы совпадает с высокоотпущенным состоянием ($Me_{23}C_6$), в котором часть атомов хрома замещена молибденом.

Исследование фазового состава стали 2 после нагрева при 760 °C с помощью EBSD-анализа выявило наличие развитой субструктуры, состоящей из паке-



Рис. 2. Микроструктура стали 2 после закалки от 960 °C и отпуска при 590 °C (*a*, *б*) с распределением химических элементов по структурным составляющим: Cr (*в*), Fe (*г*), Mo (*d*)

Fig. 2. Microstructure (a, 6) of steel 2 after hardening (960 °C) and tempering (590 °C) and distribution of chemical elements: Cr (e), Fe (z), Mo (d)

Таблица 4

Влияние многоступенчатой термической обработки на фазовый состав и механические свойства стали 2

Table 4. Influence of multistage heat treatment on phase composition and mechanical properties of steel 2

Режим	и термообработки, °С	γ _{οςτ} , %	σ _в , МПа	σ _{0,65} , МПа	δ, %
Закалка 1020 (0,5 ч)	Нагрев 760 (2 ч)	12,2	1119 - 1143	765 - 782	15 - 16
	Нагрев 760 (2 ч) + отпуск 530 (1 ч)	10,7	1069 - 1075	959 – 974	19 – 21

Fig. 1. Microstructure of steel 2 after hardening (960 °C) and tempering at 590 °C (*a*) or heat at 680 °C (δ); γ_{orr} – retained austenite; α' – newly formed lath martensite



Рис. 3. Светлопольное изображение (*a*) и состав (б) отмеченных стрелкой карбидов в микроструктуре стали 2 после закалки от 1020 °C и нагрева при 760 °C

Fig. 3. Bright-field image (a) and composition (δ) of carbides in microstructure of steel 2 after hardening from 1020 °C and heating at 760 °C

тов реечного «свежего» мартенсита (α') и остаточного аустенита (рис. 4). Последний имеет морфологию блоков ($\gamma_{6\pi}$) и прослоек (γ_{np}), расположенных между мартенситных реек.

Сравнительная оценка данных EBSD-анализа показала, что заключительный отпуск при 530 °C способствует дополнительному образованию карбидов $Me_{23}C_6$, доля которых на фазовой карте возрастает с 1,7 до 2,2 %. Увеличение доли карбидов при 530 °C также подтверждается термодинамическими расчетами «Thermo-Calc» [26]. Одновременно доля остаточного аустенита уменьшается на 1,5 %.

Для оценки причин упрочнения аустенитно-мартенситной стали использовали соотношение Орована для сферических некогерентных неперерезаемых частиц при условии равномерного распределения в объеме однородной микроструктуры [27]. Вклад карбидов, выделившихся при заключительном отпуске в ходе многоступенчатой термообработки, оценили по формуле

$$\sigma_{\rm T} = \frac{10^{-6} Gb}{r} \sqrt[3]{\frac{4\pi}{3f}},$$

где G – модуль сдвига (для высоколегированных мартенситных сталей принят 75·10⁹ Па); b – вектор Бюргерса (принят равным 2,49·10⁻¹⁰ м); r – средний радиус частиц (принят равным 40 нм); f – расчетная безразмерная доля частиц карбидов при условии их полного выделения (в соответствии с полной стехиометрией карбида ($Cr_{21}Mo_2$) C_6 принята равной 0,003). Максимально возможный вклад дисперсных частиц не превышает ~45 МПа.

Сравнительный анализ поведения аустенитно-мартенситной стали при испытании на растяжение на разных стадиях термообработки показал (рис. 5, кривая 1), что после закалки от 1020 °С и нагрева при 760 °С происходит интенсивное деформационное упрочнение, связанное с частичным превращением остаточного аустенита в мартенсит деформации. Последующий отпуск



Рис. 4. Фазовая карта микроструктуры стали 2 после нагрева при 760 °С (а) и последующего отпуска при 530 °С (б)

Fig. 4. Phase map of steel 2 microstructure after heating at 760 °C (a) and subsequent tempering at 530 °C (δ)



Рис. 5. Участок диаграммы растяжения разрывного образца стали 2 в различных состояниях: *I* – нагрев при 760 °C; *2* – последующий отпуск при 530 °C; *3* – площадка текучести



при 530 °C отличается значительным увеличением предела текучести с образованием площадки и уменьшением влияния деформационного упрочнения (кривая 2).

Рентгеноструктурный фазовый анализ зоны равномерного удлинения испытанного на растяжение образца после многоступенчатой термообработки выявил уменьшение количества остаточного аустенита с 10,7 до 5,3 %. Фазовая карта данного участка в продольном сечении показала, что аустенит в микроструктуре присутствует по большей части в виде межреечных прослоек (рис. 6), подразумевая преимущественное превращение остаточного аустенита блочной морфологии в процессе деформации.

Дополнительное выделение карбидов в ходе окончательного отпуска при 530 °С уменьшило содержание углерода в гамма-твердом растворе, что снизило стабильность остаточного аустенита и привело к частичному превращению в мартенсит при охлаждении (табл. 4). Предположительно, следствием этого стало смещение начала мартенситного превращения остаточного аустенита при растяжении в область упругой деформации с образованием мартенсита напряжения и значительное повышение предела текучести. Площадка текучести указывает на протекание пласти-



Рис. 6. Фазовая карта микроструктуры разрывного образца стали 2 на участке равномерного удлинения после закалки от 1020 °C, нагрева при 760 °C и отпуска при 530 °C

Fig. 6. Phase map of proportional elongation zone of steel 2 tensile sample after hardening from 1020 °C, heating at 760 °C and tempering at 530 °C

ческой деформации за счет локального скольжения и мартенситного превращения, что характерно для сталей с пластичностью, наведенной превращением (ПНП-стали) [28]. Если образование мартенсита при растяжении происходит главным образом за счет мартенситного превращения аустенита блочной морфологии, то локальный сдвиг обеспечивается за счет более стабильных прослоек аустенита, вдоль которого могут скользить жесткие мартенситные рейки [14; 17].

Испытание сталей на ударный изгиб при температуре минус 40 °С проводили после термической обработки по режимам, приведенным в табл. 5. Исследуемые стали показали высокие значения ударной вязкости, удовлетворяющие требованиям при эксплуатации в холодных макроклиматических условиях.

Можно предположить, что заметно меньшая ударная вязкость аустенитно-мартенситной стали с 15 % Сг по сравнению со сталью мартенситного класса с 13 % Сг при равной прочности обусловлена ограниченной деформационной стабильностью блочного аустенита. Подтверждением этому служат данные фазового состава, согласно которым доля остаточного аустенита в стали 2 вблизи поверхности излома снизилась после испытания на удар с 10,7 до 8,2 %. Фазовая карта аусте-

Таблица 5

Ударная вязкость исследуемых сталей

Table 5. Impact toughness of the studied steels

Номер стали	Режим термообработки	Ударная вязкость КСV ^{-40 °С} , Дж/см ²
1	Закалка при 980 °С (0,5 ч) + отпуск при 560 °С (1,5 ч)	136 ± 6
2	Закалка при 1020 °С (0,5 ч) + нагрев при 760 °С (2 ч) + отпуск при 530 °С (1 ч)	84 ± 5



Рис. 7. Фазовая карта микроструктуры вблизи поверхности излома ударного образца стали 2 после закалки от 1020 °С, нагрева при 760 °С и отпуска при 530 °С



нитно-мартенситной стали показала (рис. 7), что вследствие частичного $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения значительно уменьшилась доля блочной морфологии остаточного аустенита.

Расчетное влияние остаточного аустенита, имеющего форму стабильных межреечных прослоек, на ударную вязкость согласно результатам линейной аппроксимации [29] имеет незначительный эффект при его содержании менее 10 %. Снижение ударной вязкости стали 2 может быть также связано с выделением частиц карбидной фазы, ухудшающих сопротивление развитию хрупких трещин [6; 30].

Выводы

Таким образом показано, что закалка стали с 15 % хрома и высоким содержанием никеля и молибдена с последующим отпуском в температурном диапазоне от 530 до 590 °C не позволяет обеспечить высокий предел текучести вследствие неполного мартенситного превращения и сохранения значительного количества остаточного аустенита (от 30 до 36 %). Нагрев в МКИ до 680 °C аустенитно-мартенситной стали также не обеспечил требуемых показателей.

Многоступенчатая термообработка по режиму: закалка от 1020 °С, промежуточный нагрев при 760 °С и окончательный отпуск при 530 °С позволила снизить количество остаточного аустенита и обеспечить механические свойства, соответствующие группам прочности Q125 и Q135. Выделение дисперсных карбидов $Me_{23}C_6$ на основе хрома и молибдена и обеднение остаточного аустенита по углероду после нагрева и последующего отпуска привело к уменьшению его содержания до 10,7 %.

Остаточный аустенит после многоступенчатой термообработки представлен в микроструктуре в виде блоков и прослоек, расположенных между мартенситных реек. Испытание на статическое растяжение и последующий анализ структурно-фазового состояния выявили низкую стабильность аустенита блочной формы, претерпевающего при деформации мартенситное превращение.

Предположительно, уменьшение содержания углерода в гамма-твердом растворе в результате окончательного отпуска при 530 °C позволило сместить процесс мартенситного превращения остаточного аустенита при статическом растяжении в область упругой деформации. Это приводит к образованию мартенсита напряжения и значительному увеличению предела текучести. Благодаря стабильности межреечных прослоек остаточного аустенита, обеспечивающих локальное скольжение окружающих реек, такая сталь имеет более высокое относительное удлинение, чем сталь мартенситного класса с 13 % Сг.

Ограниченная деформационная устойчивость остаточного аустенита блочной формы, по-видимому, является причиной более низкой ударной вязкости в сравнении со сталью, имеющей однородную мартенситную микроструктуру.

Список литературы / References

- ANSI/API Spec 5CRA. Спецификация по бесшовным трубам из коррозионно-стойкого сплава для использования в качестве обсадных, насосно-компрессорных труб и соединительных муфт. Американский нефтяной институт, 2010:100.
- 2. Потак Я.М. *Высокопрочные стали*. Москва: Металлургия; 1972:208.
- Пикеринг Ф.Б. Физическое металловедение и разработка сталей. Москва: Металлургия; 1982:182.
 Pickering F.B. Physical Metallurgy and the Design of Steels.

Applied Science Publishers; 1978:275.

 Померанцева С.И., Вознесенская Н.М., Тарасенко Л.В., Лащевский В.Б. Высокопрочные коррозионностойкие стали переходного аустенитно-мартенситного класса ВНС-5 и СН-3. Вопросы авиационной науки и техники. Авиационные материалы. 1986; (№ Высокопрочные стали):65–72.

Pomerantseva S.I., Voznesenskaya N.M., Tarasenko LV., Lashchevskii V.B., High-strength corrosion-resistant semiaustenitic steels VNS-5 and SN-3. *Voprosy aviatsionnoi nauki i tekhniki. Aviatsionnye materialy.* 1986;(High-strength steels):65–72. (In Russ.).

5. Потак Я.М., Сачков В.В., Попова Л.С., Лавров В.И. Нержавеющая сталь X16H6 (СН-2А, ЭП288) переходного класса с высокой вязкостью. *Металловедение и термическая обработка металлов.* 1968;(11):4–7.

Potak Ya.M., Sachkov V.V., Popova L.S., Lavrov V.I. Stainless steel Kh16N6 (SN-2A, EP288) of transition class with high viscosity. *Metal Science and Heat Treatment*. 1968;(11):4–7. (In Russ.).

6. Вознесенская Н.М., Петраков А.Ф., Каблов Е.Н., Шалькевич А.Б. Высокопрочные коррозионностойкие стали аустенито-мартенситного класса. *Металловедение и термическая обработка металлов.* 2002;(7):34–37.

Voznesenskaya N.M., Petrakov A.F., Kablov E.N., Shal'kevich A.B. High-strength corrosion-resistant steels of austenitic-martensitic class. *Metal Science and Heat Treatment*. 2002;(7):34–37. (In Russ.).

 Померанцева С.И., Вознесенская Н.М., Лащевский В.Б., Гурвич Л.Я. Влияние нагревов при 400-450 °С на сопротивление коррозионному растрескиванию сварных соединений высокопрочных нержавеющих сталей. Вопросы авиационной науки и техники. Авиационные материалы. 1988;(№ Коррозия и защита металлических материалов и конструкций):22–26.

Pomerantseva S.I., Voznesenskaya N.M., Lashchevskii V.B., Gurvich L.Ya. Effect of heating at 400-450°C on the stress corrosion cracking resistance of welded joints of highstrength stainless steels. *Voprosy aviatsionnoi nauki i tekhniki. Aviatsionnye materialy.* 1988;(Corrosion and protection of metallic materials and structures):22–26. (In Russ.).

8. Вознесенская Н.М., Лащевский В.Б., Гурвич Л.Я., Кривов Н.А., Ермолин П.А. Повышение сопротивления коррозионному растрескиванию штампованных деталей из стали 08X17H5M3. Вопросы авиационной науки и техники. Авиационные материалы. 1988;(№ Коррозия и защита металлических материалов и конструкций):15–21.

Voznesenskaya N.M., Lashchevskii V.B., Gurvich L.Ya., Krivov N.A., Ermolin P.A. Increasing the resistance to corrosion cracking of stamped parts made of steel 08Kh17N5M3. *Voprosy aviatsionnoi nauki i tekhniki. Aviatsionnye materialy.* 1988;(no. Corrosion and protection of metallic materials and structures):15-21. (In Russ.).

9. Петраков А.Ф., Козловская В.И., Савинков Р.А., Транцевич Я.В. Влияние водорода на свойства коррозионностойких хромоникелевых сталей при комнатной и криогенных температурах. Вопросы авиационной науки и техники. Авиационные материалы. 1985;(3):15–21.

Petrakov A.F., Kozlovskaya V.I., Savinkov R.A., Trantsevich Ya.V. Effect of hydrogen on the properties of corrosionresistant chromium-nickel steels at room and cryogenic temperatures. *Voprosy aviatsionnoi nauki i tekhniki. Aviatsionnye materialy.* 1985;(3):15–21. (In Russ.).

 Махнева Т.М., Дементьев В.Б. Фазовый состав подвергнутой интенсивной пластической деформации стали марки ВНС2 после закалки и старения в замкнутом объеме. Вестник ИжГТУ. 2009;(4):54–58.

Makhneva T.M., Dement'ev V.B. Phase composition of VNS2 steel undergone to intensive plastic deformation after hardening and aging in a closed volume. *Vestnik IZhGTU*. 2009;(4):54-58. (In Russ.).

 Громов В.И., Вознесенская Н.М., Покровская Н.Г., Тонышева О.А. Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали ФГУП «ВИАМ» для изделий авиационной техники. Авиационные материалы и технологии. 2017;(S):159–174.

https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-159-174

Gromov V.I., Voznesenskaya N.M., Pokrovskaya N.G., Tonysheva O.A. High-strength constructional and corrosion-resistant steels developed by VIAM for aviation engineering. *Avia-tsionnye materialy i tekhnologii*. 2017;(S):159–174. (In Russ.). *https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-159-174*

- Wong A. Modelling the stability and transformation kinetics of retained austenite in steels. *Materials Science and Technology*. 2022;38(11):676–688. http://dx.doi.org/10.1080/02670836.2022.2063539
- **13.** Xiong X.C., Chen B., Huang M.X., Wang J.F., Wang L. The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel. *Scripta Materialia*. 2013;68(5):321–324.

http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.11.003

- 14. Yang K., Ding W., Liu S., Li W., Jin X. Dominating role of film-like carbon-enriched austenite for the simultaneous improvement of strength and toughness in low-carbon steel. *Steel Research International*. 2021;92(2):2000344. https://doi.org/10.1002/srin.202000344
- **15.** Ghazvinloo H.R., Honarbakhsh-Raouf A., Borhami E. Morphological characteristics of retained austenite in 0.362C–1.38Si–1.24Mn steel processed by one-step quenching and partitioning. *Metallurgist*. 2016;60:758–764. *https://doi.org/10.1007/s11015-016-0363-y*
- 16. Narasimha Rao B.V., Thomas G. Structure-property relations and the design of Fe-4Cr-C base structural steels for high strength and toughness. *Metallurgical Transactions A*. 1980;11:441–457. https://doi.org/10.1007/bf02654568
- Maresca F., Kouznetsova V.G., Geers M.G.D. On the role of interlath retained austenite in the deformation of lath martensite. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. 2014;21:21. https://doi.org/10.1088/0965-0393/22/4/045011
- Liu W., Zhang B., Zhao A., Guo H., Sun S. Control of morphology and dimension of blocky retained austenite in medium-carbon steel. *Material Research Express*. 2018;6(1):10. https://doi.org/10.1088/2053-1591/aae561
- 19. Liu W., Liang J., Liang Y., Zhang B., Zhao A. A study of blocky retained austenite and properties under variously heat-treated ultra-fine bainitic steel. *Material Research Express.* 2019;6(10):15. https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab3937
- 20. Lu X., Yang Z., Qian D., Lan J., Hua L. Effect of martensite pre-quenching on bainite transformation kinetics, martensite/ bainite duplex microstructures, mechanical properties and retained austenite stability of GCr15 bearing steel. *Journal* of Materials Research and Technology. 2021;15:2429–2438. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.09.070
- **21.** Xiao H., Zhao G., Xu D., Cheng Y., Bao S. Effect of microstructure morphology of Q&P steel on carbon and manganese partitioning and stability of retained austenite. *Metals*. 2022;12(10):1613. *https://doi.org/10.3390/met12101613*
- 22. Yi H.L., Chen P., Bhadeshia H.K.D.H. Optimizing the morphology and stability of retained austenite in a d-TRIP steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014;45: 3512–3518. https://doi.org/10.1007/s11661-014-2267-4
- **23.** Драгунов Ю.Г., Зубченко А.С., Каширский Ю.В. *Марочник сталей и сплавов. 4-е изд. перераб. и доп.* Москва; 2014:1216.
- 24. Cao L., Anderko A., Gui F., Sridhar N. Localized corrosion of corrosion resistant alloys in H₂S-containing environments. *Corrosion*. 2016;72(5):636–654. https://doi.org/10.5006/2016

- 25. Kimura M., Tamari T., Shimamoto K. High Cr stainless steel OCTG with high strength and superior corrosion resistance. JFE Technical Report. 2005:(9):7-12.
- 26. Пумпянский Д.А., Пышминцев И.Ю., Битюков С.М., Гервасьев М.А., Гусев А.А. Особенности микроструктуры, фазового состава и возможности упрочнения нержавеющих сталей с 13 – 17 % Сг. Известия вузов. Черная металлургия. 2022;65(9):644-653. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-9-644-653

Pumpyanskii D.A., Pyshmintsev I.Yu., Bityukov S.M., Gervas'ev M.A., Gusev A.A. Features of microstructure, phase composition and strengthening capability of stainless steels with 13 – 17% Cr. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2022;65(9):644-653. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-9-644-653

- 27. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть ІІ. Деформация. Москва: МИСИС; 1997:527.
- 28. Гервасьев М.А., Эстемирова С.Х., Мушников А.Н., Шарапова В.А., Гусев А.А., Баширова М.А. Изменение фазового состава высокомарганцевых сталей при растяжении. Физика металлов и металловедение. 2022;(1): 35-39. https://doi.org/10.31857/S0015323022010053

Gervasyev M.A., Estemirova S.K., Mushnikov A.N., Sharapova V.A., Gusev A.A., Bashirova M.A., Mushnikov A.N. Changes in the phase composition of high-manganese steels during tensile deformation. The Physics of Metals and Metallography. 2022;(1):32-36. https://doi.org/10.31857/S0015323022010053

29. Nakagawa H., Miyazaki T. Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel. Journal of Materials Science. 1999;34:3901-3908.

https://doi.org/10.1023/A:1004626907367

30. Пышминцев И.Ю., Смирнов М.А., Лаев К.А., Храмков Е.В., Алютин Д.М. Свойства высокохромистых коррозионностойких сталей. подвергнутых высокотемпературной термомеханической обработке. Вестник МГТУ им. Г. И. Носова. 2015;(3):78-82.

Pyshmintsev I.Yu., Smirnov M.A., Laev K.A., Khramkov E.V., Alyutin D.M. Properties of high-chromium corrosion-resistant steels exposed to high-temperature thermomechanical treatment. Vestnik Magnitogorskogo gosudarstvennogo tehnitseskogo universiteta im. G.I. Nosova. 2015;(3):78-82. (In Russ.).

Сведения об авторах Information about the Authors

Игорь Юрьевич Пышминцев, д.т.н., профессор, генеральный директор, ООО «ИЦ ТМК»

E-mail: PyshmintsevIU@tmk-group.com

Сергей Михайлович Битюков, к.т.н., заведующий лабораторией, 000 «ИЦ ТМК» E-mail: BitiukoySM@tmk-group.com

Алексей Антонович Гусев, младший научный сотрудник, 000 «ИЦ ТМК»

E-mail: GusevAA1@tmk-group.com

Igor' Yu. Pyshmintsev, Dr. Sci. (Eng.), Prof., General Director, LLC "TMK R&D"

E-mail: PyshmintsevIU@tmk-group.com

Sergei M. Bityukov, Cand. Sci. (Eng.), Head of the Laboratory, LLC "TMK R&D"

E-mail: BitiukoySM@tmk-group.com

Aleksei A. Gusev, Junior Researcher, LLC "TMK R&D" E-mail: GusevAA1@tmk-group.com

Вклад авторов **Contribution of the Authors**

И. Ю. Пышминцев - обоснование концепции и планирование исследований, разработка программы экспериментальных исследований, анализ данных литературы, анализ экспериментальных данных, интерпретация результатов исследования, формулировка выводов, редактирование и переработка рукописи.

С. М. Битюков – планирование исследований, разработка программы экспериментальных исследований, анализ экспериментальных данных, интерпретация и обобщение результатов исследования, формулировка выводов, редактирование и переработка рукописи.

А. А. Гусев – сбор и анализ данных литературы, проведение экспериментальных исследований (подготовка проб образцов, термообработка, металлография и дифрактография), анализ экспериментальных данных, интерпретация результатов исследования, формулировка выводов, оформление, редактирование и переработка рукописи.

I. Yu. Pyshmintsev - substantiation of the research concept, planning of the experiments, analysis of literary and experimental data, interpretation of the research results, formation of the conclusions, editing and revision of the manuscript

S. M. Bityukov - planning of the experiments, analysis of experimental data, interpretation and generalization of the research results, formation of the conclusions, editing and revision of the manuscript

A. A. Gusev - search and analysis of literary data, conducting experimental studies (sample preparation, heat treatment, metallography, diffraction research), analysis of experimental data, interpretation of the research results; formation of the conclusions; design, editing and revision of the manuscript.

Поступила в редакцию 20.07.2023 Received 20.07.2023 После доработки 05.09.2023 Принята к публикации 11.09.2023

Revised 05.09.2023 Accepted 11.09.2023

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



удк 669:539.381.296 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-580-586



Оригинальная статья Original article

О ВЛИЯНИИ НАГРЕВА НА НЕОДНОРОДНОСТЬ ДЕФОРМАЦИИ БИМЕТАЛЛА УГЛЕРОДИСТАЯ СТАЛЬ – НЕРЖАВЕЮЩАЯ СТАЛЬ

С. П. Буякова¹, К. Н. Каюров², С. А. Баранникова¹

¹ Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН (Россия, 634055, Томск, пр. Академический, 2/4)

² Научно-производственное предприятие геофизической аппаратуры «ЛУЧ» (Россия, 630051, Новосибирск, ул. 2-я Юргинская, 34)

📨 sbuyakova@ispms.ru

Аннотация. Работа посвящена изучению влияния отжига на механические свойства и неоднородность пластической деформации биметаллической пластины из нержавеющей/углеродистой сталей с размерами рабочей части 50×7×2 мм. Для отработки лазерной технологии получения биметаллов различных композиций наибольший интерес представляет изучение зоны контакта двух разнородных сталей. Поскольку от структуры и свойств данной зоны зависят эксплуатационные характеристики всего изделия в целом, взаимодействие составляющих биметалла в процессе его изготовления приводит к возникновению неоднородности различных видов вблизи границы раздела и в объемах, прилегающих к ней. Материал исследований получали методом лазерной наплавки проволоки нержавеющей стали AISI 304 на пластину из низкоуглеродистой стали Ст3. Биметаллические образцы с наплавкой подвергали вакуумному нагреву при температуре 700 °C в течение различного времени (от 2 до 8 ч). Использование данных о распределениях локальных деформаций методом спекл-фотографии позволило рассмотреть процесс пластического течения на начальном участке диаграммы растяжения и установить влияние температуры отжига на локализацию пластической деформации в процессе механических испытаний. Для количественной оценки неоднородности деформации в основном и плакирующем слоях использовали пространственно-временные распределения локальных удлинений и соответствующие величины коэффициента вариации. Установлено, что уровень неоднородности деформации микрообъемов на интерфейсе в процессе растяжения выше, чем основных слоев биметалла. С увеличением времени отжига отмечается повышение значений коэффициента вариации в зоне соединения, более значительное со стороны нержавеющей стали, что увеличивает вероятность зарождения микротрещин. Повышенный уровень неоднородности деформации микрообъемов науглероженной зоны плакирующего слоя обусловлен усилением локализации деформации в близлежащих микрообъемах из-за структурной неоднородности.

Ключевые слова: пластическая деформация, локализация, биметаллы, низкоуглеродистая сталь, нержавеющая сталь

Благодарности: Работа выполнена в рамках комплексного проекта «Организация высокотехнологичного производства роторных управляемых систем для вскрытия сложных пластов и бурения скважин с большим отходом от вертикали в сложных геологических условиях, Арктике» (соглашение о предоставлении субсидии от 6 апреля 2022 № 075-11-2022-019), реализуемого Институтом физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках постановления Правительства РФ от 09.04.2010 № 218.

Для цитирования: Буякова С.П., Каюров К.Н., Баранникова С.А. Влияние термической обработки на неоднородность деформации биметалла углеродистая сталь – нержавеющая сталь. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):580–586. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-580-586

EFFECT OF HEAT TREATMENT ON DEFORMATION INHOMOGENEITY OF CARBON STEEL / STAINLESS STEEL BIMETAL

S. P. Buyakova¹, K. N. Kayurov², S. A. Barannikova¹

¹ Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (2/4 Akademicheskii Ave., Tomsk 634055, Russian Federation)

² Scientific Production Enterprise of Geophysical Equipment "LUCH" (34 2nd Yurginskaya Str., Novosibirsk 630051, Russian Federation)

sbuyakova@ispms.ru

Abstract. The work is devoted to the study of the effect of annealing on mechanical properties and inhomogeneity of plastic deformation of a bimetallic plate made of stainless / carbon steel with the dimensions of the working part 50×7×2 mm. To develop laser technology for produc-

ing bimetals of various compositions, the contact zone of two dissimilar steels is of greatest interest. Since the performance characteristics of the entire product as a whole depend on the structure and properties of this zone, interaction of the components of the bimetal in the process of its manufacture leads to appearance of heterogeneity of various types near the interface and in the volumes adjacent to it. The research material was obtained by laser cladding of wire AISI 304 stainless steel on a plate of low-carbon steel St3. Bimetallic samples were subjected to vacuum heating at a temperature of 700 °C at various times from 2 to 8 h. The use of data on the distributions of local strains by the speckle photography method made it possible to consider the process of plastic flow in the initial section of tension diagram and to establish the effect of annealing temperature on plastic strain localization during mechanical tests. For a quantitative assessment of deformation inhomogeneity in the main and cladding layers, we used spatiotemporal distributions of local elongations and the corresponding values of the variation coefficient. It was established that the level of deformation inhomogeneity of microvolumes at the interface during tension is higher than that of the bimetal main layers. With increase in the annealing time, increase in the variation coefficient in the joint zone is noted, which is more significant on the stainless steel side, and this increases the probability of microvracks initiation. The increased level of deformation inhomogeneity of microvolumes of the cladding layer carburized zone is contingent on the increased localization of deformation in nearby microvolumes due to structural heterogeneity.

Keywords: plastic deformation, localization, bimetal, low carbon steel, stainless steel

Acknowledgements: The work was performed within the framework of the complex project "Organization of high-tech production of rotary controlled systems for opening complex formations and drilling wells with a large deviation from the vertical in difficult geological conditions, in the Arctic" (grant agreement No. 075-11-2022-019 dated April 06, 2022), the financial support of the Ministry of Science and Education of the Russian Federation (decree of the Government of the Russian Federation dated 09.04.2010 No. 218).

For citation: Buyakova S.P., Kayurov K.N., Barannikova S.A. Effect of heat treatment on deformation inhomogeneity of carbon steel/stainless steel bimetal. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):580–586. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-580-586

Введение

Эксплуатация материалов в условиях одновременного воздействия механических нагрузок и высоких температур в энергетическом или нефтеперерабатывающем оборудовании требует разработки новых методов оценки их работоспособности [1], которые учитывают влияние различных видов структурно-механической неоднородности [2-4]. Несмотря на то, что биметаллические материалы обладают высокой прочностью, они весьма чувствительны к расслоению на интерфейсе. Дефекты типа расслоение могут появляться в процессе изготовления и эксплуатации биметаллических материалов, что в определенной степени сдерживает их применение в промышленности [5-8]. Неравномерность деформации биметаллических композиций при прокатке зависит от соотношения сопротивлений деформации составляющих, исходных толщин слоев и порядка их укладки, параметров очага деформации, а также от контактных сил трения и касательных напряжений на интерфейсе [9-12]. Такая неравномерность деформации биметаллических композиций оказывает отрицательное влияние на процесс прокатки и свойства биметалла, так как приводит к возникновению значительных остаточных напряжений, которые могут вызывать расслоение биметалла, его изгиб, коробление и разрыв более твердых слоев [13 – 16].

Весьма перспективное направление развития технологии лазерной наплавки с помощью мощных лазеров – использование наплавляемого материала в виде сплошных и порошковых металлических лент [17; 18]. Основным стимулом к переходу от традиционных технологий получения покрытий (термическое напыление, дуговая наплавка) к лазерным служит более высокое качество получаемых покрытий, что обусловлено низким коэффициентом перемешивания наплавляемого материала с материалом подложки при более высоких адгезионных характеристиках [19].

В связи с тем, что протекающие вблизи интерфейса процессы при лазерной наплавке могут оказывать воздействие на свойства материала [20], целью настоящей работы являлось изучение влияния температурно-временных факторов на неоднородность пластической деформации биметаллической пластины.

Материалы и методы исследования

Для исследований неоднородности деформаций выбран биметалл низкоуглеродистая сталь марки Ст3/нержавеющая сталь AISI 304, полученный методом лазерной наплавки. Толщина основного слоя низкоуглеродистой стали СтЗ составляет примерно 6 мм, толщина наплавленного слоя из нержавеющей стали AISI 304 – примерно 1 мм. Лазерную наплавку с использованием присадочной проволоки проводили на пластины из низкоуглеродистой стали Ст3 на экспериментальной установке Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН. Подачу присадочной проволоки в зону лазерного воздействия осуществляли с помощью стандартной дуговой горелки и сварочного полуавтомата ПДГО-601. В качестве наплавляемого материала при такой схеме лазерной наплавки использовали присадочную проволоку из нержавеющей стали AISI 304 (диаметр 1,0 мм). Производительность лазерной наплавки присадочной проволоки с помощью волоконного лазера ЛС-15 (мощностью 15 кВт) составляла 130-170 г/мин при ширине наплавленных валиков 0,8 – 1,5 мм. Режимы наплавки подбирали таким образом, чтобы обеспечить однородное монолитное покрытие по заранее отработанным технологическим режимам: ширина сканирования (примерно 30 мм), мощность лазерного излучения
(4 кВт), скорость (65 мм/мин). Сканирование осуществляли в «треугольном» режиме с частотой 25 Гц. Металлографические исследования шлифов и рентгеновский анализ показали, что во всех образцах отсутствуют поры, трещины и нерасплавленные частицы порошка.

При нагреве биметаллов различного химического состава скорость и направление диффузии углерода и легирующих элементов зависят от температуры нагрева [3]. После термической обработки образцов (вакуумный нагрев до 700 °C с выдержкой в течение 2, 4, 6 и 8 ч) распределение химических элементов в составе сталей по толщине биметаллической пластины фиксировали на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50 (Carl Zeiss, Германия) с приставкой Охford Insruments для рентгеновского дисперсионного микроанализа (Центр коллективного пользования «НАНО-ТЕХ» ИФПМ СО РАН). Для измерений микротвердости методом восстановленного отпечатка в соответствии с ГОСТ 9450 – 76 использовали микротвердомер ПМТ-3.

Регистрацию полей деформаций плоских образцов с размерами рабочей части 50×7×2 мм осуществляли в процессе механических испытаний на одноосное растяжение на испытательной машине Walter+Bai LFM-125 со скоростью деформации 6,67 · 10⁻⁵ с⁻¹ при комнатной температуре синхронно с использованием адаптированной методики спекл-фотографии, описанной в работах [21-23]. Наиболее естественной для визуализации и анализа компонентой тензора пластической дисторсии обычно является локальное удлинение в направлении оси растяжения образца є, Распределения сдвиговых и поворотных компонент имеют более сложный вид и поэтому менее удобны для анализа. Получаемые таким образом распределения отражают приросты локальных деформаций, а не их интегральные значения с начала процесса нагружения. На рис. 1, а приведен типичный пример такого распределения локальных деформаций $\varepsilon_{xx}(x, y)$ по образцу в состоянии после лазерной наплавки при общей деформации растяжения 0,01. Из представленных данных следует, что за пределом текучести пластическая деформация локализована в определенных зонах образца, в то время как другие объемы материала при заданном приросте деформации практически не деформируются. Для количественной оценки степени неоднородности деформации разных слоев биметалла (подложки и наплавки) использовался коэффициент вариации локальных деформаций ε_{xx} как отношение стандартного отклонения к средней арифметической величине *n* измерений:

$$\nu = \frac{\sqrt{\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\left(\left\langle \varepsilon_{xx}\right\rangle - \varepsilon_{xx_{i}}\right)^{2}}}{\left\langle \varepsilon_{xx}\right\rangle}$$
где $\left\langle \varepsilon_{xx}\right\rangle = \frac{\sum_{i=1}^{n}\varepsilon_{xx_{i}}}{1}$.

Считается, что при v > 0,4 распределение локальных удлинений ε_{xx} в образце становится существенно неоднородным, а величина $\langle \varepsilon_{xx} \rangle$ является не репрезентативной [24].

Результаты исследований и их обсуждение

Твердость в зоне соединения биметалла оказалась значительно выше твердости подложки и наплавки вне этой зоны (рис. 1, δ). После термической обработки с увеличением времени нагрева средний уровень твердости подложки и наплавки становится значительно ниже, но вблизи зоны соединения сохраняется градиент упрочнения двух сталей.



Рис. 1. Распределение локальных деформаций ε_{xx} в подложке (1) и наплавке (2) на начальной стадии пластического течения (a) и изменение микротвердости по ширине образца (δ) после лазерной наплавки (1) и после термической обработки в течение 2 (2), 4 (3), 6 (4) и 8 ч (5) (пунктирной линией (I) отмечена зона соединения)

Fig. 1. Distribution of local deformations ε_{xx} in the substrate (1) and surfacing (2) at the initial stage of plastic flow (a) and the change in microhardness along the width of the sample (δ) after laser surfacing (1) and after heat treatment at 2 (2), 4 (3), 6 (4) and 8 h (5) (dotted line (I) marks the junction zone)

На рис. 2 показано влияние времени нагрева на распределение основных элементов (железа, хрома, никеля, марганца) по толщине образца. Видно, что влияние нагрева оказывается не существенным в каждой из сталей по сравнению с исходным состоянием без термической обработки.

Между низкоуглеродистой и нержавеющей сталью фиксируется переходный слой (I), в котором содержания



Рис. 2. Влияние времени отжига на распределение железа (*a*), хрома (*б*), никеля (*в*) и марганца (*г*) по толщине образца:
 I – низкоуглеродистая сталь; *2* – нержавеющая сталь;
 I – переходный слой в зоне соединения

Fig. 2. Effect of annealing time on distribution of iron (*a*), chromium (δ), nickel (*s*) and manganese (*c*) over the thickness of the sample:

I – low-carbon steel; *2* – stainless steel;

I – transition layer in the junction zone

железа, хрома, никеля и марганца изменяются по линейному закону. Глубина диффузии хрома и никеля в основной слой низкоуглеродистой стали достигает 20 мкм. При нагреве происходят диффузия легирующих элементов из аустенитной стали в углеродистую (перлитную) и диффузия углерода в обратном направлении.

На рис. 3, *а* показано влияние времени нагрева на распределение углерода по толщине образца.

В распределении содержания углерода в направлении от углеродистой стали к нержавеющей за переходным слоем (*I*) выделяются обезуглероженный (*II*) и науглероженный (*III*) слои, толщина которых изменяется с продолжительностью нагрева. С ростом длительности отжига увеличивающаяся обезуглероженная ферритная зона со стороны углеродистой стали характеризуется низкой прочностью, и это отражается на снижении предела прочности биметалла (рис. 3, δ). Диффузия хрома из аустенитной фазы и углерода в обратном направлении приводит к образованию тонкого карбидного слоя со стороны углеродистой стали.



Рис. 3. Распределение углерода по толщине образца
 с наплавкой (a), а также глубина обезуглероживания δ основного слоя и предел прочности σ биметалла в зависимости от длительности отжига t (б):
 I – низкоуглеродистая сталь; 2 – нержавеющая сталь;
 I – переходный слой в зоне соединения

Fig. 3. Carbon distribution over the thickness of the surfaced sample (*a*), depth of decarburization δ of the base layer and tensile strength σ of the bimetal depending on annealing duration $t(\delta)$: l – low-carbon steel; 2 – stainless steel;

I – transition layer in the junction zone

Структурная и химическая неоднородности вблизи поверхности раздела слоев подложки и наплавки оказывают влияние на характер развития пластической деформации вблизи переходной зоны. Условием совместности деформации на поверхности раздела биметалла является равенство деформации микрообъемов металла, прилегающих непосредственно к поверхности раздела. Как следствие, должны быть одинаковыми и уровни неоднородности деформации микрообъемов слоев на поверхности раздела, оцениваемые с помощью коэффициента вариации локальных деформаций v. Обеспечение указанных условий сопровождается усложнением напряженного состояния в этих областях.

На рис. 4 показано влияние термической обработки на изменение коэффициента вариации v, отражающего степень неоднородности деформации, вблизи переходной зоны биметалла на начальных этапах деформации. В биметалле в состоянии после лазерной наплавки уровни неоднородности деформации микрообъемов приграничных зон со стороны нержавеющей и углеродистой сталей различаются почти в два раза (рис. 4, кривая *I*). Для микрообъемов обезуглероженной зоны, непосредственно примыкающих к поверхности раздела, характерен, как и для состояния после наплавки (рис. 4, кривая I), пониженный уровень неоднородности деформации. Наличие карбидной прослойки приводит к зарождению микротрещин и более неоднородному распределению локальных деформаций и в науглероженном слое аустенитной стали при общей деформации $\varepsilon = 0.01$. В работе [23] показано, что на площадке текучести биметалла зародившаяся в основном слое стали СтЗ полоса Людерса может играть



Рис. 4. Изменение уровня неоднородности деформации v по толщине слоев образца на начальной стадии пластического течения в состоянии после лазерной наплавки (1) и после отжига в течение 2 (2), 4 (3), 6 (4) и 8 ч (5)

Fig. 4. Change in the level of inhomogeneity of deformation v by thickness of the sample layers at the initial stage of plastic flow in the state after laser surfacing (1) and after annealing at 2 (2), 4 (3), 6 (4) and 8 h (5)

роль «клина» согласно модели расклинивания Баренблатта [25], и тем самым инициировать зарождение трещины в плакирующем слое. Благодаря высокому уровню локальных напряжений на границе раздела полоса Людерса способствует образованию мартенситной α'-фазы и зарождению одиночных зон локализованной деформации в наплавленном слое на начальном участке пластического течения.

После термической обработки с увеличением времени отжига (рис. 4, кривые 2 – 5) коэффициенты вариации неоднородности деформации подложки и наплавленного металла становятся значительно выше, и вблизи зоны соединения сохраняется различный уровень неоднородности деформаций двух сталей. Статистический анализ с использованием метода двойного *t*-критерия [24] показал, что отличие коэффициентов вариации неоднородности деформации для подложки и наплавленного металла «значимо».

Таким образом, в настоящей работе показано влияние структурной неоднородности вблизи поверхности раздела слоев на распределения локальных деформаций в условиях одноосного растяжения биметалла, полученного методом лазерной наплавки. Характер неоднородности деформации в переходной зоне и основных слоях отличается, что может отражаться на свойствах изделий из биметалла. Для предотвращения снижения механических свойств биметаллов типа углеродистая сталь – нержавеющая сталь необходимо выбирать технологические режимы их получения, обеспечивающие минимальный уровень неоднородности деформации микрообъемов в переходной зоне.

Выводы

В зоне соединения наблюдается значительное упрочнение биметалла, полученного методом лазерной наплавки. Последующий нагрев до 700 °C с выдержкой от 2 до 8 ч не уменьшает градиент упрочнения, что связано с образованием карбидной прослойки вследствие диффузии компонентов.

Термическая обработка приводит к росту обезуглероженного слоя со стороны углеродистой стали и снижению предела прочности биметалла.

Высокие значения коэффициента вариации локальных деформаций в науглероженном слое наплавленного металла обусловлены повышением концентрации деформаций из-за наличия карбидов хрома и микротрещин. Увеличение длительности отжига приводит к росту коэффициентов вариации неоднородности деформации подложки и наплавленного металла.

Список литературы / References

1. Khodadad Motarjemi A., Koçak M., Ventzke V. Mechanical and fracture characterization of a bi-material steel plate. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2002;79(3):181-191. https://doi.org/10.1016/S0308-0161(02)00012-1

- Gao X., Jiang Z., Wei D., Jiao S., Chen D., Xu J., Zhang X., Gong D. Effects of temperature and strain rate on microstructure and mechanical properties of high chromium cast iron/low carbon steel bimetal prepared by hot diffusion-compression bonding. *Materials and Design*. 2014;63:650–657. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.06.067
- Биметаллический прокат / П.Ф. Засуха, В.Д. Корщиков, О.Б. Бухвалов, А.А. Ершов. Москва: Металлургия; 1971:264.
- Akramifard H.R., Mirzadeh H., Parsa M.H. Estimating interface bonding strength in clad sheets based on tensile test results. *Materials and Design*. 2014;64:307–309. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.066
- Li L., Nagai K., Yin F. Progress in cold roll bonding of metals. Science and Technology of Advanced Materials. 2008;9(2):023001.

http://doi.org/10.1088/1468-6996/9/2/023001

 Li Z., Zhao J., Jia F., Zhang Q., Liang X., Jiao S., Jiang Z. Analysis of bending characteristics of bimetal steel composite. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2018;148:272–283.

https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2018.08.032

 DebRoy T., Wei H.L., Zuback J.S., Mukherjee T., Elmer J.W., Milewski J.O., Beese A.M., Wilson-Heid A., De A., Zhang W. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science*. 2018;92:112–224.

https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001

- Hinojos A., Mireles J., Reichardt A., Frigola P., Hosemann P., Murr L.E., Wicker R.B. Joining of Inconel 718 and 316 Stainless Steel using electron beam melting additive manufacturing technology. *Materials and Design*. 2016;94:17–27. http://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.041
- Dhib Z., Guermazi N., Ktari A., Gasperini M., Haddar N. Mechanical bonding properties and interfacial morphologies of austenitic stainless steel clad plates. *Materials Science and Engineering: A.* 2017;696:374–386. https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.080
- **10.** Li Z., Lin Y.C., Zhang L., Jia F., Jiang Z., Jiao S. Investigation of compact tensile and fracture mechanical properties of a duplex stainless steel bimetal composite with the interfacial zone. *Journal of Materials Research and Technology*. 2022;19:809–820.

https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.05.085

- Li Z., Zhao J., Jia F., Liang X., Zhang Q., Yuan X., Jiao S., Jiang Z. Interfacial characteristics and mechanical properties of duplex stainless steel bimetal composite by heat treatment. *Materials Science and Engineering: A.* 2020;787:139513. http://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139513
- Li L., Niu X., Han B., Song L., Li X. Microstructure and properties of laser cladding coating at the end of L415/316L bimetal composite pipe. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2022;195:104568. https://doi.org/10.1016/j.ijpvp.2021.104568
- Chen N., Ali Khan H., Wan Z., Lippert J., Sun H., Shang S.-L., Liu Z.-K., Li J. Microstructural characteristics and crack formation in additively manufactured bimetal material of 316L stainless steel and Inconel 625. *Additive Manufacturing*. 2020;32:101037.

https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101037

- 14. Li Z., Zhao J., Jia F., Lu Y., Liang X., Yuan X., Jiao S., Zhou C., Jiang Z. Hot deformation behaviour and interfacial characteristics of bimetal composite at elevated temperatures. *Intermetallics*. 2020;125:106893. http://doi.org/10.1016/j.intermet.2020.106893
- 15. Li Z., Zhao J., Jia F., Lu Y., Zhang Q., Jiao S., Jiang Z. Analysis of flow behaviour and strain partitioning mechanism of bimetal composite under hot tensile conditions. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2020;169:105317. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.105317
- **16.** Фудзии Т., Дзако М. *Механика разрушения композиционных материалов*. Москва: Мир: 1982:232.
- 17. Бирюков В., Татаркин Д., Хриптович Е., Фишков А. Разработка технологий и оборудования для лазерного упрочнения и наплавки деталей станков и машин. Станкоинструмент. 2017;009(4):42–47. http://dx.doi.org/10.22184/24999407.2017.9.4.42.47

Biryukov V., Tatarkin D., Khriptovich E., Fishkov A. Development of technologies and equipment for laser strengthening and melting of mills and machine parts. *Stankoinstrument*. 2017;9:42–47. (In Russ.).

http://dx.doi.org/10.22184/24999407.2017.9.4.42.47

- Bandyopadhyay A., Heer B. Additive manufacturing of multi-material structures. *Materials Science and Engineering: R: Reports.* 2018;129:1–16. https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.04.001
- Xi W., Song B., Zhao Y., Yu T., Wang J. Geometry and dilution rate analysis and prediction of laser cladding. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2019;103: 4695–4702. https://doi.org/10.1007/s00170-019-03932-7
- 20. Kwiecień M., Kopyściański M., Błoniarz R., Muszka K., Majta J. Influence of deformation conditions on the inhomogeneity of plastic flow of structurally graded bimetal systems. *Procedia Manufacturing*. 2018;15:1649–1655. https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.07.272
- Баранникова С.А., Косинов Д.А., Зуев Л.Б., Громов В.Е., Коновалов С.В. Влияние водорода на макролокализацию пластической деформации низкоуглеродистой стали. Известия вузов. Черная металлургия. 2016;59(12):891–895. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-12-891-895

Barannikova S.A., Kosinov D.A., Zuev L.B., Gromov V.E., Konovalov S.V. Hydrogen effect on macrolocalization of plastic deformation of low carbon steel. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2016;59(12):891–895. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-12-891-895

22. Данилов В.И., Баранникова С.А., Зуев Л.Б. Автоволны локализованной деформации на начальных стадиях пластического течения монокристаллов. *Журнал технической физики*. 2003;73(11):69–75.

Danilov V.I., Barannikova S.A., Zuev L.B. Autowaves of localized deformation at initial stages of plastic flow of single crystals. *Zhurnal tekhnicheskoi fiziki*. 2003;73(11): 69–75. (In Russ.).

23. Баранникова С.А., Ли Ю.В. Кинетика развития фронтов пластического течения на границе раздела металлов. *Известия вузов. Физика.* 2020;63(5):19–24. https://doi.org/10.17223/00213411/63/5/19

Barannikova S.A., Li Yu.V. Development kinetics of the plastic wave front at the metal interface. *Russian Physics Journal*. 2020;63(5):731–737. https://doi.org/10.1007/s11182-020-02091-7 Mendenhall W.M., Sincich T.L. Statistics for Engineering and the Sciences. New York: Chapman and Hall/CRC; 2016:1182. https://doi.org/10.1201/b19628

Светлана Петровна Буякова, д.т.н., главный научный сотруд-

ник, заведующий лабораторией физической мезомеханики и нераз-

рушающих методов контроля, Институт физики прочности и

Константин Николаевич Каюров, генеральный директор,

Научно-производственное предприятие геофизической аппара-

Светлана Александровна Баранникова, д.б.-м.н., ведуший науч-

материаловедения Сибирского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-6315-2541

ORCID: 0000-0001-9545-5400

ORCID: 0000-0001-5010-9969

E-mail: bsa@ispms.ru

E-mail: kayurov@looch.ru

E-mail: sbuyakova@ispms.ru

Сведения об авторах

Принята к публикации 10.05.2023

25. Barenblatt G.I. The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture. *Advances in Applied Mechanics*. 1962;7: 55–129. https://doi.org/10.1016/S0065-2156(08)70121-2

Information about the Authors Svetlana P. Buyakova, Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Head of the

Svetlana P. Buyakova, Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Head of the Laboratory of Physical Mesomechanics and Non-Destructive Testing, Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-6315-2541 *E-mail:* sbuyakova@ispms.ru

Konstantin N. Kayurov, General Director, Scientific Production Enterprise of Geophysical Equipment "LUCH" ORCID: 0000-0001-9545-5400 *E-mail:* kayurov@looch.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 the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0001-5010-9969 E-mail: bsa@ispms.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>С. П. Буякова</i> – формулирование концепции работы, обзор литературы, анализ результатов. <i>К. Н. Каюров</i> – подбор режимов лазерной наплавки, обсуждение результатов. <i>С. А. Баранникова</i> – проведение исследований механических характеристик и локализации деформации, обсуждение результатов, написание текста статьи.	 S. P. Buyakova – formulation of the concept, literary review, analysis of the results. K. N. Kayurov – selection of laser cladding modes, discussion of the results. S. A. Barannikova – conducting studies of mechanical characteristics and localization of deformation, discussion of the results, writing the text.
Поступила в редакцию 09.03.2023 После доработки 20.04.2023	Received 09.03.2023 Revised 20.04.2023

Accepted 10.05.2023

туры «ЛУЧ»

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



УДК 536.425:539.25:539.351 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-587-593



Оригинальная статья Original article

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ СОСТОЯНИЙ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ ПРИ НАПЛАВКЕ. ЧАСТЬ 1. РЕШЕНИЕ ЗАДАЧИ СТЕФАНА С ДВУМЯ ПОДВИЖНЫМИ ГРАНИЦАМИ

С. А. Невский¹, Л. П. Бащенко¹, О. А. Перегудов²

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

² Омский государственный технический университет (Россия, 644050, Омск, пр. Мира, 11)

💌 nevskiy.sergei@yandex.ru

Аннотация. Теоретически рассматривается процесс затвердевания бинарной системы железо – вольфрам при содержании вольфрама 18 % (по массе). Такое содержание вольфрама характерно для теплостойкого сплава, который применяется в процессах плазменно-дуговой наплавки на поверхность валков. Решается осесимметричная тепловая задача Стефана для двух подвижных цилиндрических границ, которые разделяют три области. В области *1* расплав находится при температуре плавления, в области 2 вещество находится в двухфазном состоянии, а в области *3* – твердое тело. На границе раздела областей *1* и 2 задается температура ликвидуса, а на границе раздела 2 и *3* – температура солидуса. На данных границах задается условие баланса тепловых потоков, из которого получена система кинетических уравнений. Эту систему решали численными методами, при этом не выдвигались гипотезы о том, что фронты фазовых превращений движутся по закону *R* ~ *t*^{1/2}. Решение системы кинетических уравнений показывает, что граница солидуса движется практически по линейному закону. Граница писвидуса перемещается по параболическому закону. Для областей микрометрового диапазона по размерам процессы фазовых превращений протекают за время порядка 5 нс, тогда как для областей размерами порядка 10 мкм – за время около 50 мкс. Зависимости температурных полей от радиальной координаты в различные моменты времени показывают, что с увеличением времени размеры области *2* уменьшаются, и, как только значения координат границ ликвидуса и солидуса становятся близкими, процесс кристаллизации останавливается. Дальнейшее развитие модели заключается в учете вращения одной из сред. Полученные результаты послужат материалом для исследования двухфронтовой неустойчивости Маллинза-Секерки.

Ключевые слова: система железо – вольфрам, задача Стефана, уравнение теплопроводности, подвижные границы фазовых превращений

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 23-19-00186), https://rscf.ru/ project/23-19-00186).

Для цитирования: Невский С.А., Бащенко Л.П., Перегудов О.А. Формирование градиента структурно-фазовых состояний быстрорежущей стали при наплавке. Часть 1. Решение задачи Стефана с двумя подвижными границами. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):587–593. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-587-593

FORMATION OF THE GRADIENT OF STRUCTURAL-PHASE STATES OF HIGH-SPEED STEEL DURING SURFACING. PART 1. SOLVING THE STEFAN PROBLEM WITH TWO MOVABLE BOUNDARIES

S. A. Nevskii¹, L. P. Bashchenko¹, O. A. Peregudov²

¹ Siberian State Industrial University (42 Kirova Str., Novokuznetsk, Kemerovo Region – Kuzbass 654007, Russian Federation)
 ² Omsk State Technical University (11 Mira Ave., Omsk 644050, Russian Federation)

💌 nevskiy.sergei@yandex.ru

Abstract. The article considers theoretical study of solidification of the binary iron-tungsten system at a tungsten content of 18 wt. %. Such tungsten content is typical for heat-resistant alloys used in plasma-arc surfacing on the rolls surface. The axisymmetric Stefan thermal problem is solved for two

movable cylindrical boundaries that separate three regions. In region *1*, the melt is at the melting point; in region 2, the substance is in a two-phase state, and in region 3 - a solid. The liquidus temperature was set at the interface of regions *1* and 2, and the solidus temperature – at the interface of regions 2 and 3. At these boundaries, a condition for the heat flows balance was given, from which a system of kinetic equations was obtained. This system was solved by numerical methods, without hypothesizing that the fronts of phase transformations move according to the law $R \sim t^{1/2}$. Solution of the system of kinetic equations shows that the solidus boundary moves almost linearly. The liquidus boundary moves according to the parabolic law. For regions of the micrometer range in size, the processes of phase transformations take place in a time of about 5 ns, whereas for regions of the order of 10 µm in size – in a time of about 50 ms. Dependences of temperature fields on the radial coordinate at various points in time show that with increasing time, the dimensions of region 2 decrease, and as soon as coordinates of the liquidus and solidus boundaries become close, theorystallization process stops. Further development of the model consists in taking into account the rotation of one of the media. The results obtained will serve as a material for the study of the Mullins-Sekerka two-front instability.

Keywords: iron - tungsten system, the Stefan problem, equation of thermal conductivity, moving boundaries of phase transformations

Acknowledgements: The research was supported by the Russian Science Foundation (grant No. 23-19-00186, https://rscf.ru/project/23-19-00186).

For citation: Nevskii S.A., Bashchenko L.P., Peregudov O.A. Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 1. Solving the Stefan problem with two movable boundaries. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):587–593. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-587-593

Введение

Для ремонта прокатных валков традиционно применяются технологии плазменной наплавки различных износостойких материалов [1]. В качестве наплавочных материалов особый интерес представляют теплостойкие сплавы на основе железа с высокими содержаниями вольфрама (примерно 17-18%) и углерода (0,76-0,82 %), которые обладают высокими твердостью и износостойкостью [2]. Нанесение покрытий из таких сплавов сопровождается образованием холодных трещин, для борьбы с которыми применяют предварительный и сопутствующий высокотемпературный подогрев и замедленное охлаждение деталей [3]. Однако при такой обработке полученные покрытия имеют низкие твердость и износостойкость. Для их повышения необходимо проведение дополнительной термической обработки по сложной схеме отжиг – закалка – отпуск. Это сильно ограничивает применение рассматриваемых сплавов [4]. В этой связи актуален поиск способов плазменной наплавки теплостойких сплавов, которые позволяют избежать образования трещин и сохранить высокие механические и трибологические свойства без применения дополнительных термических обработок. Решение этой задачи требует наличия сведений о механизмах формирования градиентных структурно-фазовых состояний в материалах при наплавке. Фундаментальную роль в образовании данных состояний играют процессы кристаллизации материалов [5]. От протекания этих процессов будет зависеть, какая структура и, соответственно, какие механические свойства будут получены в ходе наплавки.

В настоящее время механизмам и моделям кристаллизации материалов на поверхностях различной геометрии посвящено множество работ [5–10]. В зависимости от внешних условий (скорости охлаждения, скорости вращения, температуры окружающей среды, степени переохлаждения и т.д.) образуется ячеистая или дендритная структура, либо одновременно существуют обе структуры [5; 6]. Одним из основных механизмов их образования, по мнению авторов работ [7; 8], является неустойчивость фронта кристаллизации, вызванная понижением температуры фазового перехода вследствие вытеснения примеси в расплав, а также явлением концентрационного переохлаждения. Таким образом, форма межфазной границы оказывает определяющее влияние на распределение примесей в кристалле [9]. Основной вывод всех теорий морфологической устойчивости заключается в том, что при определенном соотношении между температурным и концентрационным градиентами происходит потеря устойчивости фронта кристаллизации по отношению к малым возмущениям [10]. Это приводит к образованию сложных структурно-фазовых состояний, а также способствует протеканию процесса нуклеации частиц на растворенных примесях. Таким образом, перед фронтом кристаллизации возникает протяженная область фазового перехода [11]. Представленные в работах [5-11] модели учитывают только движение границ фазового перехода, но не рассматривают движение границ прогрева расплава. Обычно предполагается, что на данной границе наблюдается стабилизированное распределение температуры или ее устремляют в бесконечность [12; 13]. Учет того, что граница прогрева не является бесконечно большой, согласно результатам решения тепловой задачи [14] приводит к более быстрому росту частиц по сравнению с решением задач без учета данного факта. Таким образом, при построении математических моделей плазменного воздействия на структуру материалов необходимо учитывать как движение границ фазового перехода, так и границ прогрева. Поиск механизмов формирования градиента структуры и фазового состава теплостойких сплавов при плазменной наплавке на вращающийся валок необходимо проводить с использованием представлений о возникновении и развитии неустойчивости Маллинза-Секерки [15], анализ которой позволяет определить условия возникновения этих состояний с учетом движения границы прогрева. Изучение этой неустойчивости проводится в несколько этапов: определение характера возмущений поверхности раздела и оценка влияния ее кривизны на температуру ликвидуса; расчет полей температур и концентраций в твердой и жидкой фазе; нахождение зависимости скорости роста возмущений из условий на границе фазового перехода.

В настоящей работе особое внимание уделяется решению тепловой и диффузионной задачи Стефана для двух подвижных границ, что позволит отследить кинетику затвердевания материала. В отличие от традиционных работ [16 – 18] по решению данной задачи, где предполагается, что рост кристалла прямо пропорционален величине $t^{1/2}$, в настоящей работе данная гипотеза не используется. Процесс роста кристалла во времени отслеживается путем решения системы кинетических уравнений, полученных из условий баланса температуры и вещества на границах фазовых переходов.

Методика проведения исследований (постановка задачи)

Рассмотрим процесс направленного затвердевания цилиндрического фронта вдоль пространственной оси *r*. На рис. 1 приведена схема геометрии задачи.

Исходная фаза занимает область $R_2(t) < r < +\infty$ (где t – время) и обладает температурой T_0 . По мере достижения температуры T^{**} образуется вторая фаза, которая занимает область $R_1(t) < r < R_2(t)$. При температуре T^* образуется третья фаза, которая находится в области $0 < r < R_1(t)$. Для каждой из областей запишем уравнение теплопроводности:

$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{1}}{\partial t} &= \chi_{1} \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_{1}}{\partial r} \right) \right], R_{2}(t) < r < +\infty; \\ \frac{\partial T_{2}}{\partial t} &= \chi_{2} \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_{2}}{\partial r} \right) \right], R_{1}(t) < r < R_{2}(t); \end{aligned}$$
(1)
$$\begin{aligned} \frac{\partial T_{3}}{\partial t} &= \chi_{3} \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T_{3}}{\partial r} \right) \right], 0 < r < R_{1}(t), \end{aligned}$$



Рис. 1. Схема геометрии задачи

Fig. 1. Diagram of the problem geometry

где χ_1 и χ_2 , χ_3 – коэффициенты температуропроводности в областях I - 3.

Движение границ фазовых переходов будет определяться из условий баланса температур и тепловых потоков:

$$T_{3} = T_{2} = T^{*}, \ r = R_{1}(t);$$

$$-\lambda_{3} \frac{\partial T_{3}}{\partial r} + \lambda_{2} \frac{\partial T_{2}}{\partial r} = \Delta H_{1} \frac{dR_{1}}{dt}, \ r = R_{1}(t);$$

$$T_{2} = T_{1} = T^{**}, \ r = R_{2}(t);$$

$$\lambda_{1} \frac{\partial T_{1}}{\partial r} - \lambda_{2} \frac{\partial T_{2}}{\partial r} = \Delta H_{2} \frac{dR_{2}}{dt}, \ r = R_{2}(t),$$

(2)

где λ_1 и λ_2 , λ_3 – коэффициенты теплопроводности в областях I - 3; ΔH_1 и ΔH_2 – объемная теплота фазовых превращений.

При $r\to 0$ значение температуры составляет $T_{w1},$ а при $r\to\infty$ значение температуры $T_0.$ Начальные условия будут иметь вид

$$T_2(r, 0) = T_0; R_1(0) = R_0; R_2(0) = R_0^*,$$
 (3)

где R_0 и R_0^* – начальные радиусы границ фазовых переходов.

Решение системы (1) – (3) будем искать в виде

$$T_i(r, t) = A_i + B_i E_i \left(\frac{r^2}{4\chi_i t}\right),\tag{4}$$

где A_i , B_i – произвольные постоянные; $E_i(z)$ – интегральная показательная функция; $i = 1 \div 3$.

Подставляя в выражение (4) граничные условия (2) и начальные условия (3), получим:

$$\begin{split} T_{1}(r,t) &= T_{0} - \left(T_{0} - T^{**}\right) \frac{E_{i}\left(\frac{r^{2}}{4\chi_{1}t}\right)}{E_{i}\left(\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{1}t}\right)},\\ R_{2}(t) &< r < +\infty;\\ T_{2}(r,t) &= \left[T^{**}E_{i}\left(\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{2}t}\right) - T^{*}E_{i}\left(\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{2}t}\right) + \left(T^{*} - T^{**}\right) \times \right.\\ &\times E_{i}\left(\frac{r^{2}}{4\chi_{2}t}\right)\right] \Big/ \left[E_{i}\left(\frac{R_{1}}{4\chi_{2}t}\right) - E_{i}\left(\frac{R_{2}}{4\chi_{2}t}\right)\right], \end{split}$$
(5)
$$R_{1}(t) &< r < R_{2}(t);\\ T_{3}(r,t) &= \left[T^{*}E_{i}\left(\frac{R^{2}}{4\chi_{3}t}\right) - T_{w1}E_{i}\left(\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{3}t}\right) - \left(T^{*} - T_{w1}\right) \times \right.\\ &\times E_{i}\left(\frac{r^{2}}{4\chi_{3}t}\right)\right] \Big/ \left[E_{i}\left(\frac{R^{2}}{4\chi_{3}t}\right) - E_{i}\left(\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{3}t}\right)\right], \end{split}$$

 $0 < r < R_1(t)$.

Параметр *R*, который имеет размерность радиальной координаты, выбран для устранения расходимости при $r \rightarrow 0$. Его значение предполагается равным 10^{-8} м.

Результаты и их обсуждение

Подстановка зависимости (5) в уравнения теплового баланса на границах фазовых переходов приводит к следующим кинетическим уравнениям:

$$\frac{dR_{1}}{dt} = \frac{\left[F_{1} \exp\left(-\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{1}t}\right)\right] - \left[F_{2} \exp\left(-\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{3}t}\right)\right]}{R_{1} \left[E_{i}\left(\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{2}t}\right) - E_{i}\left(\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{2}t}\right)\right]};$$

$$\frac{dR_{2}}{dt} = \frac{G_{1} \exp\left(-\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{2}t}\right)}{R_{2} \left[E_{i}\left(\frac{R_{1}^{2}}{4\chi_{2}t}\right) - E_{i}\left(\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{2}t}\right)\right]} - \frac{G_{2} \exp\left(-\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{1}t}\right)}{R_{2} \left[E_{i}\left(\frac{R_{2}^{2}}{4\chi_{1}t}\right)\right]}; (6)$$

$$F_{1} = \frac{2\left(T^{**} - T^{*}\right)\lambda_{2}}{\Delta H_{1}}; F_{2} = \frac{2\left(T^{*} - T_{w1}\right)\lambda_{3}}{\Delta H_{1}};$$

$$G_{1} = \frac{2\left(T^{*} - T^{**}\right)\lambda_{2}}{\Delta H_{2}}; G_{2} = \frac{2\left(T_{0} - T^{**}\right)\lambda_{1}}{\Delta H_{2}}.$$

Система (6) обыкновенных дифференциальных уравнений решается методом Рунге-Кутта высокого порядка. Для удобства расчетов были использованы безразмерные переменные $\tilde{R}_i = \frac{R}{R_0}$ и $\tau = t \frac{\chi_1}{R_0^2} (\tau - 6 \epsilon_3 pa_3 - 6 \epsilon_3 pa_3)$ мерное время). Так как при $t \to 0$ функция $E_i \frac{R_i^2}{4\chi t} \to 0$, то значение времени задавалось порядка 10^{-9} с. Характе-

Характеристики системы железо – вольфрам

Characteristics of the iron - tungsten system

Характеристики материала	Обозна- чение	Значе- ние
Температура расплава, К	T_{w1}	1811
Удельная теплота плавления, кДж/кг	ΔH	270
Плотность, кг/м ³	ρ	6980
Теплопроводность материала, Вт/(м·К)		
в области 1	λ	39
в области 2	λ ₂	35
в области 3	λ	35
Температуропроводность материала, м ² /с		
в области 1	χ ₁	6,8.10-6
в области 2	χ ₂	6,9.10-6
в области 3	χ ₃	6,9.10-6

ристики исследуемого материала (системы железо – вольфрам) приведены в таблице.

области *1* задавалась температура расплава R $T_0 = 1811$ К. На границе R_2 температура ликвидуса T^{**} составляет 1806 К, а на границе R_1 температура солидуса Т* составляет 1803 К. Эти значения температур определялись по диаграмме состояния [19] при содержании вольфрама 18 % (по массе). Температура *T*_{w1} меньше *T*^{*} и составляла 1790 К. Предполагалось, что $\chi_2 = \chi_3$ и $\lambda_2 = \lambda_3$, $\Delta H_1 = \Delta H_2$. На рис. 2 представлены зависимости движения границ раздела. При $R_0 = 1$ мкм координата границы R₁ увеличивается практически по линейному закону до $\tau = 0,028$ (4,4118 нс), тогда как R_2 изменяется немонотонно, резко снижаясь после $\tau > 0,028$ (4,4118 нс). Если $R_0 = 10$ мкм, то будет наблюдаться такая же тенденция с той лишь разницей, что длительность процесса кристаллизации будет составлять 41,176 мкс.

Полученные результаты позволяют сделать вывод, что с уменьшением размера зародышей время их устойчивого роста уменьшается практически на четыре порядка. Резкое снижение значения радиальной координаты R_2 , такое же резкое увеличение координаты R₁ могут свидетельствовать о возникновении неустойчивости фронта кристаллизации, которая вызывается как наличием межфазного поверхностного натяжения, так и переохлаждением. Быстрое протекание процесса кристаллизации в областях малых размеров объясняется наличием большой поверхностной энергии, которая стремится уменьшиться за счет роста размеров и изменения конфигурации границы раздела сред [20]. На рис. 3 представлены зависимости температуры от безразмерной радиальной координаты. Видно, что с увеличением времени размеры области 2 умень-



Рис. 2. Зависимости радиальных координат фронта кристаллизации от времени при $T_{w1} = 1790$ К, $T^* = 1803$ К, $T^{**} = 1806$ К,

 $T_0 = 1811$ К, $R_0 = 1$ мкм:

1 – граница перехода между фазами *1* и *2*;

2 – граница перехода между фазами 2 и 3

Fig. 2. Dependences of radial coordinates of crystallization front on time at $T_{w1} = 1790$ K, $T^* = 1803$ K, $T^{**} = 1806$ K,

$$T_0 = 1811 \text{ K}, R_0 = 1 \ \mu \text{m}$$

1 – boundary of transition between phases 1 and 2;

2 – boundary of transition between phases 2 and 3



Рис. 3. Зависимости температуры от координаты в различные моменты времени при $T_{w1} = 1790$ К, $T^* = 1803$ К, $T^{**} = 1806$ К, $T_0 = 1811$ К, $R_0 = 1$ мкм: $I - \tau = 0,01; 2 - \tau = 0,02; 3 - \tau = 0,025$



шаются (кривые 2 и 3), тогда как размеры области 3, увеличиваются.

Другая тенденция будет наблюдаться при $T_0 = 1790$ К, $T^{**} = 1803$ К, $T^* = 1803$ К и $T_{w1} = 1811$ К (рис. 4). Координаты границ фазовых переходов будут уменьшаться (рис. 4, *a*), причем R_1 по линейному закону, а R_2 по параболическому. Зависимости температуры (рис. 4, *б*) показывают, что, как и в предыдущем случае, наблюдается снижение размеров областей 2 и 3 (кривые 2 и 3).

Выводы

Проведенное теоретическое исследование процесса кристаллизации системы на примере железо - вольфрам путем решения кинетических уравнений показало, что граница ликвидуса R₂ движется не по закону $R \sim t^{1/2}$, а по нисходящей параболе, граница солидуса R_1 движется практически по линейному закону. По достижении определенного значения времени наблюдается сближение данных границ, что говорит об остановке процесса кристаллизации или о развитии неустойчивости фронта кристаллизации. Полученные температурные зависимости послужат основой для изучения этой неустойчивости. Дальнейшее развитие модели в направлении ее адаптации к процессу плазменно-дуговой наплавки валков заключается в учете вращения одной из сред и более строгом учете влияния концентрации легирующих элементов.

Список литературы / References

- Соснин Н.А., Ермаков С.А., Тополянский П.А. Плазменные технологии. Руководство для инженеров. СПб.: изд. Политехнического ун-та; 2013;406.
- Damon J., Schüßler P., Mühl F., Dietrich S., Schulze V. Shorttime induction heat treatment of high speed steel AISI M2:



Рис. 4. Результаты вычислений при $T_{w1} = 1811$ К, $T^* = 1806$ К, $T^{**} = 1803$ К, $T_0 = 1790$ К, $R_0 = 1$ мкм: a – зависимости радиальных координат фронта кристаллизации от времени (l – граница перехода между фазами l и 2; 2 – граница перехода между фазами 2 и 3); δ – зависимости температуры от координаты в различные моменты времени ($l - \tau = 0,01$; $2 - \tau = 0,02$; $3 - \tau = 0,025$)

Fig. 4. Calculation results for $T_{w1} = 1811$ K, $T^* = 1806$ K, $T^{**} = 1803$ K, $T_0 = 1790$ K, $R_0 = 1 \mu m$: *a* – dependences of the radial coordinates of the crystallization front on time (*1* – boundary of transition between phases *1* and *2*; *2* – boundary of transition between phases *2* and *3*); *6* – temperature dependences on the coordinate at different time $(1 - \tau = 0.01; 2 - \tau = 0.02; 3 - \tau = 0.025)$

Laboratory proof of concept and application-related component tests. *Materials & Design*. 2023;230:111991. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111991

3. Park G.-W., Shin S., Kim J.-Y., Koo Y.-M., Lee W., Lee K.-A., Park S.S., Jeon J.B. Analysis of solidification microstructure and cracking mechanism of a matrix high-speed steel deposited using directed-energy deposition. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022;907:164523.

```
https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164523
```

Малушин Н.Н., Романов Д.А., Ковалев А.П., Осетковский В.Л., Бащенко Л.П. Структурно-фазовое состояние теплостойкого сплава высокой твердости, сформированного плазменной наплавкой в среде азота и высокотемпературным отпуском. Известия вузов. Физика. 2019;62(10(742)):106–111.

https://doi.org/10.17223/00213411/62/10/106

Malushin N.N., Romanov D.A., Kovalev A.P., Osetkovskii V.L., Bashchenko L.P. Structural-phase state of a heatresistant alloy of high hardness formed by plasma surfacing in nitrogen medium and high-temperature tempering. *Izvestiya vuzov. Fizika.* 2019;62(10(742)):106–111. (In Russ.). *https://doi.org/10.17223/00213411/62/10/106*

5. Александров Д.В., Александрова И.В., Иванов А.А., Малыгин А.П., Низовцева И.Г. Нелинейный анализ устойчивости затвердевания с областью фазового перехода. *Расплавы*. 2014;(2)27–40.

Aleksandrov D.V., Aleksandrova I.V., Ivanov A.A., Malygin A.P., Nizovtseva I.G. Nonlinear analysis of the stability of solidification with a mushy zone. *Russian Metallurgy (Metally)*. 2014;2014(8):606–617.

https://doi.org/10.1134/S0036029514080035

 Александров Д.В., Александрова И.В., Иванов А.А., Стародумов И.О., Торопова Л.В. Направленное затвердевание с двухфазной зоной с учетом зависимости плотности жидкой фазы от температуры и концентрации примеси. *Расплавы*. 2020;(1):37–45.

https://doi.org/10.31857/S0235010620010028

Aleksandrov D.V., Aleksandrova I.V., Ivanov A.A., Starodumov I.O., Toropova L.V. Directional solidification with a two-phase zone taking into account the dependence of liquid phase density on temperature and impurity concentration. *Rasplavy*. 2020;(1):37–45. (In Russ.).

https://doi.org/10.31857/S0235010620010028

 Alexandrov D.V., Toropova L.V. The role of incoming flow on crystallization of undercooled liquids with a two-phase layer. *Scientific Reports*. 2022;12:17857. https://doi.org/10.1038/s41598-022-22786-w

https://doi.org/10.1038/s41598-022-22786-w

- 8. Worster M.G. Natural convection in a mushy layer. *Journal* of Fluid Mechanics. 1991;224:335–359. https://doi.org/10.1017/S0022112091001787
- Lahiri A., Choudhury A. Theoretical and numerical investigation of diffusive instabilities in multicomponent alloys. *Journal of Crystal Growth*. 2017;459:1–12. http://dx.doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2016.11.046
- Sekerka R.F. Morphological stability. Journal of Crystal Growth. 1968;3-4:71–81. https://doi.org/10.1016/0022-0248(68)90102-4
- 11. Alexandrov D.V. Solidification with a quasiequilibrium mushy region: exact analytical solution of nonlinear model. *Journal of Crystal Growth*. 2001;222(4):816–821. https://doi.org/10.1016/S0022-0248(00)00960-X

Сведения об авторах

Сергей Андреевич Невский, д.т.н., доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. профессора В.М. Финкеля, Сибирский государственный индустриальный университет ORCID: 0000-0001-7032-9029 E-mail: nevskiy_sa@physics.sibsiu.ru

Людмила Петровна Бащенко, к.т.н., доцент кафедры теплоэнергетики и экологии, Сибирский государственный индустриальный университет ORCID: 0000-0003-1878-909X *E-mail:* luda.baschenko@gmail.com

Олег Александрович Перегудов, к.т.н., проректор по молодежной политике и воспитательной деятельности, Омский государственный технический университет ORCID: 0000-0001-5154-5498 *E-mail:* Olegomgtu@mail.ru

- Elsaid A., Helal S.M. Moving Taylor series for solving onedimensional one-phase Stefan problem. *Alexandria Engineering Journal*. 2022;61(9):7121–7128. https://doi.org/10.1016/j.aej.2021.12.055
- **13.** Лыков А.В. *Теория теплопроводности*. Москва: Высшая школа; 1967;599.
- 14. Сергеев С.А. Математическое моделирование нестационарной теплопроводности кристаллизации частицы сферической формы в расплаве с движущимися границами. Исследовано в России. 2003;6:664–672.

Sergeev S.A. Mathematical modeling of unsteady thermal conductivity of spherical particle crystallization in a melt with moving boundaries. *Issledovano v Rossii*. 2003;(6):664–672.

 Chen M.W., Wang Z.D. The evolution and morphological stability of a particle in a binary alloy melt. *Journal of Crystal Growth*. 2023;607:127113. https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2023.127113

16. Формалев В.Ф., Рабинский Л.Н. О задаче типа Стефана с двумя нестационарно подвижными границами фазовых превращений. Известия РАН. Энергетика. 2014;(4):74–81.

Formalev V.F., Rabinskii L.N. On a Stefan-type problem with two unsteadily moving boundaries of phase transformations. *Izvestiya RAN. Energetika*. 2014;(4):74–81. (In Russ.).

 Карташов Э.М. Аналитические методы решения краевых задач нестационарной теплопроводности в областях с движущимися границами. Инженерно-физический журнал. 2001;74(2):171–195.

Kartashov E.M. Analytical methods for solving boundary value problems of unsteady thermal conductivity in regions with moving boundaries. *Engineering and Physics Journal*. 2001;74(2):171–195.

18. Карслоу Г., Егер Д. *Теплопроводность твердых тел.* Москва: Наука; 1964;488.

Carslaw H.S., Jaeger J.C. *Conduction of Heat in Solids*. London: Oxford University Press; 1947.

- Лякишев Н.П. Диаграммы состояния двойных металлических систем. В 3 т. Т. 2. Москва: Машиностроение; 1997;1024.
- **20.** Chen M.-W., Wang Y., Guo H. The effect of anisotropic surface tension on interfacial evolution of a particle in the binary alloy melt. *Journal of Crystal Growth*. 2019;510:32–39. https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2018.12.032

Information about the Authors

Sergei A. Nevskii, Dr. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair of Natural Sciences named after Professor V.M. Finkel, Siberian State Industrial University

ORCID: 0000-0001-7032-9029 E-mail: nevskiy_sa@physics.sibsiu.ru

Lyudmila P. Bashchenko, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Thermal Power and Ecology", Siberian State Industrial University ORCID: 0000-0003-1878-909X E-mail: luda.baschenko@gmail.com

Oleg A. Peregudov, Cand. Sci. (Eng.), Vice-Rector for Youth Policy and Educational Activities, Omsk State Technical University ORCID: 0000-0001-5154-5498 E-mail: Olegomgtu@mail.ru

Nevskii S.A., Bashchenko L.P., Peregudov O.A. Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 1...

Вклад авторов / Contribution of the Authors				
<i>С. А. Невский</i> – постановка задачи, разработка модели движения границ раздела, обсуждение результатов. <i>Л. П. Бащенко</i> – проведение расчетов, обсуждение результатов, оформление статьи. <i>О. А. Перегудов</i> – обсуждение результатов, анализ литературных источников по задаче Стефана.	 S. A. Nevskii – statement of the problem, development of a model of the section boundaries movement, discussion of the results. L. P. Bashchenko – calculations, discussion of the results, design of the article. O. A. Peregudov – discussion of the results, analysis of literary sources on the Stefan problem. 			
Поступила в редакцию 19.06.2023 После доработки 27.06.2023 Принята к публикации 28.06.2023	Received 19.06.2023 Revised 27.06.2023 Accepted 28.06.2023			

Гельчинский Б.Р., Ильиных Н.И., Игнатьева Е.В. Об ограниченной возможности использования Al₂O₃ и Al-Zn для защиты от коррозии ...

МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ / MATERIALS SCIENCE



УДК 669.017:620.193.4 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-594-596



Краткое сообщение Short report

ОБ ОГРАНИЧЕННОЙ ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ Al₂O₃ и Al–Zn для защиты от коррозии в камере соляного тумана сплавов GdTbDvHoSc и GdTbDvHoY

Б. Р. Гельчинский¹, Н. И. Ильиных^{1, 2}, Е. В. Игнатьева¹

¹ Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 101) ² Южно-Уральский государственный университет (Россия, 454080, Челябинск, пр. Ленина, 76)

💌 ninail@bk.ru

Аннотация. В настоящее время особый интерес представляют высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) с гексагональной плотноупакованной структурой, состоящие из редкоземельных (P3M) элементов. В работе проведено исследование возможности Al₂O₃ и Al:Zn (1:1) играть роль защитных покрытий для ВЭС P3M GdTbDyHoSc и GdTbDyHoY. Образцы ВЭС P3M синтезированы из металлов чистотой ≥99,9 % расплавлением в электродуговой печи в атмосфере Ar (99,99 %). Покрытия на образцы наносились методом сверхзвукового плазменного напыления. Коррозионную стойкость определяли в камере соляного тумана в течение 48 ч. Установлено, что для всех исследованных образцов коррозионное воздействие в условиях соляного тумана приводит к деградации основного материала сплава. Образцы с покрытием Al:Zn (1:1) в условиях соляного тумана показывают меньшую стойкость, чем образцы с покрытием из Al₂O₃ вследствие имеющего место химического взаимодействия между алюминием и раствором хлорида натрия.

Ключевые слова: коррозия, защитные покрытия, коррозионная стойкость, ограничение применения, ВЭС, РЗМ

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 21-43-00015) с использованием оборудования ЦКП «Урал-М».

Для цитирования: Гельчинский Б.Р., Ильиных Н.И., Игнатьева Е.В. Об ограниченной возможности использования Al₂O₃ и Al–Zn для защиты от коррозии в камере соляного тумана сплавов GdTbDyHoSc и GdTbDyHoY. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(5): 594–596. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-594-596

ON LIMITED POSSIBILITY OF USING AI₂O₃ AND AI–Zn FOR CORROSION PROTECTION OF GdTbDyHoSc AND GdTbDyHoY ALLOYS IN A SALT MIST CHAMBER

B. R. Gel'chinskii¹, N. I. Il'inykh^{1, 2}, E. V. Ignat'eva¹

¹ Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (101 Amundsena Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

² South Ural State University (76 Lenina Ave., Chelyabinsk 454080, Russian Federation)

💌 ninail@bk.ru

Abstract. Nowadays high-entropy alloys (HEAs) with a hexagonal close packed structure consisting of rare-earth metals (REM) are of particular interest. In this work, we investigated the possibility of using of Al_2O_3 and Al:Zn (1:1) as a protective coatings for REM HEAs GdTbDyHoSc and GdTbDyHoY. The REM HEAs samples were synthesized from metals of purity ≥ 99.9 % by melting in an electric arc furnace under Ar atmosphere (99.99 %). The samples were coated by supersonic plasma spraying. Corrosion resistance was determined in a salt mist chamber for 48 h. It was found that for all studied samples corrosive effect in conditions of salt mist leads to degradation of the base material of the alloy. Samples coated with Al:Zn (1:1) under salt mist conditions showed less resistance than samples coated with Al_2O_3 due to the chemical interaction between aluminum and sodium chloride solution.

Keywords: corrosion, protective coatings, corrosion resistance, limitation of use, high-entropy alloy (HEA), rare-earth metal (REM)

- Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation (grant No. 21-43-00015) using the equipment of the Center for Collective Use "Ural-M".
- For citation: Gel'chinskii B.R., Il'inykh N.I., Ignat'eva E.V. On limited possibility of using Al₂O₃ and Al–Zn for corrosion protection of GdTbDyHoSc and GdTbDyHoY alloys in a salt mist chamber. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):594–596. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-594-596

Предположение о возможности образования высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) структурой, состоящих из редкоземельных (РЗМ) элементов, впервые высказано в работе [1]. На основе этого предположения японские ученые [2] впервые разработали и изготовили эквиатомные сплавы YGdTbDyLu и GdTbDyTmLu с однофазной ГПУ структурой. Позднее методом дуговой плавки получены ВЭС HoDyYGdTb [3]. Показано, что эти сплавы также имеют структуру ГПУ, материал является однородным макроскопически и микроскопически, не наблюдается никаких особенностей, связанных с изменением состава, выделением вторичных фаз, образованием дендритов и др. Дополнительные исследования подтвердили ГПУ структуру данного сплава [4]. Авторами работы [5] были успешно изготовлены несколько чистых сплавов ГПУ РЗМ без какой-либо второй фазы, изучены их механические свойства и роль упрочняющего эффекта твердого раствора.

Редкоземельные металлы имеют близкие атомные размеры и кристаллическую структуру и могут образовывать гомогенные твердые растворы. Несмотря на широкий интерес, проявляемый научной общественностью к сплавам ВЭС РЗМ, на сегодняшний день они являются практически неизученными материалами. Предполагается, что комбинация магнитных РЗМ и немагнитных элементов (иттрий или скандий) с различными атомными радиусами позволит сформировать кристаллическую структуру материалов с разной плотностью дефектов, что даст возможность должным образом проследить роль размерного фактора в структурообразовании РЗМ ВЭС и их функциональные характеристики.

Эти сплавы обладают высокой химической активностью и требуют либо особой рабочей среды, либо дополнительной защиты поверхности от химической, а в особых случаях и электрохимической коррозии.

В настоящей работе проведено исследование возможности использования Al₂O₃ и Al:Zn (1:1) в качестве защитных покрытий для ВЭС РЗМ GdTbDyHoSc и GdTbDyHoY. Образцы синтезированы из металлов чистотой ≥99,9 % путем расплавления в дуговой печи Centorr Vacuum и Industries 5SA в атмосфере Ar (99,99 %) [6]. Покрытия на образцы наносились методом сверхзвукового плазменного напыления [7]. Испытания на коррозионную стойкость проводились в камере соляного тумана Q-FOG, SSP60 в течение 48 ч.

Выводы

Установлено, что для всех исследованных образцов коррозионное воздействие в условиях соляного тумана приводит к деградации основного материала сплава. Показано, что образцы с покрытием Al₂O₂ в условиях соляного тумана разрушаются по механизму локальной активации поверхности, появляется питтинговая коррозия и при этом сохраняется значительная доля покрытия на основном материале. Это обусловлено взаимодействием Al₂O₂ с раствором NaCl, что допускает использование данного покрытия для защиты сплава РЗМ в условиях соляного тумана в течение короткого времени. Образцы с покрытием Al:Zn (1:1) в условиях соляного тумана показывают меньшую стойкость, чем образцы с покрытием Al₂O₃ вследствие имеющего место химического взаимодействия между алюминием и раствором хлорида натрия и большой разницы стандартных электродных потенциалов компонентов системы.

Список литературы / References

- Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*. 2014;61:1–93. https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001
- Takeuchi K., Amiya T., Wada K., Yubuta W., Zhang W. High-entropy alloys with a hexagonal close-packed structure designed by equi-atomic alloy strategy and binary phase diagrams. JOM. 2014;66:1984–1992. https://doi.org/10.1007/s11837-014-1085-x
- 3. Feuerbacher M., Heidelmann M., Thomas C. Hexagonal highentropy alloys. *Materials Research Letters*. 2014;3(1):1–6. https://doi.org/10.1080/21663831.2014.951493
- Lužnik J., Koželj P., Vrtnik S., Jelen A., Jagličić Z., Meden A., Feuerbacher M., Dolinšek J. Complex magnetism of Ho-Dy-Y-Gd-Tb hexagonal high-entropy alloy. *Physical Review B*. 2015;92:224201.

https://doi.org/10.1103/PhysRevB.92.224201

- Zhao Y.J., Qiao J.W., Ma S.G., Gao M.C., Yang H.J., Chen M.W., Zhang Y. A hexagonal close-packed high-entropy alloy: The effect of entropy. *Materials & Design*. 2016;96: 10–15. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.01.149
- Упоров С.А., Эстемирова С.Х., Стерхов Е.В., Зайцева П.В., Скрыльник М.Ю., Шуняев К.Ю., Ремпель А.А. Особенности кристаллизации, структуры и термической стабильности высокоэнтропийных сплавов GdTbDyHoSc и GdTbDyHoY. *Расплавы*. 2022;(5):443–453.

Uporov S.A., Ehstemirova S.Kh., Sterkhov E.V., Zaitseva P.V., Skryl'nik M.Yu., Shunyaev K.Yu., Rempel' A.A. Features of crystallization, structure, and thermal stability of high-entropy GdTbDyHoSc and GdTbDyHoY alloys. *Rasplavy*. 2022;(5):443–453.

7. Ilinykh S.A., Sarsadskih K.I., Chusov S.A., Korolev O.A., Achmetshin S.M., Krashaninin V.A. The study of powder coatings based on Al and Ni, obtained by supersonic plasma spraying. *Journal of Physics: Conference Series*. 2019;1281:012027.

https://doi.org/10.1088/1742-6596/1281/1/012027

Сведения об авторах / Information about the Authors

Борис Рафаилович Гельчинский, д.ф.-м.н., профессор, руководитель научного отдела, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0001-5964-5477 *E-mail*: brg47@list.ru

Нина Иосифовна Ильиных, к.ф.-м.н., старший научный сотрудник, Институт металлургии Уральского отделения РАН; старший научный сотрудник, Южно-Уральский государственный университет

ORCID: 0000-0003-3357-0133 *E-mail:* ninail@bk.ru

Елена Викторовна Игнатьева, научный сотрудник, Институт металлургии Уральского отделения РАН *ORCID:* 0000-0003-4406-3380 *E-mail:* l.ig_a@mail.ru Boris R. Gel'chinskii, Dr. Sci. (Phys.–Math.), Prof., Head of the Science Department, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0001-5964-5477 E-mail: brg47@list.ru

Nina I. Il'inykh, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Senior Researcher, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences; Senior Researcher, South Ural State University ORCID: 0000-0003-3357-0133 E-mail: ninail@bk.ru

Elena V. Ignat'eva, Research Associate, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences *ORCID:* 0000-0003-4406-3380 *E-mail:* l.ig_a@mail.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>Б. Р. Гельчинский</i> – формирование концепции работы, обсужде- ние результатов, редактирование текста. <i>Н. И. Ильиных</i> – поиск и анализ литературных данных, исследо- вание свойств материалов, обсуждение результатов, написание и редактирование текста. <i>Е. В. Игнатьева</i> – исследование свойств материалов, обсужде- ние результатов.	 B. R. Gel'chinskii - conceptualization of the work, discussion of the results, editing the text. N. I. Il'inykh - finding and analyzing of literary data, discussion of the results, writing and editing the text. E. V. Ignat'eva - investigation of the materials' properties, discussion of the results.
Поступила в редакцию 22.09.2023 После доработки 26.09.2023 Принята к публикации 04.10.2023	Received 22.09.2023 Revised 26.09.2023 Accepted 04.10.2023

Vusikhis A.S., Leont'ev L.I., Mikheenkov M.A. Effect of boric anhydride on viscosity of slags used in electric melting of metallized siderite concentrate

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES



удк 669.046.582.5 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-597-603



Оригинальная статья Original article

Влияние борного ангидрида на вязкость шлаков электроплавки металлизованного сидеритового концентрата

А. С. Вусихис¹, Л. И. Леонтьев^{1, 2, 3}, М. А. Михеенков¹

¹ Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 101)

² Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» (Россия, 119049, Москва, Ленинский пр., 4)

³ Президиум РАН (Россия, 119991, Москва, Ленинский пр., 32а)

💌 vas58@mail.ru

Аннотация. Бакальское месторождение, расположенное на Южном Урале вблизи города Бакал Челябинской области, является одним из крупнейших месторождений карбонатных железных руд (сидеритов). Общие запасы сидеритов составляют около 1 млрд т. Они не пользуются спросом у металлургов из-за низкого содержания железа и высокого содержания магния. В то же время металлургические предприятия Урала испытывают дефицит железорудного сырья, в том числе сталеплавильного. Высокая чистота сидеритов по фосфору и цветным металлам позволяет использовать для их переработки методы бескоксовой металлургии. Пирометаллургическое обогащение сидеритов, включающее их восстановительный обжиг во вращающейся печи с последующим измельчением и магнитной сепарацией, позволяет получить концентрат со степенью металлизации более 90 % и содержанием пустой породы менее 3-7 %, пригодный в качестве сырья для сталеплавильного производства. Расчеты показали, что затраты электроэнергии на плавку металлического лома и металлизованного сидеритового концентрата, содержащего 30 % пустой породы, и загружаемого в печь при температуре выше 1000 °C, близки. Предложен способ переработки сидеритов, включающий восстановление исходной руды во вращающейся печи и плавку получаемого металлизованного концентрата, в горячем виде (при температуре выше 1000 °C) загружаемого в сталеплавильную печь. Пустая порода металлизованного сидеритового концентрата содержит большое количество оксида магния, что делает ее тугоплавкой. Для получения жидкого шлака предложено использовать добавку борного ангидрида в виде колеманита. Для оценки влияния В,О, на плавление оксидной фазы металлизованного сидерита в процессе электроплавки проведены исследования корреляции вязкости магнезиального сталеплавильного шлака, содержащего В₂О₂, с температурой и его составом. Обнаружено, что при температуре выпуска (1600 °C) образующийся магнезиальный шлак обладает низкой вязкостью (менее 3,65 Пз) при соотношении MgO/SiO₂ в исходном сидерите, равном 0,75 – 1,25.

Ключевые слова: железорудное сырье, бакальские сидериты, обогащение руды, обжиг, металлизация, вязкость, шлак, колеманит, оксид бора

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда по проекту № 22-29-00400.

Для цитирования: Вусихис А.С., Леонтьев Л.И., Михеенков М.А. Влияние борного ангидрида на вязкость шлаков электроплавки металлизованного сидеритового концентрата. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):597–603. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-597-603

EFFECT OF BORIC ANHYDRIDE ON VISCOSITY OF SLAGS USED IN ELECTRIC MELTING OF METALLIZED SIDERITE CONCENTRATE

A. S. Vusikhis¹, L. I. Leont'ev^{1, 2, 3}, M. A. Mikheenkov¹

¹ Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Science (101 Amundsena Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

² National University of Science and Technology "MISIS" (4 Leninskii Ave., Moscow 119049, Russian Federation)

³ Scientific Council on Metallurgy and Metal Science of Russian Academy of Sciences (Department of Chemistry and Material Sciences) (32a Leninskii Ave., Moscow 119991, Russian Federation)

💌 vas58@mail.ru

Abstract. The Bakal deposit located in the Southern Urals near the city of Bakal, Chelyabinsk region, is one of the largest deposits of carbonate iron ores (siderites). The total deposit of siderites is about 1 billion tons. They are not in demand among metallurgists because of their low iron content and high

magnesium content. At the same time, the Urals metallurgical enterprises are suffering from shortage of iron ore raw materials including steelmaking ore raw materials. The high purity of siderites in terms of phosphorus and non-ferrous metals makes it possible to use methods of coke-free metallurgy for their processing. Pyrometallurgical processing of siderites including their reduction roasting in a rotary furnace followed by grinding and magnetic separation allows obtaining a concentrate to be used as a steelmaking raw material having metallization degree above 90 % and a waste rock content under 3 - 7 %. Calculations showed that the costs of electricity used for melting scrap metal and metallized siderite concentrate containing 30 % of waste rock and loaded into the furnace at temperatures above 1000 °C are close. We propose a siderite processing method including reduction of the initial ore in a rotary furnace, and melting of resulting metallized concentrate hot loaded (at temperatures above 1000 °C) into a furnace. The empty rock of metallized siderite concentrate contains a large percentage of magnesium oxide that makes it refractory. To obtain liquid slag, it is proposed to add boric anhydride in the form of colemanite. To assess the B₂O₃ effect on melting of the metallized siderite oxide phase in the process of electric melting, studies on the viscosity correlation of the magnesian steelmaking slag containing B₂O₃ with temperature and its composition were carried out. It was found that at the discharge temperature (1600 °C) the resulting magnesia slag with the ratio of MgO/SiO₂ in the initial siderite equaling to 0.75 - 1.25 has a low viscosity (less than 3.65 P).

Keywords: iron ore raw materials, Bakal siderites, ore processing, roasting, metallization, viscosity, slag, colemanite, boron oxide

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, project No. 22-29-00400.

For citation: Vusikhis A.S., Leont'ev L.I., Mikheenkov M.A. Effect of boric anhydride on viscosity of slags used in electric melting of metallized siderite concentrate. *Izvestiya*. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):597–603. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-597-603

Введение

Месторождения карбонатных (сидеритовых) железных руд расположены по всему миру: Австрия, Болгария, Великобритания, Германия, Польша (Европа); Китай, Россия, Япония (Азия); Алжир (Африка); США, Канада, Колумбия (Америка) и многие другие страны [1-10]. В настоящее время единственный металлургический передел, в котором используют сидеритовые руды, это доменная плавка. Перед загрузкой в печь сидериты обогащают. В зависимости от состава руды для этого используют различные методы обогащения: гравитационное, флотационное, магнитное, электростатическое, обжиг-магнитное. К таким рудам относится одно из крупнейших в мире месторождений сидеритовой руды -Бакальское, расположенное на Южном Урале вблизи города Бакал Челябинской области. Общие запасы сидеритов составляют около 1 млрд т [11; 12]. Они обладают низким качеством (низкое содержание железа и высокое содержание оксида магния), поэтому пользуются незначительным спросом у металлургов-доменщиков. Добыча руды значительно меньше, чем это позволяют горно-геологические условия. В то же время металлургия Урала испытывает острый дефицит сырья, в том числе для сталеплавильного производства.

Бакальские сидериты отличаются наличием марганца (до 2 %), низким содержанием фосфора (менее 0,02 %) и отсутствием цветных металлов (меди и цинка). Это делает их ценным сырьем для производства сталей высокого качества с использованием методов бескоксовой металлургии [13; 14].

Методы прямого получения железа зависят от качества используемого железорудного сырья. Процесс восстановления богатых концентратов, содержащих не менее 70 % железа, проводят в различных агрегатах (шахтных печах, ретортах и др.) до степени их металлизации выше 90 % специальной газовой смесью [15]. Для переработки бедных руд широко применяют способы, включающие их металлизацию твердым восстановителем во вращающихся печах с последующим отделением пустой породы путем измельчения и магнитной сепарации [16]. Многочисленные исследования показывают, что в результате такого пирометаллургического обогащения сидеритовых руд [11; 12] может быть получен концентрат со степенью металлизации более 90 %, содержание пустой породы в котором не превышает 3 – 7 %, пригодный для сталеплавильного производства [17]. Для ведения процесса восстановления при температурах 1300 – 1350 °С предварительно методом гравитационного обогащения в тяжелых суспензиях [10], полиградиентной магнитной сепарацией или рентгенорадиометрическим методом [18] легкоплавкая пустая порода, представленная сланцами кварцево-глинистого состава [19], должна быть удалена.

Сравнение энергоемкости плавки в электропечи металлолома и нагретого до 1000 °С металлизованного сидеритового концентрата, содержащего порядка 30 % пустой породы, показало, что затраты электроэнергии в пересчете на 1 т железа в обоих случаях близки. Это позволяет предложить технологию плавки металлизованного сидеритового концентрата, полученного методом пирометаллургического обогащения во вращающейся печи, в которой стадии измельчения и магнитной сепарации отсутствуют. Однако необходимо учесть, что из-за высокого содержания оксида магния в оксидной фазе концентрата образующийся в ходе плавки шлак будет обладать высокой температурой плавления, что делает предложенную технологию неэффективной.

Известно, что добавка в шлак борного ангидрида снижает температуру его плавления [20]. Для оценки влияния B₂O₃ на плавление оксидной фазы металлизованного сидерита в процессе электроплавки проведены исследования корреляции вязкости магнезиального сталеплавильного шлака, содержащего B₂O₃, с температурой и его составом.

Материалы и методы исследования

Для исследования вязкости использован вибрационный вискозиметр, работающий на затухающих

Таблица 1

Химический состав исходных смесей

Table 1. Chemical composition of the initial mixtures

Номер	Содержание, %						
смеси	SiO ₂ /MgO	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO
1	0,50	10,0	24,0	4,0	7,0	48,0	7,0
2	0,75	10,0	30,9	4,0	7,0	41,1	7,0
3	1,00	10,0	36,0	4,0	7,0	36,0	7,0
4	1,25	10,0	40,0	4,0	7,0	32,0	7,0

колебаниях с компьютерной обработкой полученных данных [21].

В зависимости от места залегания сидеритов доля большинства оксидов (железа, кальция алюминия, марганца), содержащихся в них, меняется незначительно, тогда как соотношение оксида кремния к оксиду магния может колебаться от 0,5 до 1,25 [11; 12]. Поэтому для исследований вязкости из чистых оксидов готовили исходные смеси, состав которых соответствовал составу оксидной фазы металлизованного сидеритового концентрата со степенью металлизации 95 %, с постоянной долей большинства оксидов и соотношением SiO₂/MgO, меняющимся в интервале от 0,5 до 1,25 (табл. 1). К ним добавляли материал, предварительно проплавленный и измельченный, по составу близкий к прокаленному колеманиту и содержащий 8 % SiO₂, 34 % CaO, 4 % MgO, 54 % B₂O₃ в количестве, равном его доле в шихте 10, 15 и 20 %. Это соответствует 60, 90 и 120 кг сырого колеманита (п.п.п. 30 %) на 1 т металлизованного сидеритового концентрата. Химический состав исследуемых шлаков представлен в табл. 2.

Из смесей, соответствующих составу исследуемых шлаков, брикетировали таблетки, помещали их в молибденовый тигель, нагревали в электропечи сопротивления до 1600 °С и измеряли вязкость.

Проведенные исследования показали, что шлаки l-3, в которых отношение SiO₂/MgO равно 0,5, при температурах ниже 1600 °С гетерогенны. В остальных шлаках можно выделить высоко- и низкотемпературные области вязкости. В высокотемпературной области значения вязкости менее 3,65 Пз. При уменьшении температуры она растет незначительно. В низкотемпературной области изменение вязкости происходит более круто. Увеличение отношения SiO₂/MgO и доли колеманита в смеси приводит к росту содержания B₂O₃ в шлаке, уменьшает температуру перехода вязкости в высокотемпературную область. Результаты измерений представлены на рис. 1.

Вязкости шлаков, соответствующие переходу из низкотемпературной области в высокотемпературную, и температуры перехода были проанализированы методами планирования эксперимента [22] с использованием ортогонально плана 2^3 . В качестве первого фактора при варьировании химического состава шлаков принято соотношение SiO₂/MgO, в качестве второго фактора – доля колеманита в шихте. План проведения эксперимента и его результаты приведены в табл. 3 и на рис. 2-4.

На рис. 2 приведен общий вид функции отклика вязкости шлака и температуры, при которой достигается требуемая вязкость, в зависимости от соотношения SiO₂/MgO и содержания колеманита.

Таблица 2

Номер	SiO /M.O	Доля	Содержание, %						
шлака	SIO_2/MgO	колеманита, %	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	MgO	MnO	B ₂ O ₃
1	0,50	10,0	9,1	22,5	3,7	9,5	44,0	6,4	4,9
2	0,50	15,0	8,7	21,9	3,5	10,5	42,3	6,1	7,0
3	0,50	20,0	8,3	21,3	3,4	11,5	40,7	5,8	8,9
4	0,75	10,0	9,1	28,8	3,7	9,5	37,7	6,4	4,9
5	0,75	15,0	8,7	27,9	3,5	10,5	36,3	6,1	7,0
6	0,75	20,0	8,3	27,1	3,4	11,5	34,9	5,8	8,9
7	1,00	10,0	9,1	33,5	3,7	9,5	33,1	6,4	4,9
8	1,00	15,0	8,7	32,3	3,5	10,5	31,8	6,1	7,0
9	1,00	20,0	8,3	31,3	3,4	11,5	30,7	5,8	8,9
10	1,25	10,0	9,1	37,1	3,7	9,5	29,5	6,4	4,9
11	1,25	15,0	8,7	35,8	3,5	10,5	28,3	6,1	7,0
12	1,25	20,0	8,3	34,7	3,4	11,5	27,3	5,8	8,9

Химический состав исследуемых шлаков

Table 2. Chemical composition of the studied slags



Рис. 1 Изменение вязкости сталеплавильного шлака в зависимости от температуры (цифры у кривых – процент колеманита) при SiO₂/MgO: 0,75 (*a*); 1,00 (*б*); 1,25 (*в*)

Fig. 1. Change in viscosity of steelmaking slag depending on temperature (numbers near curves – percentage of colemanite) at SiO₂/MgO: 0.75 (*a*); 1.00 (*δ*); 1.25 (*s*)

Таблица З

План проведения эксперимента и его результаты

Table 3. Plan of the experiment and its results

Номер опыта	SiO ₂ /MgO	Доля колеманита, % (по массе)	Темпера- тура, °С	Вязкость, Пз
1	0,75	10	1520	1,64
2	0,75	15	1500	1,24
3	0,75	20	1450	1,30
4	1,00	10	1500	1,43
5	1,00	15	1400	1,85
6	1,00	20	1350	1,50
7	1,25	10	1370	3,23
8	1,25	15	1345	2,24
9	1,25	20	1280	3,65
10	1,00	15	1400	1,85

600

На рис. 3 представлены изолинии равной вязкости шлака и температуры, при которой достигается требуемая вязкость в зависимости от соотношения SiO₂/MgO и содержания колеманита.

Анализ данных рис. 2 и 3 показывает, что в зависимости от соотношения SiO_2/MgO и содержания колеманита вязкость меняется экстремально. Минимальная вязкость шлака на рис. 3 отмечена точкой *A*. Она достигается при соотношении SiO_2/MgO , равном 0,78 и содержании колеманита 17 %. При равном соотношении SiO_2/MgO с увеличением содержания колеманита температура, при которой достигается требуемиая вязкость, снижается. Температура, при которой достигается минимальная вязкость при соотношении SiO_2/MgO , равном 0,78, и его содержании 17 %, составляет 1460 °C.

Обработка результатов эксперимента с помощью программы STATISTICA [24] позволила рассчитать уравнения регрессии, которые описывают поведение



Рис. 2. Общий вид функции отклика вязкости шлака (*a*) и равной температуры, при которой достигается требуемая вязкость (*б*), в зависимости от соотношения SiO₂/MgO и доли колеманита в шихте

Fig. 2. General view of slag viscosity response function (*a*) and equal temperature at which the required viscosity is achieved (δ), depending on SiO₂/MgO ratio and proportion of colemanite in the charge



Рис. 3. Изолинии равной вязкости шлака (*a*) и равной температуры, при которой достигается требуемая вязкость (*б*), в зависимости от соотношения SiO₂/MgO и доли колеманита в шихте



функции отклика (вязкости (1) и температуры (2)) в зависимости от основных факторов:

$$\eta = 10,93 - 15,58x + 8,3x^2 - 0,4y + 0,009y^2 + 0,15xy; (1)$$

$$T = 1801,7 - 199,5x - 28,6x^2 - 7,19y + 0,03y^2 - 4,0xy, \quad (2)$$

где x – соотношение SiO₂/MgO, ед.; y – содержание колеманита, % (по массе).

Для оценки адекватности модели, рассчитанной при помощи уравнения регрессии, осуществлялось сравнение экспериментальных и расчетных значений вязкости и температуры. Результаты проверки методом корреляции экспериментальных и расчетных данных представлены на рис. 4. По полученным данным видно, что уравнение регрессии адекватно описывает результаты эксперимента, поскольку практически все экспериментальные данные располагаются в доверительном интервале, ограниченном эллипсом надежности критерия.



Рис. 4. Диаграмма корреляции экспериментальных и расчетных значений вязкости (*a*) и температуры (*б*)

Fig. 4. Correlation diagram of experimental and calculated values of viscosity (a) and temperature (δ)

Таким образом установлено, что при соотношении $SiO_2/MgO = 0,5$ добавка колеманита не приводит к положительным результатам. При температурах ниже 1600 °C шлак остается гетерогенным, что не позволяет провести плавки металлизованного сидерита в электропечах. В шлаках с соотношением SiO_2/MgO более 0,75 наблюдается высокотемпературная область с вязкостью менее 3,65 Пз, соответствующая температурам выше 1520 °C при доле колеманита 10 – 20 %. Температуру перехода из высокотемпературной в низкотемпературную область можно регулировать, меняя соотношение SiO_2/MgO и долю колеманита. Одна и та же температура перехода может быть достигнута при одновременном увеличении SiO_2/MgO и снижении доли колеманита.

Выводы

Восстановленный во вращающейся печи до степени металлизации 95 % кусковой сидеритовый концентрат, в горячем виде (при температурах выше 1000 °C) загруженный в электропечь с добавками сырого колеманита в количестве 60 – 120 кг/т концентрата, может быть проплавлен с получением при температурах на выпуске (около 1600 °C) металла-полупродукта, пригодного для дальнейшего получения стали, и гомогенного магнезиального шлака, обладающего низкой вязкостью (менее 3,65 Пз) при соотношении MgO/SiO₂ в исходном сидерите, равном 0,75 – 1,25.

Список литературы / References

- Frimmel H. Strontium isotopic evidence for the origin of siderite, ankerite and magnesite mineralizations in the Eastern Alps. *Mineralium Deposita*. 1988;23(4):268–275. https://doi.org/10.1007/BF00206407
- Pohl W. Comparative geology of magnesite deposits and occurrences. In: *Magnesite. Geology, Mineralogy, Geochemistry, Formation of Mg-Carbonates*. Moeller P. ed. Monogr. Ser. Mineral Deposits. 1989;28:1–13.
- **3.** Jonkov J., Mochev D., Grigorova I., Nishkov I. Siderite ore physical separation and reverse flotation. *Journal of Mining and Metallurgy A: Mining.* 2012;48:23–37.
- Boch R., Wang X., Kluge T., etc. Aragonite-calcite veins of the 'Erzberg' iron ore deposit (Austria): Environmental implications from young fractures. *Sedimentology*. 2019;66(4):604–635. https://doi.org/10.1111/sed.12500
- Min L., Zhiming C., Qiying C. The role of organic matter in the formation of siderite from Xuanlong area, Hebei Province. *Chinese Journal of Geochemistry*. 1997;16: 86–94. https://doi.org/10.1007/BF02843376
- Bai S., Wen S., Liu D., Zhang W., Xian Y. Catalyzing carbothermic reduction of siderite ore with high content of phosphorus by adding sodium. *ISLJ International*. 2011;51(10): 1601–1607. https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.1601
- Shikazono N. Composition of siderite and the environments of formation of vein-type deposits in Japan. *Economic Geology*.1977;72(4):632–641. https://doi.org/10.2113/gsecongeo.72.4.632
- Palinkas S.S., Spangenberg J.E., Palinkas L.A. Organic and inorganic geochemistry of Ljubija siderite deposits, NW Bosnia and Herzegovina. *Mineralium Deposita*. 2009;44: 893–913. https://doi.org/10.1007/s00126-009-0249-z
- **9.** Rudmin M.A., Kalinina N.A., Maximov P.N. Formation of siderite in marine ooidal ironstones on example of Bakchar Deposit (Western Siberia). In: *Proceedings of the X Int. Siberian Early Career Geoscientists Conf. Novosibirsk State University*; 2022:79–80.
- Жунев А.Г., Юрьев Б.П., Бланк М.Э. Интенсификация процессов обжига и агломерации сидеритовых руд. Черная металлургия. Бюллетень научно-технической информации. 1988;(3):2–13.

Zhunev A.G., Yur'ev B.P., Blank M.E. Intensification of roasting and agglomeration of siderite ores. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information.* 1988;(3):2–13. (In Russ.).

 Технологические и теплотехнические основы подготовки сидеритовых руд к металлургическим переделам. Монография / Б.П. Юрьев, С.Г. Меламуд, Н.А. Спирин, В.В. Шацилло. Екатеринбург: День РА; 2016:428.

- **12.** Вусихис А.С., Леонтьев Л.И. *Применение сидеритовых руд при производстве чугуна и стали. Монография.* Москва; Вологда: Инфра-Инженерия; 2022:116.
- 13. Лаптева А. Бескоксовая металлургия: ресурсы, состояние, перспективы. *Металлы Евразии*. 2012;(2):9–23.
- 14. Кириченко И.С., Алексахин А.В., Развитие мирового и отечественного производства железа прямого восстановления. *Молодой ученый*. 2016;(2):85–90.

Kirichenko I.S., Aleksakhin A.V. Development of global and domestic production of direct reduced iron. *Molodoi uchenyi*. 2016;(2):85-90. (In Russ.).

15. Тимошпольский В.И., Трусова И.А., Плющевский И.Н., Корнеев С.В. Перспективы производства и использования металлизованного сырья для получения высококачественных марок стали. Сообщение 1. Анализ современных схем получения металлизованного сырья. *Литье и металлургия.* 2009;1(50):134–138.

Timoshpol'skii V.I., Trusova I.A., Plyushchevskii I.N., Korneev S.V. Prospects for the production and use of metallized raw materials to obtain high-quality steel grades. Message 1. Analysis of modern schemes for obtaining metallized raw materials. *Lit'e i metallurgiya*. 2009;(50):134–138. (In Russ.).

- 16. Курунов И.Ф., Савчук Н.А. Состояние и перспективы бездоменной металлургии железа. Москва: Черметинформация; 2002:198.
- **17.** Гиммельфарб А.И., Неменов А.М., Тарасов Б.Е. *Металлизация и электроплавка железорудного сырья*. Москва: Металлургия; 1981:152.
- 18. Юрьев Б.П., Шешуков О.Ю., Дудко В.А. Разработка экологически чистой технологии обогащения сидеритовых руд. Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. 2019;75(8):923–929. https://doi.org/10.32339/0135-5910-2019-8-923-929

Yur'ev B.P., Sheshukov O.Yu., Dudko V.A. Elaboration of an environmentally appropriate technology of siderite ores concentration. *Ferrous Metallurgy. Bulletin of Scientific, Technical and Economic Information.* 2019;75(8):923–929. (In Russ.). *https://doi.org/10.32339/0135-5910-2019-8-923-929*

- Ахлюстина А.И., Жуковский Г.В., Квасков А.П. Технологическая классификация железных руд Бакальского месторождения. *Труды «Уралмеханобр»*. 1972;18:37–43. Akhlyustina A.I., Zhukovskii G.V., Kvaskov A.P. Technological classification of iron ores of the Bakal deposit. *Trudy "Uralmekhanobr"*. 1972;(18):37–43. (In Russ.).
- 20. Ren Sh., Zhang J., Wu L., Fu W., Rao J. Influence of B₂O₃ on viscosity of high Ti-bearing blast furnace slag. *ISIJ International*. 2012;52(6):984–991.
 https://doi.org/10.1051/metal/2016038
- **21.** Vusikhis A.S., Selivanov E.N., Dmitriev A.N., Chentsov V.P., Ryabov V.V. Structure sensitive properties of system B₂O₃– CaO melts. *Defect and Diffusion Forum*. 2020;400:186–192. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DDF.400.186
- 22. Куприенко Н.В., Пономарева О.А., Тихонов Д.В. Статистика. Методы анализа распределений. Выборочное наблюдение: Учебное пособие. Санкт-Петербург: Издательство Политехнического университета; 2009:138.

Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):597–603. Vusikhis A.S., Leont'ev L.I., Mikheenkov M.A. Effect of boric anhydride on viscosity of slags used in electric melting of metallized siderite concentrate

Сведения об авторах	Information about the Authors
Александр Семенович Вусихис, к.т.н., старший научный сотруд- ник лаборатории пирометаллургии цветных металлов, Инсти- тут металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0002-6395-0834 <i>E-mail:</i> vas58@mail.ru	Aleksandr S. Vusikhis, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Pyrometallurgy of Non-Ferrous Metals, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Science ORCID: 0000-0002-6395-0834 E-mail: vas58@mail.ru
Леопольд Игоревич Леонтьев, академик, советник, Президиум РАН, д.т.н., профессор, Национальный исследовательский техно- логический университет «МИСИС», главный научный сотрудник, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0002-4343-914X E-mail: leo@presidium.ras.ru	Leopol'd I. Leont'ev, Academician, Adviser, Russian Academy of Sci- ences, Dr. Sci. (Eng.), Prof., National University of Science and Techno- logy "MISIS", Chief Researcher, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Science ORCID: 0000-0002-4343-914X E-mail: leo@presidium.ras.ru
<i>Михаил Аркадьевич Михеенков,</i> д.т.н., старший научный сотруд- ник лаборатории пирометаллургии черных металлов, Институт металлургии УрО РАН <i>E-mail:</i> silast@mail.ru	<i>Mikhail A. Mikheenkov, Dr. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Labo-</i> <i>ratory "Pyrometallurgy of Ferrous Metals</i> ", Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Science <i>E-mail:</i> silast@mail.ru
Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>А. С. Вусихис</i> – постановка задачи исследования, проведение рас- четов, подготовка текста, формирование выводов, проведение экспериментов. <i>Л. И. Леонтьев</i> – научное руководство, анализ результатов исследований, редактирование статьи. <i>М. А. Михеенков</i> – проведение расчетов.	 A. S. Vusikhis – setting the research problem, calculations, writing the text, forming conclusions, conducting experiments. L. I. Leont'ev – scientific guidance, analysis of the research results, editing. M. A. Mikheenkov – calculations.
Поступила в редакцию 28.08.2023 После доработки 31.08.2023 Принята к публикации 04.09.2023	Received 28.08.2023 Revised 31.08.2023 Accepted 04.09.2023

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES



УДК 669.19: 661.96 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-604-609



Оригинальная статья Original article

Влияние водорода на восстановление оксида никеля на поверхности сопловой лопатки газотурбинной установки

Д. Д. Фомина [©], В. З. Пойлов, А. Н. Галлямов

Пермский национальный исследовательский политехнический университет (Россия, 614990, Пермь, Комсомольский пр., 29)

💌 Fomina97@yandex.ru

Аннотация. В настоящее время растет интерес к использованию водорода в составе топливных смесей для турбореактивных двигателей и газотурбинных установок. Воздействие водорода на жаропрочные никелевые сплавы лопаток газотурбинных установок мало изучено. Данная работа посвящена исследованию влияния водорода на восстановление оксида никеля на поверхности сопловой лопатки газотурбинных установок. Рассмотрено взаимодействие водорода при различных условиях с оксидами металлов, способы восстановления оксидов металлов на поверхности лопаток газотурбинного двигателя. Термодинамика реакций взаимодействия оксидов алюминия, титана, никеля и вольфрама с фтороводородом и реакций фторидов с водородом изучена в диапазоне температур 273 – 1373 К. Установлено, что взаимодействие оксида алюминия с фтороводородом протекает в диапазоне температур от 273 до 1073 К, оксида титана с фтороводородом – от 273 до 373 К, оксида никеля с фтороводородом – от 273 до 873 К. При этом из образовавшихся фторидов с водородом реагирует только фторид никеля при температурах выше 673 К. Водород во всем интервале температур взаимодействует с оксидом никеля, а с оксидом вольфрама – при температурах выше 1173 К. Изучены особенности воздействия водорода на жаропрочные никелевые сплавы лопаток газотурбинных установок, подвергнутых предварительному фторированию и не обработанных соединениями фтора. Установлено, что восстановление оксида никеля водородом лучше протекает после процесса предварительного фторирования. При этом на поверхности образца лопатки образуются частицы размером 2 – 5 мкм, содержащие 90,16 % Ni. Без фторирования процесс восстановления оксида никеля водородом при температуре 1223 К и длительности 1 ч не происходит.

Ключевые слова: водород, восстановительные свойства, очистка поверхности, сопловые лопатки, жаропрочные никелевые сплавы, газотурбинная установка, фтористый водород, Дейтон-процесс

Благодарности: Результаты получены при выполнении государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации на выполнение фундаментальных научных исследований (проект FSNM-2023-0004).

Для цитирования: Фомина Д.Д., Пойлов В.З., Галлямов А.Н. Влияние водорода на восстановление оксида никеля на поверхности сопловой лопатки газотурбинной установки. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):604–609. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-604-609

EFFECT OF HYDROGEN ON NICKEL OXIDE REDUCTION ON THE SURFACE OF NOZZLE BLADE OF A GAS TURBINE UNIT

D. D. Fomina[®], V. Z. Poilov, A. N. Gallyamov

Perm National Research Polytechnic University (29 Komsomolskii Ave., Perm 614990, Russian Federation)

🖂 Fomina97@yandex.ru

Abstract. Currently, there is a growing interest in the use of hydrogen in the composition of fuel mixtures for turbojet engines and gas turbine units (GTU). The effect of hydrogen on heat-resistant nickel alloys of gas turbine blades has been little studied. In this regard, this work is devoted to studying the effect of hydrogen on nickel oxide reduction on the surface of the nozzle blade of a gas turbine engine. Hydrogen is a good reducing agent. Therefore, this article discusses the effects of hydrogen under various conditions with metal oxides, and methods of metal oxides reduction on the surface of the blades of a gas turbine engine. The thermodynamics of the interaction of aluminum, titanium, nickel and tungsten oxides with hydrogen fluoride and reactions of fluoride with hydrogen was investigated in the temperature range 273 – 1373 K. It was established that the interaction of aluminum oxide with hydrogen fluoride occurs in the temperature range from 273 to 1073 K, titanium oxide with hydrogen fluoride –

from 273 to 373 K, nickel oxide with hydrogen fluoride – from 273 to 873 K. In this case, of the resulting fluorides, only nickel fluoride interacts with hydrogen at temperatures above 673 K. Hydrogen interacts with nickel oxide throughout the entire temperature range, and with tungsten oxide at temperatures above 1173 K. We studied the effect of hydrogen on heat-resistant nickel alloys of gas turbine blades subjected to preliminary fluorination and not treated with fluorine compounds. Nickel oxide reduction with hydrogen proceeds better after the preliminary fluorination process. In this case, particles $2-5 \mu m$ in size containing 90.16 % Ni are formed on the surface of the blade sample. Without fluorination, this process at 1223 K and duration of 1 h does not occur.

- Keywords: hydrogen, reduction properties, surface cleaning, nozzle blades, heat-resistant nickel alloys, gas turbine unit, hydrogen fluoride, Dayton process
- Acknowledgements: The results were obtained during the implementation of the state assignment of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (project FSNM-2023-0004).
- For citation: Fomina D.D., Poilov V.Z., Gallyamov A.N. Effect of hydrogen on nickel oxide reduction on the surface of nozzle blade of a gas turbine unit. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):604–609. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-604-609

Введение

Водород широко используется в химической, энергетической и металлургической отраслях промышленности в качестве топлива, снижающего выбросы углекислого газа в атмосферу, накопителя энергии, химического реагента для синтеза органических продуктов, восстановителя и др. По своим химическим свойствам водород малоактивен, но его активность возрастает, например, при нагревании. При этом молекулярный водород вступает в химическое взаимодействие со многими металлами, неметаллами и сложными веществами. Повышение химической активности водорода при воздействии дополнительных факторов объясняется частичным образованием атомарного водорода, который значительно более активен, чем молекулярный. Водород является отличным восстановителем оксидов металлов до металлов. Восстановительные функции может выполнять и атомарный, и молекулярный водород [1 – 3].

Атомарный водород взаимодействует с твердыми телами на их поверхности при поглощении тепла. Необходимо учитывать способность разных веществ взаимодействовать с атомами водорода. Наиболее сильно катализируют рекомбинацию атомов водорода металлы, активность которых убывает в ряду Pt > Pd > W > Fe > Cr > Ag > Cu > Pb.

При этом рекомбинация атомов водорода (заключается в захвате ионом свободного электрона) наблюдается также на поверхности оксидов MgO, CaO, BaO, Al₂O₃, Cr₂O₃ [4].

Важным фактором является возможность воздействия молекулярного водорода на поверхность металла с оксидной пленкой для удаления этой пленки путем восстановления оксидов до металлов. В данной работе рассмотрено с теоретической и практической точек зрения воздействие водорода на поверхность компонентов сплавов лопаток газотурбинных установок (ГТУ).

Эффективность восстановительной способности водорода описывается в работе [5]. Авторы рассматривают восстановление различных оксидов металлов. Для восстановления используется атомарный водород, образующийся на нагретом вольфрамовом катализаторе. Обнаружено, что оксиды Cu, Ru, Nb, Mo, Rh, Pd, Ir и Pt могут быть восстановлены атомарным водородом при температуре подложки 313 К.

В работах [6; 7] исследованы процессы извлечения никеля из серпентиновой и лимонитовой руд путем выщелачивания при повышенной температуре и значении pH = 13 с последующим восстановлением солей никеля водородом. Представляет интерес использование водородной плазмы [8], создаваемой индуктивным радиочастотным тлеющим разрядом с помощью ВЧ-генератора мощностью 27,12 МГц и 700 Вт плотностью $1 - 3^{(10-15)}$ м⁻³ при давлении водорода от 0,05 до 50 Па для восстановления оксида меди. Авторы работы [9] аналогично использовали процесс восстановления в плазме H₂ для синтеза фосфидов. Отмечено, что в водородной плазме достигнута высокая эффективность, связанная с повышенной реакционной способностью водорода к восстановлению.

Изучена возможность восстановления оксида железа (III) в атмосфере водорода при его избытке по отношению к оксиду железа. При недостатке водорода процесс восстановления протекает не полностью [10]. Также водород применяется для восстановления катодных материалов в литий-ионных аккумуляторах [11]

При обзоре способов очистки сопловых лопаток, представленных в работах [12; 13], восстановительные свойства водорода используются на одном из этапов очистки поверхности лопаток газотурбинного двигателя (ГТД) от оксидов металлов элементарным фтором [14; 15]. Способ заключается в очищении поврежденных металлических деталей из жаропрочного никелевого сплава, содержащих микротрещины и применяется для ремонта деталей путем пайки. В качестве промежуточного реагента для очистки от оксидов металлов жаропрочных никелевых сплавов используют элементарный фтор, который образует с компонентами сплавов фториды металлов. Источником элементарного фтора являются продукты термического разложения фторуглеродной смолы. Последующая стадия восстановления фторидов металлов производится водородом при повышенных температурах.

Очищенная деталь имеет поверхностный слой, не содержащий оксидов. Отмечено, что поверхность содержит малое количество титана и алюминия, поэтому деталь может хорошо поддаваться пайке.

В патентах [16; 17] описан аналогичный процесс воздействия на деталь атмосферы, содержащей углерод, кислород (в виде угарного газа), водород и фтор (С-О-Н-F). На первой стадии представлен процесс разложения политетрафторэтилена (ПТФЭ) с образованием мономера тетрафторэтилена, который реагирует с водородом и образует фтороводород.

Отличие патентов [16; 17] от [14; 15] заключается в температурном диапазоне воздействия газовой среды 973 – 1073 К при продолжительности процесса 4 ч. При этом образуются фториды металлов. На третьем этапе происходит воздействие водорода на поверхность детали при температурах 1223 – 1373 К.

В литературе отсутствует оценка эффективности процесса восстановления водородом оксидов металлов жаропрочных никелевых сплавов, подвергнутых предварительному фторированию и не обработанных соединениями фтора. В связи с этим, целью настоящего исследования является выявление особенностей процесса восстановления водородом оксидов металлов жаропрочных никелевых сплавов, подвергнутых предварительному фторированию и не обработанных соединениями фтора.

Результаты термодинамического анализа

Термодинамический анализ реакций фторирования

Проведен термодинамический анализ взаимодействия оксидов алюминия, титана, никеля и вольфрама с фтороводородом и реакций взаимодействия фторидов с водородом. Ниже рассмотрены термодинамические характеристики восстановительной способности водорода при взаимодействии с оксидной пленкой на поверхности жаропрочного никелевого сплава ГТУ. Представлены основные реакции, которые могут протекать при проведении процессов. Значения энтальпии и энтропии взяты из справочника [18].

$$Al_2O_3 + 6HF_{(r)} = 2AlF_3 + 3H_2O;$$
 (1)

$$TiO_2 + 4HF_{(r)} = TiF_4 + 2H_2O;$$
 (2)

$$NiO + 2HF_{(r)} = NiF_2 + H_2O; \qquad (3)$$

$$WO_3 + 6HF_{(r)} = WF_{6(r)} + 3H_2O.$$
 (4)

Анализ значений энергии Гиббса реакций (1) – (4) показывает, что взаимодействие оксида алюминия с фтороводородом протекает в диапазоне температур от 273 до 1073 К, оксида титана с фтороводородом – от 273 до 373 К и оксида никеля с фтороводородом – от 273 до 873 К. Это доказывают отрицательные зна-

чения энергии Гиббса. Реакция взаимодействия оксида вольфрама и фтороводорода не протекает.

Фторид алюминия при температуре выше 873 К возгоняется с поверхности лопатки ГТД. Аналогичная ситуация с возгонкой происходит и при нагревании фторида титана до температуры выше 353 К [19].

Термодинамический анализ реакций фторидов металлов с водородом

Взаимодействие фторидов металлов с водородом может протекать по реакциям

$$2AlF_3 + 3H_2 = 2Al + 6HF;$$
 (5)

$$TiF_4 + 2H_2 = Ti + 4HF;$$
(6)

$$NiF_2 + H_2 = Ni + 2HF.$$
(7)

Из анализа величин энергии Гиббса следует, что реакции (5) и (6) не протекают, так как энергия Гиббса положительная, а реакция восстановления фторида никеля (7) протекает при температуре 673 К и выше.

Термодинамический анализ реакций оксидов металлов с водородом

Взаимодействие оксидов металлов с водородом может протекать по реакциям

$$Al_2O_3 + 3H_{2(r)} = 2Al + 3H_2O_{(r)};$$
 (8)

$$\operatorname{TiO}_{2} + 2\operatorname{H}_{2(r)} = \operatorname{Ti} + 2\operatorname{H}_{2}\operatorname{O}_{(r)};$$
 (9)

$$NiO + H_{2(r)} = Ni + H_2O_{(r)};$$
 (10)

$$WO_3 + 3H_{2(r)} = W + 3H_2O_{(r)}.$$
 (11)

Из анализа значений энергии Гиббса реакций (8) – (11) следует, что водород восстанавливает оксид никеля во всем диапазоне рассмотренных температур, а оксид вольфрама реагирует с водородом при температурах выше 1173 К. Данный вывод совпадает с литературными данными¹, где отмечено, что процесс восстановления вольфрамового ангидрида протекает в потоке водорода, содержащего влаги не более 2 г/м³, а кислорода – не более 0,4 % (об.).

Экспериментальная часть

В качестве объекта исследования использовали образец сопловой лопатки газотурбинного двигателя, предоставленной АО ОДК «Пермские Моторы».

¹ Восстановление водородом высшего оксида металла вольфрама. URL: https://stal-kom.ru/vosstanovleniye-vodorodom-vysshegooksida-metalla-vol-frama/ (Дата обращения: 03.03.2023).

Для получения фтороводорода и проведения процесса фторирования поверхности образца применяли бифторид калия, который подвергали термическому разложению при температуре выше 1023 К в однозонной трубчатой печи фирмы «Protherm furnaces». Процесс фторирования проводили при температуре 1023 К и продолжительности 2 ч в бескислородной среде. Для этого реактор продували очищенным от следов кислорода аргоном (с помощью медной стружки и титановой губки при температурах до 1073 К). После фторирования осуществляли процесс восстановления поверхности образца водородом, подаваемым с генератора водорода. Процесс проходил при температуре 1223 К и длительности 1 ч. По окончании процесса образец охлаждали в печи без доступа воздуха до комнатной температуры. Далее проводился анализ поверхности образца с помощью электронного сканирующего микроскопа «S-3400N» японской фирмы «HITACHI» с приставкой фирмы «Брукер» (Германия) для рентгеноспектрального и рентгенофлуоресцентного анализов.

Результаты экспериментов, их анализ

Поверхность образца лопатки после процесса фторирования и восстановления водородом показана на рис. 1, где видны небольшие вкрапления белого цвета, относящиеся к частичкам никеля. При большем увеличении (рис. 2) видно, что частицы никеля имеют шарообразную форму. Состав частиц показан на рис. 3.

Из рис. 3 следует, что образовавшиеся шарообразные частицы размером 2 – 5 мкм содержат 90,16 % Ni. Таким образом, водород восстанавливает фторид никеля до металлического никеля.

Для сравнения влияния водорода на образец детали проведен эксперимент, в котором изучено взаимодей-



Рис. 1. Микрофотография поверхности образца лопатки после фторирования и восстановления водородом

Fig. 1. Micrograph of the blade sample surface after fluorination and reduction with hydrogen



Рис. 2. Микрофотография частиц никеля на поверхности образца лопатки после фторирования и восстановления водородом

Fig. 2. Micrograph of nickel particles on the blade sample surface after fluorination and reduction with hydrogen



Рис. 3. Спектр частицы никеля на поверхности образца лопатки после фторирования и восстановления водородом

Fig. 3. Spectrum of a nickel particle on the blade sample surface after fluorination and reduction with hydrogen

ствие нефторированного образца с водородом при температуре 1223 К и продолжительности 1 ч. Результаты взаимодействия образца с водородом представлены на рис. 4. Видно, что на поверхности образца лопатки, в отличие от рис. 1, отсутствуют частицы никеля, т. е. восстановление оксида никеля водородом не наблюдается. В работе [20] отмечено, что конструкционные и функциональные материалы на основе хрома и никеля имеют достаточно высокую стойкость к водороду как при обычных, так и при повышенных температурах. Поскольку процесс восстановления никеля водородом термодинамически возможен, то следует искать причину в кинетике торможения процесса восстановления никеля. Такая причина, по-видимому, связана с тем, что на поверхности образца присутствует плотная пленка оксидов алюминия, титана и вольфрама, которая препятствует процессу восстановления водородом оксида



Рис. 4. Микрофотография поверхности образца лопатки после воздействия водорода



никеля. При воздействии фтористого водорода плотная пленка разрушается путем образования возгоняемых фторидов алюминия и титана, что обеспечивает доступ водорода к зоне реакции восстановления оксида никеля.

Выводы

Проведен термодинамический анализ взаимодействия оксидов алюминия, титана, никеля и вольфрама с фтороводородом и реакций фторидов с водородом в диапазоне температур 273 – 1373 К. Установлено, что взаимодействие оксида алюминия с фтороводородом протекает в диапазоне температур от 273 до 1073 К, оксида титана с фтороводородом – от 273 до 373 К, оксида никеля с фтороводородом – от 273 до 873 К. При этом из образовавшихся фторидов с водородом реагирует только фторид никеля при температурах выше 673 К. Водород во всем интервале температур взаимодействует с оксидом никеля, а с оксидом вольфрама – при температурах выше 1173 К.

Экспериментальным путем установлено, что восстановление оксида никеля протекает при предварительном фторировании и последующем восстановлении водородом при температуре 1223 К и длительности процесса 1 ч. При этом на поверхности образца лопатки образуются частицы размером 2-5 мкм, содержащие 90,16 % Ni. Без фторирования процесс восстановления оксида никеля не наблюдается. Высказано предположение, что причина связана с тем, что на поверхности образца присутствует плотная пленка оксидов алюминия, титана и вольфрама, которая препятствует процессу восстановления водородом оксида никеля. При воздействии фтористого водорода плотная пленка разрушается путем образования возгоняемых фторидов алюминия и титана, что обеспечивает доступ водорода к зоне реакции восстановления оксида никеля.

Список литературы / References

- **1.** Радченко Р.В. *Водород в энергетике*. Екатеринбург: Издательство Уральского университета; 2014:229.
- Оконский И.С., Осокин А.А., Федюков Ю.С. Процессы и аппараты кислородного и криогенного производства. Москва: Машиностроение; 1985:256.
- 3. Угай Я.А. Общая и неорганическая химия. Москва: Высшая школа; 1997:527.
- Иоффе В.Б. Основы производства водорода. Ленинград: Государственное научно-техническое издательство нефтяной и горно-топливной литературы; 1960:430.
- Izumi A., Ueno T., Miyazaki Y., Oizumi H., Nishiyama I. Reduction of oxide layer on various metal surfaces by atomic hydrogen treatment. *Thin Solid Films*. 2008;516(2-4):853–855. https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.06.097
- Bryson J.P., Distin P.A. The recovery of nickel from laterrites by chelate formation and reduction with hydrogen. *Hydrometallurgy*. 1978;3(4):343–354. https://doi.org/10.1016/0304-386X(78)90038-5
- Crundwell F.K., Moats M.S., Ramachandran V., Robinson T.G., Davenport W.G. Chapter 27 – Hydrogen reduction of nickel from ammoniacal sulfate solution. *Extractive Metallurgy of Nickel, Cobalt and Platinum Group Metals*. 2011:347–354. https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096809-4.10027-9
- Brecelj F., Mozetic M. Reduction of metal oxide thin layers by hydrogen plasma. *Vacuum*. 1990;40(1-2):177–181. https://doi.org/10.1016/0042-207X(90)90149-S
- Guan J., Wang Y., Qin M., Yang Y., Li X., Wang A. Synthesis of transition-metal phosphides from oxidic precursors by reduction in hydrogen plasma. *Journal of Solid State Chemistry*. 2009;182(6):1550–1555. https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.03.026
- Jabbour K., El Hassan N. Optimized conditions for reduction of iron (III) oxide into metallic form under hydrogen atmosphere: A thermodynamic approach. *Chemical Engineering Science*. 2022;252:117297. https://doi.org/10.1016/j.ces.2021.117297
- Shanker Bhandari G., Dhawan N. Gaseous reduction of NMCtype cathode materials using hydrogen for metal recovery. *Process Safety and Environmental Protection*. 2023;172: 523–534. https://doi.org/10.1016/j.psep.2023.02.053
- Логинова Д.И., Фомина Д.Д., Федотова О.А., Пойлов В.З. Способы очистки сопловых лопаток газотурбинного двигателя от оксидов металлов. Вестник ПНИПУ. Химическая технология и биотехнология. 2023;(1):19–34. https://doi.org/10.15593/2224-9400/2023.1.02

Loginova D.I., Fomina D.D., Fedotova O.A., Poilov V.Z. Methods of cleaning the nozzle blades of a gas turbine engine from metal oxides. *Vestnik PNIPU. Khimicheskaya tekhnologiya i biotekhnologiya.* 2023;(1):19–34. (In Russ.). https://doi.org/10.15593/2224-9400/2023.1.02

- 13. Fomina D.D., Poilov V.Z. Methods of cleaning the surface of the blades of gas turbine engines from carbon deposits and oxidation products. В кн.: Всероссийская научно-практическая конференция с международным участием «Химия. Экология. Урбанистика» 28–29 апреля 2022 г., Пермь. Пермь: Издательство «ПНИПУ»; 2022:191–194.
- Pat. US4188237, CPC B23K 1/206. Method for cleaning metal parts with elemental fluorine / Jack W. Cyhasteen. 12.02.1980.

- 15. Pat. 4324594 US. Method for cleaning metal parts / Cyhasteen J.W. 13.04.1982.
- 16. Pat. 5071486 US. Process for removing protective coatings and bonding layers from metal parts / Jack W. Cyhasteen. 10.12.1991.
- 17. Пат. 2419684 RU. Контактный раствор, способ и установка для очистки поверхности металлических сплавов в том числе поверхности трещин и узких зазоров / Пай З.П., Пармон В.Н., Пай В.В., Федотенко М.А., Яковлев И.В., Шангина А.Б.; заявлено 04.06.2009; опубликовано 27.05.2011. Бюллетень № 15.
- 18. Равделя А.А., Пономарева А.М. Краткий справочник физико-химических величин. Санкт-Петербург: «Иван Федоров»; 2003:240.

- 19. Мясоедов Б.Ф. Методы концентрирования веществ в аналитической химии. Москва: Наука; 1965:394.
- 20. Фомина Д.Д., Пойлов В.З. Новые конструкционные и функциональные материалы и покрытия, устойчивые к водородсодержащим средам. Вестник ПНИПУ. Химическая технология и биотехнология. 2022;(2):55-72. https://doi.org/10.15593/2224-9400/2022.2.04

Fomina D.D., Poilov V.Z. Study of new structural and functional materials and coating resistant to hydrogen environment. Vestnik PNIPU. Khimicheskava tekhnologiva i biotekhnologiya. 2022;(2):55-72. (In Russ.). https://doi.org/10.15593/2224-9400/2022.2.04

Сведения об авторах Information about the Authors

Дарья Дмитриевна Фомина, ассистент кафедры «Химические технологии», Пермский национальный исследовательский политехнический университет ORCID: 0009-0009-8974-2564 E-mail: Fomina97@yandex.ru

Владимир Зотович Пойлов, д.т.н., профессор кафедры «Химические технологии», руководитель ЦКП «Центр наукоёмких химических технологий и физико-химических исследований», Пермский национальный исследовательский политехнический университет E-mail: vladimirpoilov@mail.ru

Андрей Николаевич Галлямов, аспирант кафедры «Химические технологии», Пермский национальный исследовательский политехнический университет E-mail: andrewg96@mail.ru

Dar'ya D. Fomina, Assistant of the Chair of "Chemical Engineering", Perm National Research Polytechnic University ORCID: 0009-0009-8974-2564 *E-mail:* Fomina97@yandex.ru

Vladimir Z. Poilov, Dr. Sci. (Eng.), Prof. of the Chair "Chemical Engineering", Head of the Shared Collective Use Center "Center for High-tech Chemical Technologies and Physico-Chemical Research", Perm National Research Polytechnic University E-mail: vladimirpoilov@mail.ru

Andrei N. Gallyamov, Postgraduate of the Chair "Chemical Engineering", Perm National Research Polytechnic University E-mail: andrewg96@mail.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors

Д. Д. Фомина – поиск и анализ литературных данных по методам очистки, проведение экспериментальной части фторирования, анализ данных по экспериментам, написание статьи, перевод. В. З. Пойлов - обработка литературных данных, анализ экспериментальных данных, написание статьи.

А. Н. Галлямов – поиск и анализ литературных данных по восстановительным характеристикам водорода, проведение экспериментальной части наводораживания.

> Поступила в редакцию 25.05.2023 Received 25.05.2023 После доработки 10.06.2023 Принята к публикации 04.09.2023 Accepted 04.09.2023

D. D. Fomina - search and analysis of literary data on purification methods, conducting the experimental part of fluoridation, analysis of experimental data, writing the text, translation.

V. Z. Poilov - processing of literary data, analysis of experimental data, writing the text.

A. N. Gallyamov - search and analysis of literary data on the reducing characteristics of hydrogen, conducting the experimental part of hydrogen-charging.

Revised 10.06.2023

PHYSICO-CHEMICAL BASICS OF METALLURGICAL PROCESSES

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ



удк 669.15:544.344.3:546.17:546.73 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-610-612



Краткое сообщение Short report

Вагнеровский параметр взаимодействия азота с кобальтом в жидкой стали

Л. А. Большов, С. К. Корнейчук 🖱, Э. Л. Большова

Вологодский государственный университет (Россия, 160000, Вологда, ул. Ленина, 15)

💌 korn62@mail.ru

Аннотация. Предложена простая теория термодинамических свойств жидких растворов азота в сплавах системы Fe–Co. Эта теория полностью аналогична теории для жидких растворов азота в сплавах системы Fe–Cr, предложенной авторами в 2019 г. Теория основана на решеточной модели растворов Fe–Co. Предполагается модельная решетка типа ГЦК. В узлах этой решетки располагаются атомы железа и кобальта. Атомы азота располагаются в октаэдрических междоузлиях. Атом азота взаимодействует с атомами металлов, находящимися в соседних с этим атомом узлах решетки. Это взаимодействие парное. Предполагается, что жидкие растворы системы Fe–Co являются совершенными. В качестве исходных для расчетов взяты значения констант закона Сивертса для растворимости азота в жидком железе и в жидком кобальте. Результатом расчета является значение вагнеровского параметра взаимодействия в жидких сплавах на основе железа при температуре 1873 К
 $\epsilon_N^{Co} = 1,8. Это хорошо согласуется с экспериментальными данными, полученными Шенк, Фроберг, Граф в 1958 г. и Маекава, Накагава в 1960 г.$

Ключевые слова: термодинамика, растворы, азот, железо, кобальт, вагнеровский параметр взаимодействия, лангенберговский параметр взаимодействия, закон Сивертса

Для цитирования: Большов Л.А., Корнейчук С.К., Большова Э.Л. Вагнеровский параметр взаимодействия азота с кобальтом в жидкой стали. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):610–612. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-610-612

WAGNER INTERACTION COEFFICIENT BETWEEN NITROGEN AND COBALT IN LIQUID STEEL

L. A. Bol'shov, S. K. Korneichuk[®], E. L. Bol'shova

Vologda State University (15 Lenina Str., Vologda 16000, Russian Federation)

💌 korn62@mail.ru

Abstract. A simple theory of thermodynamic properties of liquid nitrogen solutions in Fe–Co alloys is proposed. This theory is completely analogous to the theory for liquid nitrogen solutions in alloys of the Fe–Cr system proposed previously by the authors in 2019. The theory is based on lattice model of the Fe–Co solutions. The model assumes FCC lattice. In the sites of this lattice are the atoms of Fe and Co. Nitrogen atoms are located in octahedral interstices. The nitrogen atom interacts only with the metal atoms located in the lattice sites neighboring to it. This interaction is pairwise. It is supposed that the liquid solutions of Fe–Co system are perfect. The initial values for the calculation are the Sieverts law constants for nitrogen solubility in liquid iron and in liquid cobalt. Result of the calculation is value of Wagner interaction coefficient in liquid iron-based alloys at 1873 K $\epsilon_{\rm N}^{\rm Co} = 1.8$. This value is in good agreement with the experimental data obtained by Schenck, Frohberg and Graf, 1958; Maekawa and Nakagawa, 1960.

Keywords: thermodynamics, solutions, nitrogen, iron, cobalt, Wagner interaction coefficient, Langenberg interaction coefficient, Sieverts law

For citation: Bol'shov L.A., Korneichuk S.K., Bol'shova E.L. Wagner interaction coefficient between nitrogen and cobalt in liquid steel. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):610–612. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-610-612

Для предсказания растворимости азота в жидкой стали необходимо знать значение растворимости азота в жидком железе и, как минимум, значения параметров взаимодействия первого порядка азота с легирующими элементами. Их величины определяются, как правило, на основании экспериментального изучения растворимости азота в расплавах бинарных металлических систем Fe – *j*, где железо – растворитель, *j* – легирующий элемент. Однако найденные таким образом значения содержат экспериментальную неопределен-

ность, иногда весьма существенную. Это относится и к взаимодействию азота с кобальтом.

В настоящее время кобальт находит разнообразные технологические применения, в том числе используется для легирования специальных сталей (быстрорежущих, магнитных, жаропрочных). О значении вагнеровского параметра взаимодействия азота с кобальтом в жидкой стали единого мнения не существует. Поэтому представляет интерес теоретическое изучение соответствующего вопроса.

Рассмотрим термодинамику растворов азота в жидких сплавах системы Fe–Co. Концентрации компонентов этих растворов, выраженные в мольных долях, обозначим как c_{Fe} , c_{Co} и c_{N} . Если же эти концентрации выразить в процентах по массе, то имеем величины [% Fe], [% Co] и [% N]. Пусть a_{N} – термодинамическая активность азота в растворе, $\gamma_{\text{N}} = \frac{a_{\text{N}}}{c_{\text{N}}}$ – рациональный

коэффициент активности азота а растворе, $f_{\rm N} = \frac{a_{\rm N}}{[\% \text{ N}]}$ –

массово-процентный коэффициент активности азота. Термодинамические параметры взаимодействия азота с кобальтом в жидких сплавах систем Fe-Co-N на основе железа определяются формулами

$$\epsilon_{\rm N}^{\rm Co} = \frac{\partial \ln \gamma_{\rm N}}{\partial c_{\rm Co}} \, \text{при } c_{\rm Fe} \to 1;$$
$$\epsilon_{\rm N}^{\rm Co} = \frac{\partial \log f_{\rm N}}{\partial [\% \text{ Co}]} \, \text{при } [\% \text{ Fe}] \to 100,$$

где ε_N^{Co} – вагнеровский параметр взаимодействия; e_N^{Co} – лангенберговский параметр взаимодействия. Соотношение между этими параметрами получено в работе [1]:

$$\varepsilon_{\rm N}^{\rm Co} = 230, 3 \frac{A_{\rm Co}}{A_{\rm Fe}} e_{\rm N}^{\rm Co} + \frac{A_{\rm Fe} - A_{\rm Co}}{A_{\rm Fe}},$$
 (1)

где $A_{\rm Fe}$ и $A_{\rm Co}$ – атомные массы соответствующих элементов.

Растворимость азота в жидких сплавах системы Fe–Co, выраженную в процентах по массе, обозначим как [% N]^{*}. При парциальном давлении азота в жидкой фазе P_{N_2} и условии $P_{N_2} \rightarrow 0$ имеет место закон квадратного корня (закон Сивертса):

$$[\% N]^* = K' \sqrt{\frac{P_{N_2}}{P_0}},$$

где P_0 – стандартное давление ($P_0 = 1$ атм $\approx 0,101$ МПа); K' – константа закона Сивертса. Пусть K' = K'(Fe) при $c_{\text{Fe}} = 1$ и K' = K'(Co) при $c_{\text{Co}} = 1$.

Далее предлагается простая теория термодинамических свойств жидких растворов азота в сплавах систем Fe-Co. Эта теория полностью аналогична теории растворов азота в сплавах систем Fe-Cr и Ni-Cr [2]. Теоретическая модель сформулирована в аннотации к настоящей работе. Пользуясь результатами работы [2], для рассматриваемой модели имеем:

$$\varepsilon_{\rm N}^{\rm Co} = 6 \left(1 - 6 \sqrt{\frac{A_{\rm Co} K'({\rm Co})}{A_{\rm Fe} K'({\rm Fe})}} \right).$$
(2)

При температуре T = 1873 К K'(Fe) = 0,044 % (по массе) [3] и K'(Co) = 0,0047 % (по массе). [4]. Как известно, $A_{Fe} = 55,847$ и $A_{Co} = 58,9332$. По формуле (2) получаем теоретическое значения вагнеровского параметра взаимодействия азота с кобальтом в жидкой стали для T = 1873 К: $\varepsilon_N^{Co} = 1,8$. Из уравнения (1) находим соответствующее значение лангенберговского параметра взаимодействия $e_N^{Co} = 0,0076$.

Рассмотрим экспериментальные значения параметра e_N^{Co} в жидкой стали при T = 1873 К. В работе [5] растворимость азота в сплавах Fe–Co изучалась методом закалки образцов вплоть до концентрации [% Co] = 24 % (по массе). При этом получена оценка $e_N^{Co} = 0,0072$. В работе [6] это исследование было продолжено вплоть до [% Co] = 100 % (по массе). При этом получена оценка растворимости азота в жидком кобальте K'(Co) = 0,0044 % (по массе), что очень близко к использованному в настоящей работе значению K'(Co) = 0,0047 % (по массе).

В работе [7] получено экспериментальное значение $e_{\rm N}^{\rm Co} = 0,007.$

В работе [8] растворимость азота в расплавах системы Fe–Co исследовалась методом Сивертса. Экспериментальная оценка параметра взаимодействия для температуры 1873 К составила $e_N^{Co} = 0,011$.

Оценки лангенберговского параметра взаимодействия в жидкой стали при T = 1873 К: $e_N^{Co} = 0,0072$ [5] и $e_N^{Co} = 0,007$ [7] ближе к теоретической оценке $e_N^{Co} =$ = 0,0076, чем экспериментальная оценка $e_N^{Co} = 0,011$ [8]. Поэтому с точки зрения теории, представленной в настоящей работе, оценки [5] и [7] кажутся более правдоподобными, чем оценка [8].

Выводы

Получены теоретические оценки термодинамических параметров взаимодействия первого порядка азота с кобальтом в жидкой стали при T = 1873 К: $\varepsilon_N^{Co} = 1,8$; $e_N^{Co} = 0,0076$.

Экспериментальные оценки лангенберговского параметра взаимодействия $e_N^{Co} = 0,0072$ [5] и $e_N^{Co} = 0,007$ [7] представляются более правдоподобными, чем оценка $e_N^{Co} = 0,011$ [8].

Список литературы / References

 Lupis C.H.P., Elliott J.F. The relation between interaction coefficients ε and e. Transactions of the Metallurgical Society of AIME. 1965;233(1):257–258. Большов Л.А., Корнейчук С.К., Большова Э.Л. Вагнеровский параметр взаимодействия азота с хромом в жидких сплавах на основе никеля. Известия вузов. Черная металлургия. 2021;64(9):693–697. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-693-697

Bol'shov L.A., Korneichuk S.K., Bol'shova E.L. Wagner interaction coefficient between nitrogen and chromium in liquid nickel-based alloys. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2021;64(9):693–697. (In Russ.).

https://doi.org/10.17073/0368-0797-2021-9-693-697

- **3.** Turnock R.H., Pehlke R.D. The solubility of nitrogen in multicomponent liquid iron alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1966;236(11):1540–1547.
- 4. Blossey K.G., Pehlke R.D. Solubility of nitrogen in liquid cobalt alloys. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1966;236(1):28–32.
- 5. Schenck H., Frohberg M.G., Graf H. Untersuchung über die Beeinflussung der Gleichgewichte von Stickstoff mit flüssi-

gen Eisenlösungen durch den Zusatz weiterer Elemente (I). *Archiv für das Eisenhüttenwesen*. 1958;29(11):673–676. (In Germ.). *https://doi.org/10.1002/srin.195803011*

6. Schenck H., Frohberg M.G., Graf H. Untersuchung über die Beeinflussung der Gleichgewichte von Stickstoff mit flüssigen Eisenlösungen durch den Zusatz weiterer Elemente (II). Archiv für das Eisenhüttenwesen. 1959;30(9): 533–537. (In Germ.).

https://doi.org/10.1002/srin.195903074

 Maekawa S., Nakagawa Y. The solubility of nitrogen in liquid iron alloys. II. Effect of nickel, cobalt, molybdenum, chromium and vanadium on the solubility of nitrogen in liquid iron alloys. *Tetsu-to-Hagane*. 1960;46(9): 972–976.

https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.46.9_972

8. Pehlke R.D., Elliott J.F. Solubility of nitrogen in liquid iron alloys. I. Thermodynamics. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1960;218(6):1088–1101.

Сведения об авторах / Information about the Authors

Леонид Абрамович Большов, д.ф.-м.н., профессор кафедры математики и информатики, Вологодский государственный университет

E-mail: labolshov@mail.ru

Светлана Константиновна Корнейчук, к.ф.-м.н., доцент кафедры физики, Вологодский государственный университет *E-mail:* korn62@mail.ru

Элина Леонидовна Большова, доцент кафедры английского языка, Вологодский государственный университет *E-mail:* labolshov@mail.ru

Leonid A. Bol'shov, Dr. Sci. (Phys.–Math.), Prof. of the Chair of Mathematics and Informatics, Vologda State University E-mail: labolshov@mail.ru

Svetlana K. Korneichuk, Cand. Sci. (Phys.–Math.), Assist. Prof. of the Chair of Physics, Vologda State University E-mail: korn62@mail.ru

Elina L. Bol'shova, Assist. Prof. of the Chair of English, Vologda State University

E-mail: labolshov@mail.ru

Вклад авторов / Contribution of the Authors

Л. А. Большов – идея и текст статьи.

С. К. Корнейчук – анализ метода и результатов, оформление текста и документации, переписка с редакцией.

Э. Л. Большова – перевод на русский язык англоязычных статей, перевод на английский язык аннотации и библиографического списка.

Поступила в редакцию 29.06.2023 После доработки 07.07.2023 Принята к публикации 27.08.2023 Асс.

L. A. Bol'shov – formation of the article idea, writing the text.
S. K. Korneichuk – verification of the proposed method and results, formatting the paper and accompanying documents.
E. L. Bol'shova – translation of English articles, translation into English of the abstract and references.

Received 29.06.2023 Revised 07.07.2023 Accepted 27.08.2023

Информационные технологии и автоматизация в черной металлургии

INFORMATION TECHNOLOGIES AND AUTOMATIC CONTROL IN FERROUS METALLURGY



удк 621.783.223:621.365 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-613-615



Краткое сообщение Short report

К исследованию импульсного нагрева металла

А. Д. Апасова ⁼, И. А. Левицкий, К. С. Шатохин

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

💌 annhope@bk.ru

- Аннотация. Результаты данной работы позволяют упростить отработку технологии импульсного нагрева металла. Создан программный продукт для подбора оптимальных значений режимных параметров импульсного нагрева на математической модели, что существенно сокращает время наладки теплового агрегата, использующего эту технологию. Тестовые расчеты показали адекватность полученных результатов режимным параметрам функционирующих проходных нагревательных печей, оснащенных скоростными струйными горелками. Проблемы управления нагревом металла стали особенно актуальны в связи с распространением высокопроизводительных прокатных станов и все более повышающимися требованиями, предъявляемыми к качеству нагрева металла. В связи с этим, полная реализация программы исследований позволит выработать конкретные рекомендации по увеличению производительности нагревательных печей и улучшению показателей их энергоэффективности.
- *Ключевые слова:* режим нагрева, АСУ ТП, импульсный нагрев, нагревательные печи, математическая модель, газовая горелка, температура, металл
- Для цитирования: Апасова А.Д., Левицкий И.А., Шатохин К.С. К исследованию импульсного нагрева металла. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):613–615. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-613-615

ON THE STUDY OF PULSED METAL HEATING

A. D. Apasova, I. A. Levitskii, K. S. Shatokhin

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

💌 annhope@bk.ru

Abstract. The work makes it possible to simplify development of pulsed metal heating technology. A software product was created to select the optimal values of operating parameters of pulsed heating on a mathematical model, which significantly reduces the setup time of a thermal unit using this technology. Test calculations showed adequacy of the results obtained to the operating parameters of functioning through-pass heating furnaces equipped with high-speed jet burners. The problems of controlling metal heating became particularly relevant due to the proliferation of high-performance rolling mills and increasing requirements for the quality of metal heating. In this regard, full implementation of the research program will make it possible to develop specific recommendations for increasing the productivity of heating furnaces and improving their energy efficiency.

Keywords: heating mode, automatic process control system, impulse heating, heat furnaces, mathematical model, gas burner, temperature, metal

For citation: Apasova A.D., Levitskii I.A., Shatokhin K.S. On the study of pulsed metal heating. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5): 613–615. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-613-615

Поиск скрытых резервов энергосбережения и их использование – мощный фактор повышения конкурентоспособности продукции. Прокатное производство по затратам энергии на получение готовой продукции занимает второе место (после доменного производства). При этом 95 % затрат приходится на долю газа и электроэнергии, из них 60 % – на нагрев заготовок под прокатку в печах [1].

Расчет энергетических затрат в технологическом процессе нагрева металла показывает, что существует

несколько подходов к решению проблемы энергосбережения:

 строительство печей с минимальными потерями теплоты в окружающую среду и воздействием этих потерь на процесс нагрева металла;

 – достижение оптимальных температур обработки металла за короткий период времени;

- совершенствование АСУ ТП [2 – 4].

Способ нагрева металлических заготовок, который соответствует указанным требованиям, должен дости-



Импульсный режим нагрева металла: *I* – температура среды, °C; *2* – коэффициент теплоотдачи, Вт/(м²·K); *3* – температура центра заготовки, °C; *4* – температура поверхности заготовки, °C; *5* – средняя темпертура заготовки, °C

Pulse mode of metal heating:

l – temperature of the medium, °C; *2* – heat transfer coefficient, $W/(m^2 \cdot K)$; *3* – ingot center temperature, °C; *4* – ingot surface temperature, °C; *5* – ingot average temperature, °C

гать оптимального температурного режима за малое время, иметь локальное действие, но при этом передавать достаточно теплоты для обработки изделий. Технологией такого рода можно считать импульсные режимы нагрева металла.

Основной класс горелочных устройств, применяемых в системах импульсного отопления – это скоростные струйные горелки, работающие на природном газе [5]. Импульсный нагрев основывается либо на системе позиционного автоматического прерывания, либо на перестраиваемой по частоте и скважности пульсаций системе прерывания при продолжительности периода «включено – выключено» 0,5 – 2,5 мин. Коэффициенты теплоотдачи конвекцией *а*_{конв} могут достигать 300 Вт/(м²·К) и более [6].

Режим работы горелок подбирается экспериментально при наладке тепловых агрегатов, однако из-за высокой тепловой инерционности печей это требует много времени. Поэтому целесообразно предварительные значения режимных параметров импульсного нагрева определять на математической модели.

Разработана программа, моделирующая результаты следующего процесса. Заготовка в форме пластины или цилиндра, имеющая однородное температурное поле, помещается внутрь проходной нагревательной печи, в зонах которой задаются температура среды и $a_{\text{конв}}$, соответствующие включенным и выключенным горелкам. Переключение «включено – выключено» происходит при достижении заданной продолжительности нагрева *t* либо заданного перепада температур по толщине заготовок ΔT .

На рисунке показаны температурные режимы печи и интервал нагрева металла со следующими параметрами:

– температура в методической зоне, где нет горелок – 800 °C, $a_{\text{конв}}$ – 100 Вт/(м²·К);

– температура и $a_{\text{конв}}$ в сварочной зоне для случаев «включено» и «выключено»: 1700 °С и 300 Вт/(м²·K), 1100 °С и 100 Вт/(м²·K) соответственно;

– температура и $a_{\text{конв}}$ в томильной зоне для случаев «включено» и «выключено»: 1300 °С и 200 Вт/(м²·K), 1100 °С и 100 Вт/(м²·K) соответственно;

время работы и отключения горелок – 1 мин.

Выводы

Разработан программный продукт для оптимизации режимных параметров импульсного нагрева металла в проходных нагревательных печах.

Успешная реализация программы исследований позволит выработать рекомендации по увеличению производительности печей и улучшению энергоэффективности процесса нагрева заготовок.

Список литературы / References

- Фастыковский А.Р. Энергосберегающие технологии получения сортовых прокатных профилей. *Технические* науки – от теории к практике. 2016;11(59):52–56.
 Fastykovskii A.R. Energy saving technology for rolling varietal profiles. *Tekhnicheskie nauki – ot teorii k praktike*. 2016;11(59):52–56. (In Russ.).
- **2.** Коробейников В.В., Ткаченко С.С. Энергосберегающие нагревательные агрегаты нового поколения. *Литье и металлургия*. 2017;3(88):34–38.

Korobeinikov V.V., Tkachenko S.S. Energy saving heating units of new generation. *Lit'e i metallurgiya*. 2017;3(88): 34–38. (In Russ.).

 Панферов В.И. Об экономичном управлении нагревом металла в промышленных печах. Вестник ЮУрГУ. Серия: Компьютерные технологии, управление, радиоэлектроника. 2018;18(2):71–80. https://doi.org/10.14529/ctcr180207

Panferov V.I. About economic management of heating metal in industrial furnaces. *Vestnik YuUrGU. Series: Computer technologies, control, radio electronics.* 2018;18(2):71–80. (In Russ.). *https://doi.org/10.14529/ctcr180207*

4. Андреев С.М., Парсункин Б.Н., Ахметов Т.У. Совершенствование информационного обеспечения энергосберегающих режимов нагрева металла. *Машиностроение:* сетевой электронный научный журнал. 2015;3(2):122–127.

Andreev S.M., Parsunkin B.N., Akhmetov T.U. Perfecting information support energy-saving modes of heating metal. *Russian Internet Journal of Industrial Engineering*. 2015;3(2):122–127. (In Russ.).

- Boom R. Research fund for coal and steel RFCS: a European success story. *Ironamking & Steelmaking*. 2014;41(9):647–652. https://doi.org/10.1179/0301923314Z.00000000313
- **6.** Сибикин Ю.Д., Сибикин М.Ю. *Технология энергосбережения*. Москва: ФОРУМ, ИНФРА-М; 2006:352.

Сведения об авторах	Information about the Authors
---------------------	-------------------------------

Анна Дмитриевна Апасова, аспирант кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

E-mail: annhope@bk.ru

Игорь Анисимович Левицкий, к.т.н., доцент кафедры энергоэффективных и ресурсосберегающих промышленных технологий, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС» ORCID: 0000-0002-9345-3628

E-mail: lewwwis@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 Anna D. Apasova, Postgraduate of the Chair "Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies", National University of Science and Technology "MISIS" *E-mail:* annhope@bk.ru

Igor' A. Levitskii, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Prof. of the Chair "Energy-Efficient and Resource-Saving Industrial Technologies", National University of Science and Technology "MISIS" ORCID: 0000-0002-9345-3628 E-mail: lewwwis@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
<i>А. Д. Апасова</i> – построение модели, выполнение расчетов. <i>И. А. Левицкий</i> – консультации в построении модели. <i>К. С. Шатохин</i> – концепция исследования.	 A. D. Apasova – model construction, calculations. I. A. Levitskii – consulting on model construction. K. S. Shatokhin – conceptualization.
Поступила в редакцию 23.06.2023 После доработки 22.07.2023 Принята к публикации 29.08.2023	Received 23.06.2023 Revised 22.07.2023 Accepted 29.08.2023

ПО МАТЕРИАЛАМ МЕЖДУНАРОДНОЙ КОНФЕРЕНЦИИ «НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ ШКОЛА ДЛЯ МОЛОДЫХ МЕТАЛЛУРГОВ» – 2023

ON THE MATERIALS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE "SCIENTIFIC AND PRACTICAL SCHOOL FOR YOUNG METALLURGISTS" – 2023



удк 669.168 DOI 10.17073/0368-0797-2023-5-616-622



Оригинальная статья Original article

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НОВЫХ КОМПЛЕКСНЫХ НИОБИЙСОДЕРЖАЩИХ СПЛАВОВ

О. В. Заякин, И. Н. Кель [©], Д. С. Ренев, А. В. Сычев,

Л. Ю. Михайлова, А. В. Долматов

Институт металлургии Уральского отделения РАН (Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 101)

💌 dunnington@mail.ru

Аннотация. В работе изучены физико-химические характеристики новых комплексных сплавов, содержащих, %: 11 – 30 Nb, 23 – 28 Si, 3 – 10 Al и 3 – 4 Ti. Показано, что комплексные сплавы с пониженной концентрацией ниобия обладают наиболее благоприятными значениями плотности и температур кристаллизации по сравнению со стандартным феррониобием, содержащим 60 % (по массе) Nb. Переход от высокопроцентного феррониобия к комплексным сплавам с пониженной концентрацией ниобия позволяет перевести сплавы из группы сверхтугоплавких в тугоплавкие, обладающие оптимальными значениями плотности (5740 – 6560 кг/м³). Они полностью погружаются в жидкую сталь при выпуске в ковш, благодаря чему находятся в движении, не подвергаются окислению кислородом атмосферы и характеризуются более высокими и стабильными показателями степени усвоения ведущих компонентов. При увеличении концентрации ниобия до 30 % происходит изменение фазового состава сплава: снижение доли низкотемпературной фазы FeSi с низкими значениями плотности и увеличение доли высокоплотного тройного соединения NbFeSi₂ с температурой начала кристаллизации ~1713 °C. Увеличение концентрации ниобия с 11 до 17 % приводит к уменьшению температуры кристаллизации, а дальнейшее повышение до 30 %, наоборот, сопровождается увеличением температур ликвидуса и солидуса до 1700 и 1610 °C соответственно. Это согласуется с линией ликвидуса на диаграмме состояния двойной системы Fe–Nb с минимумом в области концентрации ниобия ~18 %. Наилучшими характеристиками, как с точки зрения получения ферросплавов, так и применения для легирования стали, обладает сплав, содержащий, % (по массе): 17,1 Nb, 24,6 Si, 7,6 Al и 3 Ti. Данный сплав характеризуется температурой начала кристаллизации, % (по массе): 17,1 Nb, 24,6 Si, 7,6 Al и 3 Ti. Данный сплав характеризуется температурой начала кристаллизации, % (по массе): 17,1 Nb, 24,6 Si, 7,6 Al и 3 Ti. Данный сплав характеризуется температурой начала кристаллизации 1550 °C (ниже температуры жидкой стальной ванны) и относится к разряду легкоплавких спла

Ключевые слова: металлургия, ниобий, кремний, физико-химические характеристики, температура кристаллизации, плотность, комплексный сплав, фазовый состав

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 21-19-00252, https://rscf.ru/project/21-19-00252/.

Для цитирования: Заякин О.В., Кель И.Н., Ренев Д.С., Сычев А.В., Михайлова Л.Ю., Долматов А.В. Физико-химические характеристики новых комплексных ниобийсодержащих сплавов. Известия вузов. Черная металлургия. 2023;66(5):616–622. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-616-622

PHYSICOCHEMICAL CHARACTERISTICS OF NEW COMPLEX NIOBIUM-CONTAINING ALLOYS

O. V. Zayakin, I. N. Kel'^a, D. S. Renev, A. V. Sychev,

L. Yu. Mikhailova, A. V. Dolmatov

Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (101 Amundsena Str., Yekaterinburg 620016, Russian Federation)

💌 dunnington@mail.ru

Abstract. The authors studied the physicochemical characteristics of new complex alloys containing, %: 11 – 30 Nb, 23 – 28 Si, 3 – 10 Al and 3 – 4 Ti. It was shown that complex alloys have the most favorable values of density and crystallization temperatures compared to standard ferroniobium (60 wt. % Nb). Complex alloys with a low concentration of niobium have acceptable crystallization temperatures and optimal density values (5740 – 6560 kg/m³). This allows the pieces of ferroalloy to be completely in the liquid steel when it is released into the ladle, and to be constantly in motion, which increases absorption of the leading components. When the niobium concentration increases to 30 %, phase composition of the alloy

changes: a decrease in the proportion of the low-temperature FeSi phase with low density values and an increase in the proportion of the high-density ternary compound NbFeSi₂ with a crystallization temperature of ~1713 °C. An increase in Nb concentration from 11 to 17 % leads to a decrease in the crystallization temperature, and a further increase to 30 % Nb, on the contrary, is accompanied by an increase in the liquidus and solidus temperatures to 1700 and 1610 °C, respectively, which is consistent with liquidus line in phase diagram of the Fe–Nb system with a minimum in Nb concentration range ~18 %. The best characteristics, both from the point of view of obtaining ferroalloys and use for alloying steel, belong to an alloy containing, wt. %: 17.1 Nb, 24.6 Si, 7.6 Al and 3 Ti. This alloy is characterized by the temperature of crystallization onset (1550 °C) below the liquid steel bath temperature and belongs to the category of low-melting alloys. It has optimal density values – 6390 kg/m³, which has a positive effect on the performance characteristics of niobium ferroalloys.

Keywords: metallurgy, niobium, silicon, physicochemical properties, crystallization temperature, density, complex ferroalloy, phase composition

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 21-19-00252, https://rscf.ru/project/21-19-00252/.

For citation: Zayakin O.V., Kel' I.N., Renev D.S., Sychev A.V., Mikhailova L.Yu., Dolmatov A.V. Physicochemical characteristics of new complex niobium-containing alloys. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2023;66(5):616–622. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-616-622

Введение

В последние десятилетия в России и в мире резко увеличилось потребление ниобия. Если ранее его использовали в основном для повышения коррозионной стойкости жаропрочных и нержавеющих сталей, то в настоящее время он применяется также для упрочняющего эффекта во многих конструкционных марках сталей [1; 2].

Ниобий является элементом, подавляющим рекристаллизацию аустенита [3; 4]. Образование карбонитридов ниобия Nb(C, N) вблизи границы зерен аустенита локально снижает концентрацию углерода, а осаждаемая фаза Nb(C, N) на границах зерен аустенита обеспечивает гетерогенные места зарождения феррита, что улучшает пластические свойства металла. Одновременно с этим в жидком состоянии в стали присутствует растворенный ниобий, который оказывает двойное влияние. Он способствует измельчению размера зерна, поскольку во время аустенизации подавляет рост аустенитных зерен за счет сегрегации на границе зерна и уменьшения их энергии. Это, в свою очередь, замедляет зернограничный переход феррита и способствует мартенситному или бейнитному превращениям [4; 5]. Наличие одновременно феррита и бейнита приводит к улучшению как прочностных свойств, так пластичности и ударной вязкости. Таким образом, за счет изменения вида ниобия в стали можно варьировать получаемые свойства.

Исходя из механизма влияния ниобия на свойства стали, его основное применение – это конструкционные марки стали для газонефтепроводных труб большого диаметра, судостроения, транспорта и т. д. [4; 6 – 10].

Необходимо отметить, что в мировой структуре потребления ниобия основная его масса (более 88 %) используется для производства высокопрочных низколегированных сталей с содержанием ниобия в количестве десятых долей процента. В то же время, основной сортамент сплавов с ниобием представлен различными марками феррониобия с концентрацией 55 – 70 % Nb (по массе), которые выплавляют алюминотермическим способом из чистого пентаоксида ниобия или пирохлорового концентрата. Получаемые на отечественных

предприятиях ферросплавы содержат, % (по массе): 55 – 70 Nb; до 6 Si; до 8 Ti; до 6 Al; до 0,5 C; до 0,3 S; до 2 P; 1 – 8 Ta; остальное – Fe (ГОСТ 16773–2003). Высокая концентрация ниобия в ферросплаве приводит к увеличению температуры плавления ферросплава, которая выше температуры обрабатываемого расплавленного металла (стали). Данный эффект в совокупности с высокой плотностью ферросплава (~8500 кг/м³) приводит к осаждению твердых кусков феррониобия на дно ковша с последующим их медленным растворением. Таким образом, значительно увеличивается время легирования стали, происходит неравномерное распределение ниобия в объеме жидкого металла [11].

В связи с этим целесообразна разработка новых комплексных ниобиевых сплавов, которые будут обладать более благоприятными значениями ключевых параметров, таких как температура кристаллизации (плавления) и плотность [12].

Температура кристаллизации ($T_{\rm k}$) влияет на технологию получения сплава и на его служебные характеристики. Из-за отсутствия точной формулировки этого термина в литературе представлены противоречивые сведения. В одних работах $T_{\rm k}$ приведена в виде конкретной величины [13], в других – температурного интервала [14]. Для двойных и тройных соединений $T_{\rm k}$ возможно определять по диаграммам их состояния, а для многокомпонентных систем, к которым относятся комплексные сплавы, температуру кристаллизации определяют экспериментально.

Многокомпонентные сплавы плавятся в определенном интервале температур, в связи с этим свойства сплава лучше характеризует температура начала кристаллизации (ликвидус) – $T_{\rm n}$. В литературе приводятся противоречивые сведения о рациональных значениях $T_{\rm n}$ [15 – 17]. По мнению авторов работы [15], температура плавления ферросплавов должна находиться в диапазоне 1100 – 1300 °С, при меньших значениях происходит окисление кусков сплава, а применение тугоплавких материалов увеличивает время ихплавления. В настоящей работе принимаем условное относительное деление сплавов на группы: легкоплавкие сплавы ($T_{\rm n} < T_{\rm k}$), тугоплавкие ($T_{\rm k} < T_{\rm n} < T_{\rm b. cr.}$) и сверхтугоплавкие ($T_{\rm n} > T_{\rm b. cr.}$), где $T_{\rm b. cr.}$ – температура ванны стали.
Важным технологическим свойством, влияющим на степень и стабильность усвоения элементов ферросплава, скорость растворения и равномерность их распределения в металле, является плотность (р). Ее величину определяет кристаллическая структура и атомная масса элементов, входящих в состав сплава.

Значение плотности оказывает влияние как на получение, так и на применение сплава. При производстве ферросплава необходимо, чтобы значения плотности металла и шлака отличались. В случае близких величин происходит увеличение потерь металла из-за плохого его разделения со шлаком и, как следствие, усложнение технологии получения ферросплава.

Определение плотности возможно экспериментально и методом расчета. Путем моделирования на лабораторной установке и расчетным методом определена рациональная плотность ферросплавов [11]. Сплавы условно можно разделить на тяжелые $(\rho > 7000 \text{ кг/м}^3)$, оптимальные $(\rho = 5000 - 7000 \text{ кг/м}^3)$ и легкие ($\rho < 5000 \text{ кг/м}^3$). Введение в сталь легких ферросплавов приводит к их запутыванию в шлаке и частичному окислению. При использовании тяжелых сплавов происходит их осаждение на дно ковша или плавильного агрегата, где они медленно растворяются [18]. Сплавы с плотностью 5000 – 7000 кг/м³ либо полностью погружаются в жидкую сталь, либо оставляют над поверхностью небольшой открытый участок (не более 10 %), благодаря чему они находятся в движении, не подвергаются окислению кислородом атмосферы и лучше усваиваются. Как правило, ввод ферросплавов в сталь осуществляется в твердом виде во время выпуска металла из печи. За счет энергии струи происходит перемешивание и погружение кусков ферросплава в расплав. Ферросплавы с оптимальной плотностью вовлекаются в циркулирующие потоки ванны и равномерно распределяются по объему стали, что способствует более полному и быстрому их растворению.

В литературе недостаточно данных о свойствах ниобиевых ферросплавов [19]. Для разработки рациональных составов новых комплексных ниобийсодержащих ферросплавов определены плотности и температуры кристаллизации сплавов системы Fe–Si–Al–Nb–Ti.

Исходные материалы и методы исследования

На первом этапе работы в лабораторных условиях методом сплавления в корундовых тиглях в токе аргона получены опытные образцы комплексных сплавов, представленные в табл. 1.

Сплав 4 (табл. 1), по содержанию ниобия соответствующий феррониобию марки ФНб60, выбран в качестве образца сравнения, как наиболее применяемый в современных условиях сталеплавильного производства.

Температуры кристаллизации ликвидус (T_n) и солидус (T_c) определяли методом фиксирования температурных кривых при охлаждении сплавов. Для этого

Таблица 1

Химический состав ниобийсодержащих сплавов, % (по массе)*

Номер сплава	Nb	Si	Al	Ti
1	11,3	28,4	9,9	4,0
2	17,1	24,6	7,6	3,0
3	30,0	22,8	3,4	4,0
4	60,0	-	_	_
* Остальное Fe и примеси.				

Table 1. Chemical composition of niobium-containing alloys, wt. %*

образцы помещали в корундовые тигли, установленные в рабочем пространстве электропечи сопротивления. Температуру измеряли вольфрам-рениевыми термопарами BP-5/20 с алундовыми наконечниками при помощи мультиметра «Термодат–19М4». Во время замеров наконечник одной термопары находился в центре расплава, а наконечник другой – в рабочем пространстве печи в непосредственной близости от тигля с расплавом. По показаниям первой термопары определяли температуру расплава, второй – температуру печи.

Образцы нагревали на 50 – 100 °С выше предполагаемой температуры начала кристаллизации, после чего охлаждали со скоростью 10 – 15 °С/мин, при этом на кривых охлаждения фиксировали температурные площадки. Первая площадка на кривых охлаждения соответствовала T_n , вторая – T_c .

Измерение плотности твердых ферросплавов проводили пикнометрическим методом, обладающим достаточной точностью и легкостью проведения эксперимента, в соответствии с ГОСТ 22524–77 [20].

Химический состав образцов определяли методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой, фазовый состав – методом рентгенофазового анализа с использованием дифрактометра XRD 7000C Shimadzu (ЦКП «Урал-М»).

Результаты работы и их обсуждение

Результаты определения физико-химических характеристик изучаемых ниобийсодержащих сплавов представлены в табл. 2, из которой следует, что все изучаемые комплексные ниобиевые сплавы характеризуются более благоприятными значениями плотности и температур кристаллизации, чем высокопроцентный феррониобий с содержанием 60 % Nb.

На рис. 1, 2 представлены зависимости изменения плотности и температур кристаллизации комплексных сплавов от содержания ниобия.

Снижение доли ниобия в комплексных сплавах с 30 до 11,3 % (по массе) оказывает положительное

Таблица 2

Физико-химические характеристики ниобийсодержащих сплавов

Table 2. Physicochemical characteristics of niobium-containing alloys

Номер сплава	<i>Т</i> _л , °С	$T_{\rm c}, {}^{\circ}{\rm C}$	ρ, кг/м ³	
1	1690	1650	5740	
2	1550	1500	6390	
3	1700	1610	6560	
4*	1720	_	8500	
* Данные работы [11].				

влияние на их плотность, которая уменьшается с 6560 до 5740 кг/м³. В первую очередь это связано с тем, что ниобий является самым тяжелым компонентом сплава (плотность ниобия составляет 8570 кг/м³), а также изменением фазового состава (рис. 3).



Рис. 1. Зависимость плотности комплексного сплава от концентрации ниобия









В сплаве *1* содержится большое количество фазы FeSi (до 63 %), что способствует снижению плотности сплава. В сплаве *2* образуется тройное соединение NbFeSi₂, обладающее высокой плотностью



Рис. 3. Дифрактограммы комплексных ниобийсодержащих сплавов: $a - \text{сплав } 1; \ 6 - \text{сплав } 2; \ 8 - \text{сплав } 3;$ $l - \text{FeSi}; 2 - \text{NbFeSi}_2; 3 - \text{Ti}_{50,64}\text{Fe}_{28}\text{Al}_{41}; 4 - \alpha - \text{Fe}; 5 - \text{AlNb}_7;$ $6 - \text{Ti}(\text{Fe}_{0,51}\text{Al}_{0,49})_2; 7 - \text{TiAl}; 8 - \text{TiSi}_2; 9 - \text{FeSi}_2; 10 - \text{NbFeSi}_{1,75}$

Fig. 3. XRD pattern of complex niobium-containing alloys: $a - alloy 1; \delta - alloy 2; e - alloy 3;$ $l - FeSi; 2 - NbFeSi_2; 3 - Ti_{50.64}Fe_{28}Al_{41}; 4 - \alpha - Fe; 5 - AlNb_7;$ $6 - Ti(Fe_{0.51}Al_{0.49})_2; 7 - TiAl; 8 - TiSi_2; 9 - FeSi_2; 10 - NbFeSi_{1.75}$ (6669 кг/м³), и интерметаллид ниобия AlNb₇, имеющий плотность 8431 кг/м³. При увеличении концентрации ниобия до 30 % происходит снижение доли более легкой фазы FeSi и увеличение доли высокоплотного тройного соединения NbFeSi₂.

Аналогичный анализ проведен для изучения влияния концентрации ниобия на температуры кристаллизации комплексных сплавов (рис. 2).

Сплав 1 характеризуется интервалом кристаллизации 1690 – 1650 °C, что обосновано присутствием в его составе большого количества фазы FeSi (~60 %) с температурой кристаллизации 1550 °С. Увеличение концентрации ниобия с 11,3 до 17,1 % приводит к уменьшению температуры кристаллизации, что согласуется с линией ликвидуса на диаграмме состояния двойной системы Fe-Nb при увеличении концентрации ниобия до ~18 % [21; 22]. Дальнейшее увеличение содержания ниобия в комплексных сплавах до 30 % сопровождается увеличением температур ликвидуса и солидуса до 1700 и 1610 °С соответственно. Аналогичный характер линии ликвидуса наблюдается на диаграмме состояния Fe-Nb с максимумом 1627 °C при ~45 % Nb. Высокие значения температуры ликвидуса сплава 3 обусловлены большим содержанием (~53 %) тугоплавкой фазы NbFeSi, с температурой начала кристаллизации ~1713 °С.

В целом полученные данные по зависимости температур кристаллизации комплексных сплавов от концентрации ниобия качественно согласуются с литературными данными для двухкомпонентных сплавов. Переход от стандартного высокопроцентного феррониобия с 60 % Nb к комплексным сплавам с кремнием, алюминием и пониженной концентрацией ниобия позволяет перевести сплавы из разряда сверхтугоплавких в тугоплавкие, а сплав 2, содержащий 17,1 % Nb, 24,6 % Si, 7,6 % Al и 3 % Ti относится к легкоплавким сплавам, что благоприятно отражается на служебных характеристиках ниобиевых ферросплавов.

Выводы

Изучены физико-химические характеристики новых комплексных ниобийсодержащих сплавов. Показано, что комплексные сплавы с кремнием, алюминием и пониженной концентрацией ниобия обладают наиболее благоприятными значениями плотности и температуры кристаллизации по сравнению со стандартным феррониобием (60 % Nb). Наилучшими характеристиками, как с точки зрения получения ферросплавов, так и применения для легирования стали, обладает сплав, содержащий 17,1 % Nb, 24,6 % Si, 7,6 % Al и 3 % Ti. Данный сплав характеризуется температурой начала кристаллизации 1550 °C (ниже температуры жидкой стальной ванны) и относится к группе легкоплавких сплавов, обладает оптимальной плотностью 6390 кг/м³, что благоприятно отражается на служебных характеристиках и позволяет рекомендовать его для обработки стали в ковше.

Список литературы / References

1. Леонтьев Л.И., Заякин О.В., Волков А.И. Проблемы развития металлургической отрасли для обеспечения технологического суверенитета России с учетом состояния минерально-сырьевой базы. Вестник РАН. 2023;93(7):631–645.

Leont'ev L.I., Zayakin O.V., Volkov A.I. Problems of the metallurgical industry development to ensure the Russian technological sovereignty taking into account the mineral resource base state. *Vestnik RAN*. 2023;93(7):631–645. (In Russ.).

 Леонтьев Л.И., Жучков В.И., Заякин О. В., Сычев А.В., Михайлова Л.Ю. Перспективы получения и применения комплексных ниобиевых ферросплавов. Известия вузов. Черная Металлургия. 2022;65(1):10–20. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-1-10-20

Leont'ev L.I., Zhuchkov V.I., Zayakin O.V., Sychev A.V., Mikhailova L.Yu. Potential for obtaining and applying complex niobium ferroalloys. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2022;65(1):10–20. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2022-1-10-20

3. Пости А.И. Влияние микролегирования стали ниобием на механические свойства термоупрочненной арматуры. *Литье и металлургия.* 2021;(1):73–77. https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-1-73-77

Posti A.I. Effect of micro alloying of steel with niobium on the mechanical properties of heat-strengthened rebar. *Lit'e i metallurgiya*. 2021;(1):73–77. (In Russ.). https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-1-73-77

- Sun L.-y., Liu X., Xu X., Lei S.-w., Li H.-g., Zhai Q.-j. Review on niobium application in microalloyed steel. Journal of Iron and Steel Research International. 2022;29: 1513–1525. https://doi.org/10.1007/s42243-022-00789-1
- Yan P., Bhadeshia H. Austenite–ferrite transformation in enhanced niobium, low carbon steel. *Materials Science and Technology*. 2015;31(9):1066–1076. https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000673
- 6. Nayak S.S., Misra R.D., Hartmann J.E. Microstructure and properties of low manganese and niobium containing HIC pipeline steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2008;494(1–2):456–463.

```
https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.04.038
```

- Akhtar M.N., Khan M., Khan S.A., etc. Determination of non-recrystallization temperature for niobium microalloyed steel. *Materials*. 2021;14(10):2639. https://doi.org/10.3390/ma14102639
- Guo A., Misra R.D.K., Xuet J., Guo B., Jansto S.G. Ultrahigh strength and low yield ratio of niobium-microalloyed 900 MPa pipeline steel with nano/ultrafine bainitic lath. *Materials Science and Engineering: A.* 2010; 527(16-17): 3886–3892. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.067
- Matrosov M.Yu., Efron L.I., Kichkina A.A., Lyasotskii I.V. A study of the microstructure of niobium-microalloyed pipe steel after different modes of controlled rolling with accelerated cooling. *Metal Science and Heat Treatment*. 2008; 50(3-4):136–141.

https://doi.org/10.1007/s11041-008-9034-3

- De Ardo A.J. Niobium in modern steels. International Materials Reviews. 2003;48(6):371–402. https://doi.org/10.1179/095066003225008833
- 11. Жучков В.И., Носков А.С., Завьялов А.Л. *Растворение* ферросплавов в жидком металле. Свердловск: УрО АН СССР; 1990:134.
- Жучков В.И., Заякин О.В. Разработка состава и процесса получения многокомпонентных ферросплавов. Известия вузов. Черная металлургия. 2020;63(10):791–795. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-10-791-795

Zhuchkov V.I., Zayakin O.V. Development of composition and process of obtaining multicomponent ferroalloys. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy*. 2020;63(10):791–795. (In Russ.). https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-10-791-795

- **13.** Емлин Б.И., Гасик М.И. Справочник по электротермическим процессам. Москва: Металлургия; 1978:288 с.
- **14.** Гасик Л.Н., Игнатьев В.С., Гасик М.И. Структура и качество промышленных ферросплавов и лигатур. Киев: Техника; 1975:128..
- **15.** Строганов А.И. Требования к ферросплавам для раскисления и легирования. Сборник Сибирского металлургического института: Производство ферросплавов. Новокузнецк: Издательство КузПИ; 1980:5–24.
- 16. Игнатьев В.С., Беспалова И.А., Тихоревский В.С. и др. Физические свойства легирующих сплавов. Ферросплавное производство, серия 5, Черметинформация. Выпуск 2. Москва; 1973:16.

- Жучков В.И., Ватолин Н.А., Завьялов А.Л. О температурах плавления ферросплавов. *Металлы*. 1982;(4):45–46.
 Zhuchkov V.I., Vatolin N.A., Zav'yalov A.L. On melting temperatures of ferroalloys. *Metally*. 1982;(4):45–46. (In Russ.).
- 18. Паримончик И.Б., Казачков И.П., Резчик В.Г. Моделирование процесса растворения ферросплавов в сталеплавильном ковше. *Металлургия и коксохимия*. 1972;(31):62–65. Parimonchik I.B., Kazachkov I.P., Rezchik V.G. Modeling

of ferroalloys dissolution in a steel ladle. *Metallurgiya i koksokhimiya*. 1972;(31):62–65. (In Russ.). **19.** Петров А.Ф., Кукса О.В., Головко Л.А., Ходотова Н.Е.

- 19. Петров А.Ф., Кукса О.В., Головко Л.А., Ходотова Н.Е. Прогнозирование физико-химических и теплофизических свойств феррониобия стандартных марок. Фундаментальные и прикладные проблемы черной металлургии: Сборник научных трудов. Дніпро.: ІЧМ НАН України; 2017;31:260–65
- Kel I.N., Zhuchkov V.I., Renev D.S., Lozovay E.Y., Galiahmetova R.I. Study of the physicochemical characteristics of complex boron-containing ferroalloys. *AIP Conference Proceedings*. 2020;2313(1):050015. https://doi.org/10.1063/5.0032689
- Li K.W., Wang X.B., Li S.M., Wang W.X., Chen S.P., Gong D.Q., Cui J.L. Halo formation in binary Fe-Nb off-eutectic alloys. *High Temperature Materials and Processes*. 2015; 34(5):479–485. https://doi.org/10.1515/htmp-2014-0081
- 22. Химический портал. URL: https://himikatus.ru/art/phasediagr1/Fe-Nb.php (дата обращения: 18.10.2023).

Сведения об авторах

Олег Вадимович Заякин, член-корреспондент РАН, д.т.н., главный научный сотрудник, заведующий лабораторией стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0002-9442-5928 E-mail: zferro@mail.ru

Илья Николаевич Кель, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0001-6411-6932 *E-mail*: dunnington@mail.ru

Дмитрий Сергеевич Ренев, младший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН

ORCID: 0000-0002-4850-5273 **E-mail:** sense199@mail.ru

Александр Владимирович Сычев, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН *E-mail:* ntm2000@mail.ru

Людмила Юрьевна Михайлова, к.т.н., старший научный сотрудник лаборатории стали и ферросплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0002-9154-8244 *E-mail:* ferrostal@bk.ru

Алексей Владимирович Долматов, к.х.н., ученый секретарь, старший научный сотрудник лаборатории металлургических расплавов, Институт металлургии Уральского отделения РАН ORCID: 0000-0002-6632-9533 *E-mail:* dolmatov.imet@gmail.com

Information about the Authors

Oleg V. Zayakin, Corresponding Member of RAS, Dr. Sci. (Eng.), Chief Researcher, Head of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-9442-5928 E-mail: zferro@mail.ru

Il'ya N. Kel', Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0001-6411-6932 E-mail: dunnington@mail.ru

Dmitrii S. Renev, Junior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences

ORCID: 0000-0002-4850-5273 **E-mail:** sense199@mail.ru

Aleksandr V. Sychev, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences *E-mail:* ntm2000@mail.ru

Lyudmila Yu. Mikhailova, Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher of the Laboratory of Steel and Ferroalloys, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-9154-8244 E-mail: ferrostal@bk.ru

Aleksei V. Dolmatov, Cand. Sci. (Chem.), Scientific Secretary, Senior Researcher of the Laboratory of Metallurgical Melts, Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences ORCID: 0000-0002-6632-9533 *E-mail:* dolmatov.imet@gmail.com

Вклад авторов	Contribution of the Authors
<i>О. В. Заякин</i> – разработка составов комплексных ферросплавов, анализ полученных данных, написание текста публикации. <i>И. Н. Кель</i> – проведение экспериментов для определения температуры кристаллизации ферросплавов, написание текста публикации.	<i>O. V. Zayakin</i> – development of complex ferroalloys compositions, analysis of the obtained data, writing the text. <i>I. N. Kel'</i> – conducting experiments to determine the crystallization temperature of ferroalloys, writing the text.
<i>Д. С. Ренев</i> – проведение экспериментов по определению плотности комплексных ферросплавов. <i>А. В. Сычев</i> – получение опытных образцов ферросплавов, редак-	 D. S. Renev – conducting experiments to determine the density of complex ferroalloys. A. V. Sychev – obtaining prototypes of ferroalloys, editing the text.
тирование текста публикации. <i>Л. Ю. Михайлова</i> – анализ дифрактограмм, редактирование текста публикации.	<i>L. Yu. Mikhailova</i> – analysis of phase diagrams, editing the text.
<i>А. В. Долматов</i> – получение опытных образцов ферросплавов, подготовка графического материала.	<i>A. V. Dolmatov</i> – obtaining prototypes of ferroalloys, visualization.
Поступила в редакцию 10.10.2023 После доработки 17.10.2023 Принята к публикации 18.10.2023	Received 10.10.2023 Revised 17.10.2023 Accepted 18.10.2023

По материалам международной конференции «Научно-практическая школа для молодых металлургов» – 2023 ON THE MATERIALS OF THE INTERNATIONAL CONFERENCE "SCIENTIFIC AND PRACTICAL SCHOOL FOR YOUNG METALLURGISTS" – 2023



УДК 669.187.56 **DOI** 10.17073/0368-0797-2023-5-623-630



Оригинальная статья Original article

Разработка технологии получения слитков при ЭШП на постоянном токе с вращением расходуемого электрода

И. А. Алексеев¹, И. В. Чуманов², Д. В. Сергеев²

¹ Южно-Уральский государственный университет (Россия, 454080, Челябинск, пр. Ленина, 76)

² Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), филиал

в г. Златоуст (Россия, 456217, Челябинская обл., Златоуст, ул. Тургенева, 16)

🖂 inbox@ivanalekseev.ru

Аннотация. В работе рассмотрен вопрос повышения производительности печей электрошлакового переплава. В качестве наиболее эффективного метода предложена технология ведения переплава на постоянном токе. Описание технологии затрагивает положительные и отрицательные эффекты, влияющие как на удельную производительность плавки, энергопотребление, так и на качество получаемых слитков в части их физико-механических свойств и химической чистоты. Способ ведения электрошлакового переплава с вращением расходуемого электрода предложен в качестве новой технологии, осуществлено краткое сравнение с используемой технологией наложения внешнего магнитного поля. Продемонстрированы схемы, которые наглядно показывают принцип управления формой фронта кристаллизации и локализацией теплового центра шлаковой ванны. Разработана стационарная численная модель для рабочей зоны действующей полупромышленной печи ЭШП А-550 на постоянном токе со сменой полярности. Создан математический аппарат, состоящий из электротермической, гидродинамической и конвективной частей. Геометрическая расчетная область спроектирована для шлаковой ванны, расположенной между расходуемым электродом и водоохлаждаемым кристаллизатором с диаметрами 60 и 90 мм соответственно. Высота подэлектродной зоны составляет 10 мм. Предельная величина тока 800 А, напряжение 46 В. Получены числовые поля распределения плотности тока и температуры в толще шлаковой ванны. Диапазон значений температуры располагается в пределах от 1400 до 2200 °C на периферийной и подэлектродной зонах шлаковой ванны соответственно. Приведена схема модернизации печи ЭШП за счет автоматизации механической части и перевода на постоянный ток.

Ключевые слова: электрошлаковый переплав, электротермия, расходуемый электрод, метод конечных объемов, вычислительная гидродинамика, компьютерное моделирование, математическое моделирование, технология, вращающийся электрод, постоянный ток

Благодарности: Работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда № 22-29-20049, https://rscf.ru/project/22-29-20049/.

Для цитирования: Алексеев И.А., Чуманов И.В., Сергеев Д.В. Разработка технологии получения слитков при ЭШП на постоянном токе с вращением расходуемого электрода. *Известия вузов. Черная металлургия.* 2023;66(5):623–630. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-623-630

DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR INGOTS PRODUCTION USING ELECTROSLAG REMELTING AT DIRECT CURRENT WITH CONSUMABLE ELECTRODE ROTATION

I. A. Alekseev¹, I. V. Chumanov², D. V. Sergeev²

¹ South Ural State University (76 Lenina Ave., Chelyabinsk 454080, Russian Federation)
 ² Zlatoust Branch of the South Ural State University (16 Turgeneva Str., Zlatoust, Chelyabinsk Region 456217, Russian Federation)

💌 inbox@ivanalekseev.ru

Abstract. The paper describes the problem of increasing the productivity of electroslag remelting (ESR) furnaces. The remelting technology on direct current is proposed as the most effective method. The description of the technology touches upon positive and negative effects affecting the specific productivity of smelting, energy consumption, and quality of the obtained ingots in terms of their physical and mechanical properties and chemical purity. The authors proposed the electroslag remelting method with rotation of the consumable electrode as a new technology, and realized a

brief comparison with the external magnetic field application technology. The schemes that clearly demonstrate the principle of controlling the crystallization front shape and the thermal center localization in the slag bath are considered. A stationary numerical model for the slag bath of the operating semi-industrial furnace ESR A-550 on direct current with polarity reversing ability was developed. The mathematical apparatus consisting of electrothermal, hydrodynamic and convective parts was constructed. The authors designed the mesh domain for a slag bath located between the consumable electrode and the water-cooled crystallizer with diameters of 60 and 90 mm, respectively. The height of the sub-electrode zone is 10 mm. The current limit is 800 A and the voltage is 46 V. Numerical fields of current density and temperature distribution in the slag bath volume are obtained. The range of temperature values is located in the range from 1400 to 2200 °C at the peripheral and subelectrode zones of the slag bath, respectively. The scheme of the ESR furnace modernization is given in terms of mechanical part automation and transferring to direct current.

Keywords: electroslag refining, electrothermy, consumable electrode, finite volume method, computational fluid dynamics, computer simulation, mathematical modeling, technology, rotating electrode, direct current

Acknowledgements: The work was supported by the Russian Science Foundation, grant No. 22-29-20049, https://rscf.ru/project/22-29-20049/.

For citation: Alekseev I.A., Chumanov I.V., Sergeev D.V. Development of technology for ingots production using electroslag remelting at direct current with consumable electrode rotation. Izvestiya. Ferrous Metallurgy. 2023;66(5):623–630. https://doi.org/10.17073/0368-0797-2023-5-623-630

Введение

Одним из перспективных направлений совершенствования технологии электрошлакового переплава (ЭШП), как и других промышленных электрометаллургических технологий, является улучшение технико-экономических показателей плавки печей. Наиболее распространенным исполнением установок ЭШП являются печи на переменном токе промышленной частоты [1]. Согласно принципам электротехники, постоянный ток имеет преимущество перед переменным в части сокращения энергетических потерь из-за отсутствия индуктивного сопротивления в основной токоведущей цепи. Используя данную особенность электрического тока, рационально осуществлять переплав с использованием постоянного тока, который, кроме сокращения энергетических потерь, позволяет организовывать поляризацию в шлаковой ванне. Это непосредственно влияет не только на локализацию источника выделения теплоты по закону Джоуля-Ленца или так называемого Джоулева тепла, но и позволяет осуществлять электролизные реакции [2; 3]. Наличие электролиза является важной особенностью использования постоянного тока, которая эффективно применяется в печах вакуумнодугового переплава (ВДП) для выведения водорода из химического состава переплавляемых сталей и сплавов. Известно, что постоянный ток имеет значительный негативный эффект, явно проявляющий себя в сплошных средах жидкостей и газов, называющийся магнитным дутьем [4]. В технике наиболее часто осуществляется борьба с негативными последствиями магнитного дутья при сварке постоянным током, для чего разработано множество методов контроля поведения электрической дуги, особенно при ручной электросварке [5]. При ЭШП на постоянном токе магнитное дутье искажает кристаллическую структуру слитка, полностью лишая его изотропности физико-механических свойств. Существуют методы для уменьшения влияния магнитного дутья на металл при ЭШП на постоянном токе, которые предусматривают использование симметричного токопровода к поддону и расходуемому электроду. Однако полностью

устранить негативный эффект магнитного дутья не удается из-за наличия токопроводящего кристаллизатора, что вызывает магнитное дутье при использовании токопроводов с взаимным расположением «штырь – трубка». В результате переплав с помощью ЭШП на постоянном токе осуществляется исключительно на предельно возможном коэффициенте заполняемости с применением обратной полярности, способствующей наилучшей рафинирующей способности переплава и использованию теплоты, центр выделения которой располагается на торце расходуемого электрода [6].

В данной работе предлагается применение технологии ЭШП на постоянном токе с вращением расходуемого электрода как эффективной меры интенсификации переплава металла с обеспечением изотропности физико-механических свойств получаемых слитков без ухудшения рафинирующей способности технологии ЭШП. Под обеспечением изотропности физико-механических свойств понимается сохранение качественной кристаллической структуры, обладающей единой направленностью осей дендритов соосно геометрической оси слитка и повышенной плотностью расположения кристаллов. Химические свойства металла характеризуются обеспечением гомогенности химического состава в части основного металла, а также вредных примесей и газов. Под гомогенностью понимается равномерное взаимное распределение основного металла и частиц вредных примесей и газов в теле закристаллизовавшегося слитка без допущения его дополнительного загрязнения в ходе переплава.

Целью настоящей работы является получение сведений о протекании электротермических процессов в шлаковой ванне печи ЭШП А-550 путем создания цифрового двойника с последующим обеспечением возможности его валидации.

Задачи исследования:

 – разработка численной модели кинетики тока в шлаковой ванне печи ЭШП;

 – получение поля распределения плотности тока и температуры в объеме шлаковой ванны и проведение их анализа; – разработка принципиальной схемы модернизации печи ЭШП А-550 для осуществления возможности вращения расходуемого электрода с применением постоянного тока и последующая ее реализация.

Методы исследования

Эффект вращения расходуемого электрода на металл принципиально схож с эффектом, возникающим при наложении внешнего магнитного поля с помощью катушки, расположенной вокруг водоохлаждаемого кристаллизатора. В обоих случаях возникает активное вращение шлаковой и металлической ванн. Однако при воздействии внешнего магнитного поля на границе раздела фаз между шлаковой ванной и металлической пленкой на торце расходуемого электрода жидкий шлак начинает увлекать за собой жидкую металлическую пленку под действием силы межфазного поверхностного натяжения [7]. При использовании вращения расходуемого электрода его тело захватывает шлаковую ванну и передает ей сонаправленное вращательное движение, которое постепенно затихает от центра к периферии [8]. Внешнее магнитное поле, создаваемое катушкой, способно лишь измельчать капли металла на периферии торца расходуемого электрода под действием поверхностного натяжения и не оказывает значительного эффекта на капли в его центральной части. Вращение расходуемого электрода имеет непосредственное воздействие на весь жидкий металл, формируемый на его торце вплоть до его отрыва в виде капель из-за создания поля гравитационных сил. Подавлять эффект магнитного дутья можно при использовании обоих этих способов. Однако технология с вращением расходуемого электрода позволяет обеспечить не только эффективное подавление сил Ампера, воздействующих на металлическую пленку на торце расходуемого электрода и непосредственно на капли металла при каплепереносе сквозь шлаковую ванну, но и управление их траекторией движения в шлаковой ванне и падения на поверхность металлической ванны. На рис. 1 представлена схема с ориентировочными траекториями падения капель металла при стационарном (или вращающимся с недостаточной скоростью расходуемым электродом) и вращающемся расходуемым электродом на оптимальной скорости.

Из рис. 1 видно, что с помощью воздействия вращения расходуемого электрода можно эффективно подавлять эффект магнитного дутья при любых условиях и управлять траекторией падения капель металла за счет величины центробежной силы, зависящей напрямую как от скорости вращения расходуемого электрода, так и от его диаметра.

Вопрос о повышении энергоэффективности печи ЭШП на постоянном токе решается при управлении расположением теплового центра и количеством выделяемой в нем теплоты по закону Джоуля-Ленца. Постоянный ток позволяет обеспечить поляризацию зарядов в шлаковой ванне, что непосредственно влияет на расположение теплового центра. Интенсивность выделения Джоулева тепла зависит напрямую от удельной плотности тока. В объеме шлаковой ванны работающей печи ЭШП удельная электропроводность примерно одинакова, но изменяется прямопропорционально удельной температуре в ней. Капли металла, движущиеся сквозь шлаковую ванну, выступают местами с повышенной электропроводностью и создают кратковременные ответвления движения тока сквозь них. Измельчение капель и их учащенное образование является предпосылкой к увеличению удельной плотности тока в шлаковой ванне. На рис. 2 изображена схема с распределением теплоты в шлаковой ванне при стационарном и вращающемся расходуемых электродах.



Рис. 1. Траектории падения капель металла и векторы воздействующих сил: *a* – стационарный или вращающийся с недостаточной скоростью расходуемый электрод; *б* – вращающийся с оптимальной скоростью расходуемый электрод; *F*_L – сила Лоренца; *F*_C – центробежная сила

Fig. 1. Metal droplets tracks and vectors of the acting forces:

a – stationary or rotating with insufficient speed consumable electrode; δ – rotating with optimal speed consumable electrode; F_L – Lorentz force; F_C – centrifugal force





Fig. 2. Heat centers' positions and directions of the convective fluxes at stationary (a) and rotating (δ) electrodes in direct current polarity: V_{O} – convection in slag bath; ω – angle speed

Из рис. 2 видно, что при использовании постоянного тока прямой полярности тепловой центр в шлаковой ванне располагается на границе ее раздела с металлической ванной. Данное смещение формирует глубокий мениск в получаемом слитке, вертикальная протяженность которого увеличивается в результате осевого капельного переноса металла. Следует сделать замечание, что здесь не учтен эффект магнитного дутья для обеспечения сравнительной наглядности с технологией, предусматривающей вращение расходуемого электрода. При вращении расходуемого электрода наблюдается активное движение шлаковой ванны и конвективных потоков внутри нее, которые обращены в обратном направлении по сравнению со стационарной технологией. Капельный перенос смещается из центра на периферию шлаковой ванны, что в совокупности с измененной направленностью конвективных потоков изменяет форму фронта кристаллизации, делая металлическую ванну более пологой. Это благоприятно влияет на кристаллическую структуру слитка. По мере увеличения скорости вращения расходуемого электрода увеличивается интенсивность капельного переноса и скорость конвективных потоков, которые теперь омывают торец расходуемого электрода снизу-вверх вдоль его оси. В совокупности с прямой полярностью тока можно добиться эффекта смещения теплового центра вдоль оси расходуемого электрода и слитка. При превышении критических значений может возникнуть образование вогнутого торца расходуемого электрода, что снижает интенсивность капельного переноса, увеличивает размер капли, и, соответственно, является недопустимым условием плавки. Также может возникнуть образование периферийного мениска в металлической ванне. Сведения об исследовании данной проблемы с помощью физического моделирования приведены в работе [9].

Определение эффективного токового режима с соответствующим режимом вращения расходуемого электрода возможно получить в результате построения численной модели процесса, работающей по принципам вычислительной гидродинамики. Данный подход эффективно применялся для исследования ЭШП, начиная с самых первых стационарных задач [10; 11] до нестационарных магнитогидродинамических с многофазным течением [12; 13]. Проводилось численное моделирование с целью исследования распределения тока [14; 15], влияния внешнего воздействия, в том числе вращения расходуемого электрода на скорость плавки [16; 17], были сформированы электрохимические концепции моделирования для определения химической гомогенности получаемого металла [18 – 20].

Задача об определении количества выделяемого Джоулева тепла и локализации теплового центра требует совмещенного решения трех подзадач: электротермической, гидродинамической и конвективной. Электротермическая задача моделирует процесс кинетики постоянного тока, а ее основной закон движения имеет вид:

$$\frac{\partial j}{\partial \tau} = -\nabla \phi + \nabla (\sigma \nabla j), \tag{1}$$

где *j* – вектор удельной плотности тока, A/M^2 ; τ – временной шаг, с; $\nabla \phi$ – градиент разности электрических потенциалов, В; σ – удельная электропроводность среды, См.

Гидродинамическая задача описывается транспортным уравнением Навье-Стокса, которое имеет вид:

$$\frac{\partial v}{\partial \tau} + \nabla v(v) = -\nabla p + \nabla (\mu \nabla v) + S_b - S_{sj} v, \qquad (2)$$

где v – вектор удельной скорости, м/с; p – удельное гидростатическое давление, Па; μ – кинематическая вязкость среды, Па·с; S_b – Архимедова сила, Н; S_{sj} – исток явления кристаллизации/плавления.

Задача о конвективном распространении и распределении тепла решается с помощью транспортного уравнения энергии, которое имеет вид:

$$\frac{\partial H}{\partial \tau} + \nabla(\vec{v}H) = \nabla(\lambda \nabla t) + q_{JH} - \frac{\partial \Delta H}{\partial \tau}, \qquad (3)$$

где H – удельная энтальпия, Дж; λ – удельная теплопроводность, Дж/кг·К; q_{JH} – удельное количество теплоты, выделившееся по закону Джоуля-Ленца, Дж.

Результаты работы и их обсуждение

Итерационные вычисления проводились на расчетной сетке, представляющей собой двухмерное отоб-

ражение шлаковой ванны в продольном сечении. Для осуществления последующей операции валидации на действующей печи ЭШП брались геометрические размеры, соответствующие расходуемому электроду и водоохлаждаемому кристаллизатору. Диаметр наружной поверхности расходуемого электрода составляет 60 мм, внутренний диаметр кристаллизатора – 90 мм, высота подэлектродной зоны – 10 мм для лучшей наглядности результатов. Ввиду того, что моделируемая область является малой по длине относительно всей длины водоохлаждаемого кристаллизатора, составляющей 590 мм, конусностью внутренней поверхности кристаллизатора, равной 1,2°, было решено пренебречь. Токовый режим при моделировании: сила тока 800 А, напряжение 46 В. Электропроводность среды зафиксирована на значении 120 См.

После проведения итерационных вычислений на созданной численной модели получены выходные данные, а после их визуальной обработки – сведения о кинетике тока в шлаковой ванне и температурном поле. Диаграммы числовых полей кинетики постоянного тока представлены на рис. 3.

Видно, что при осуществлении плавки на постоянном токе прямой полярности наибольшая плотность электрического тока наблюдается над поверхностью металлической ванны и имеет градиент, спадающий от центра к периферии и от поверхности металлической ванны к поверхности расходуемого электрода. Обратную же картину можно увидеть на изображении с обратной полярностью, где наибольшая плотность тока наблюдается на торце расходуемого электрода. Ввиду того, что Джоулево тепло выделяется в местах наибольшей плотности тока, то по ее распределению можно судить о картине распределения Джоулева тепла. Его силуэт будет повторять картину распределения плотности тока, так как формула определения количества Джоулева тепла в результате дает скалярное значение, формируемое модулем абсолютной величины вектора плотности тока. Разница будет наблюдаться лишь в абсолютных величинах числовых полей.



Рис. 3. Числовые поля распределения плотности тока в шлаковой ванне для прямой (*a*) и обратной (*б*) полярностей тока

На рис. 4 представлена диаграмма распределения температуры в объеме шлаковой ванны.

При использовании тока прямой полярности наблюдается постепенное снижение градиента температуры от центра поверхности металлической ванны в направлении периферии. При этом наиболее горячая зона наблюдается в виде небольшого пятна в центре поверхности металлической ванны. Общий вид градиента имеет выгнутую форму, сужающуюся в направлении торца расходуемого электрода. Однако в его окрестности температурное поле вновь несколько расширяется, образуя своеобразную форму песочных часов с удлиненной нижней и укороченной верхней частями. Спад температуры наблюдается при приближении к периферии в верхней части стенки кристаллизатора и поверхности раздела «атмосфера – шлак». Наличие повышенной температуры на границе «шлак – металл» вблизи стенки кристаллизатора обуславливается наличием повышенной плотности тока, вызванной использованием прямой полярности. При рассмотрении температурного числового поля с обратной полярностью тока видно, что градиент температур также распределяется от центральной части к периферии, однако не наблюдается явной локализации очагов повышенной плотности тока по аналогии с прямой полярностью. Вероятно, ввиду того, что диаметр расходуемого электрода меньше диаметра металлической ванны, количество выделяемой теплоты меньше на обратной полярности, чем на прямой. Данный факт может быть объяснен меньшим количеством тока, проходящего через сечение более малого диаметра, что снижает его удельную плотность. Продольная форма температурного градиента имеет вогнутый вид, который сходится в направлении поверхности металлической ванны, однако в окрестности ее практически не увеличивается, оставаясь прямолинейным. Падение температуры наблюдается в направлении к стенке кристаллизатора. В этом случае эффективность поглощения тепла стенкой кристаллизатора вокруг поверхности раздела «шлак – металл» выше по причине изменения направленности тока. Окрестность вокруг поверхности расходуемого электрода явля-



Рис. 4. Числовые поля распределения температуры в шлаковой ванне для прямой (*a*) и обратной (*б*) полярностей тока

Fig. 3. Numerical fields of current density distribution in slag bath in direct (a) and reversed (δ) current polarities

Fig. 4. Numerical fields of temperature distribution in slag bath in direct (a) and reversed (δ) current polarities



Рис. 5. Функциональная схема действующей полупромышленной печи ЭШП А-550

Fig. 5. Functional scheme for semi-industrial ESR furnace A-550

ется источником повышенного тепла, поэтому тепло на границе «атмосфера – шлак» отводится хуже, по сравнению с прямой полярностью тока.

Количественные сведения о плотности тока и температуре характеризуют тепловую картину внутри объема шлаковой ванны, позволяя прогнозировать границы режима работы печи, в которых обеспечивается исключительно капельный перенос металла между его полным отсутствием и возникновением струйного переноса металла. С учетом того, что предельная температура при прямой полярности может достигать 2200 °C над поверхностью металлической ванны, необходимо использовать вращение расходуемого электрода диаметром 60 мм в диапазоне скоростей 80-120 об/мин. Этот выбор сделан с учетом эмпирических результатов опытных плавок, описанных в работе [3]. На данном режиме вращения с заданной мощностью работы печи ЭШП должны обеспечиваться условия повышения ее КПД с предельно возможной скоростью плавки без перехода на струйный перенос металла.

Для дальнейшей разработки технологии и валидации численной модели требуется проведение экспериментальных плавок. В ходе работ осуществлена модернизация действующей печи ЭШП А-550 в части автоматизации механической и электрической части, а также переоборудование на работу на постоянном токе. Функциональная схема модернизированной печи представлена на рис. 5.

Система электропитания печи содержит в себе следующие компоненты: регулятор тока с однофазным трансформатором (Т), управляемым выпрямителем (УВ), блоком фазоимпульсного управления (БФИУ), сглаживающим фильтром (СФ), обратной связью по току $I_{o.c}$, снимаемой с резистивного шунта $R_{\rm m}$, установленного в цепи питания печи, управляющим программируемым логическим контроллером (ПЛК) и сенсорной панелью оператора (ПО). Согласно функциональной схеме автоматизированная система управления печи включает в себя: регулятор напряжения шлаковой ванны, построенный на базе привода подачи электрода, содержащего передаточный механизм (М), асинхронный короткозамкнутый двигатель (АД), транзисторный преобразователь частоты (ПЧ), управляющий программируемый логический контроллер (ПЛК), на вход которого поступает сигнал обратной связи $U_{o.e.}$, и сенсорную панель оператора (ПО).

Выводы

Спроектирована численная модель действующей полупромышленной печи ЭШП на постоянном токе прямой и обратной полярности. Данная модель включает в себя расчетную сетку, математический аппарат, алгоритм реализации на ЭВМ и программный код.

Проведено итерационное моделирование и получены результаты в виде числовых полей, подвергнутые пост-обработке с целью визуализации. Результаты наглядно демонстрируют характер распределения электрического тока и температуры в шлаковой ванне, не противоречат ранее проведенным исследованиям в этой области и не нарушают законов природы, что делает их валидными для дальнейшего применения.

Полученные сведения о распределении температуры и плотности тока в шлаковой ванне дают качественное и количественное представление об электротермических процессах в ее объеме. Данная модель требует дальнейшей проработки в части одновременного наложения магнитной составляющей постоянного тока в виде силы Лоренца с применением вращения расходуемого электрода. Моделирование с учетом магнитной составляющей тока требует перехода к волновому представлению движения электрического тока в сочетании электрического и магнитного полей через их потенциалы.

Осуществлена модернизация печи ЭШП А-550 в части автоматизации электрической и механической частей и перевода на постоянный ток для ведения экспериментальных валидационных плавок.

Список литературы / References

- 1. Павлов В.А. Спецэлектрометаллургия сталей и сплавов. Екатеринбург: Издательство УрФУ; 2018:168.
- 2. Селиверстов Д.А., Пятыгин Д.А., Чуманов И.В. К вопросу экономической целесообразности перевода печей ВДП в печи ЭШП на постоянном токе. Известия вузов. Черная металлургия. 2007;50(1):24–26.

Seliverstov D.A., Pyatygin D.A., Chumanov I.V. To the issue of economic conversion feasibility of VAR furnaces to DC ESR furnaces. *Izvestiya. Ferrous Metallurgy.* 2007;50(1): 24–26. (In Russ.).

3. Пятыгин Д.А., Чуманов И.В. Влияние рода тока и скорости вращения расходуемого электрода на механические свойства электрошлакового металла. Вестник ЮУрГУ. Серия: металлургия. 2011;14(231):40–44.

Pyatygin D.A., Chumanov I.V. Influence of current type and rotation speed of consumable electrode on mechanical properties of electroslag metal. *Vestnik YuUrGU. Seriya: metal-lurgiya.* 2011;14(231):40–44. (In Russ.).

- Чуманов И.В., Пятыгин Д.А. Влияние пондеромоторных сил на расплав. В кн.: Компьютерное моделирование физико-химических свойств стекол и расплавов. Труды IX Российского семинара 14–17 октября 2008 г., Курган. Курган: Издательство Курганского государственного университета; 2008:64–65.
- 5. Виноградов В.С. Оборудование и технология дуговой автоматической и механизированной сварки. Москва: Издательский центр «Академия»; 1997:319.
- Клюев М.М., Волков С.Е. Электрошлаковый переплав. Москва: Металлургия; 1984:208.
- Протоковилов И.В., Порохонько В.Б. Физическое моделирование процесса плавления расходуемого электрода при ЭШП в условиях внешнего электромагнитного воздействия. Современная электрометаллургия. 2015;(1):8–12.

Protokovilov I.V., Porokhon'ko V.B. Physical modeling of consumable electrode melting at ESR under external electromagnetic conditions. *Sovremennaya electrometallurgiya*. 2015;(1):8–12. (In Russ.).

- Чуманов И.В., Пятыгин Д.А., Рощин В.Е. Особенности электрошлакового процесса на постоянном токе с вращением электрода. В книге: Современные проблемы электрометаллургии стали. Материалы XI Международной конференции 25–27 сентября 2001 г., Челябинск. Челябинск: Издательство ЮУрГУ; 2001: 117–118.
- 9. Сергеев Д.В. Технология получения полой заготовки методом электрошлакового переплава по одноэлектродной схеме: Диссертация ... кандидата технических наук. Челябинск; 2022:126 с.

- Dilawari A.H., Szekely J. Heat transfer and fluid flow phenomena in electroslag refining. *Metallurgical Transactions B*. 1978;9B(2):77–87. https://doi.org/10.1007/BF02822674
- Choudhary M., Szekely J., Medovar B.I., Yemel'yanenko Yu.G. The velocity field in the molten slag region of ESR systems: a comparison of measurements in a model system with theoretical predictions. *Metallurgical Transactions B*. 1978;13B(1):35–43. *https://doi.org/10.1007/BF02666953*
- 12. Kelkar K.M., Mok J., Patankar S.V., Mitchel A. Computational modeling of electroslag remelting processes. *Journal de Physique IV*. 2004;120:421–428. https://doi.org/10.1051/jp4:2004120048
- Kharicha A., Schutzenhofer W., Ludwig R., Tanzer R., Wu M. On the importance of electric currents flowing directly into the mould during an ESR process. *Steel Research International*. 2008;79(8):632–636. https://doi.org/10.1002/srin.200806176
- Kharicha A., Karimi-Sibaki E., Wu M., Ludwig A. Contribution of the mold current to the ingot surface quality in the electroslag remelting process. In: *The Minerals, Metals and Materials Society. Proceedings of the 2013 Int. Symp. on Liquid Metal Processing & Casting, September, 2013 TMS*; 2013:95–99. https://doi.org/10.1002/9781118830857.ch13
- **15.** Kharicha A., Wu M., Ludwig A., Karimi-Sebaki E. Simulation of the electric signal during the formation and departure of droplets in the electroslag remelting process. *Metallurgical and Materials Transactions B.* 2016;47(2):1427–1434. https://doi.org/10.1007/s11663-015-0550-4
- Wang F., Wang Q., Lou Y., Chen R., Song Z., Li B. Investigation of heat transfer and magnetohydrodynamic flow in electroslag remelting furnace using vibrating electrode. *JOM*. 2015;68(1):410–420. https://doi.org/10.1007/s11837-015-1684-1
- Wang Q., Gosselin L., Li B. Effect of rotating electrode of magnetohydrodynamic flow and heat transfer in electroslag remelting process. *ISIJ International*. 2014;54(12):2821–2830. https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2821
- Karimi-Sibaki E., Kharicha A., Wu M. Toward modeling electrochemical reactions during electroslag remelting (ESR) process. *Steel Research International*. 2017;88(5):1700011. https://doi.org/10.1002/srin.201700011
- Karimi-Sibaki E., Kharicha A., Wu M., Ludwig A., Bohacek J. A numerical investigation on the electrochemical behavior of CaO and Al₂O₃ in the ESR slags. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2020;51:871–879. https://doi.org/10.1007/s11663-020-01795-y
- 20. Wang Q., Li G., He Z., Li B. A three-phase comprehensive mathematical model of desulfurization in electroslag remelting process. *Applied Thermal Engineering*. 2017;114:874–886. https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2016.12.035

Сведения об авторах

Иван Андреевич Алексеев, аспирант кафедры «Пирометаллурги- І ческие и литейные технологии», Южно-Уральский государствен-

ный университет *E-mail:* inbox@ivanalekseev.ru

Илья Валерьевич Чуманов, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой «Техника и технологии производства материалов», Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), филиал в г. Златоуст *E-mail:* chumanoviv@susu.ru

Information about the Authors

Ivan A. Alekseev, Postgraduate of the Chair "Pyrometallurgical and Foundry Technologies", South Ural State University *E-mail:* inbox@ivanalekseev.ru

Il'ya V. Chumanov, Dr. Sci. (Eng.), Prof., Head of the Chair "Technique and Technology of Materials Production", Zlatoust Branch of the South Ural State University *E-mail:* chumanoviv@susu.ru **Дмитрий Владимирович Сергеев,** к.т.н., инженер кафедры «Техника и технологии производства материалов», Южно-Уральский государственный университет (национальный исследовательский университет), филиал в г. Златоуст **E-mail:** sergeevdv@susu.ru **Dmitrii V. Sergeev,** Cand. Sci. (Eng.), Engineer of the Chair "Technique and Technology of Materials Production", Zlatoust Branch of the South Ural State University

E-mail: sergeevdv@susu.ru

Вклад авторов	Contribution of the Authors	
<i>И. А. Алексеев</i> – математическое и компьютерное моделиро- вание, разработка режима плавки, разработка электрической схемы автоматизации печи, подготовка рукописи. <i>И. В. Чуманов</i> – постановка целей и задач работы, научно-мето- дическое руководство. <i>Д. В. Сергеев</i> – организация и осуществление работ по модерни- зации печи ЭШП.	 I. A. Alekseev – mathematical and computer modeling, development of melting mode, development of furnace automation electric scheme, preparation of the manuscript. I. V. Chumanov – setting goals and objectives, scientific and methodological guidance. D. V. Sergeev – organization and implementation of ESR furnace modernization. 	
Поступила в редакцию 01.09.2023 После доработки 30.09.2023 Принята к публикации 09.10.2023	Received 01.09.2023 Revised 30.09.2023 Accepted 09.10.2023	

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 <u>https://www.scopus.com</u>, <u>https://www.scimagojr.com</u> и <u>https://www.scival.com</u>

Издатель: Статистика просмотра статей мисис с сайта fermet.misis.ru Национальный исследовательский ахнологический университет «МИСИС» ISSN: 0368-0797 Периоды индексирования: 1971, 1974 - 1988, 2001 - 2004, 2017 – н.в. **Science Index THE** место в рейтинге за 2022 г. Учредители: по тематике «Металлургия» .906 двухлетний мисис импакт-фактор РИНЦ СибГИУ ИЗВЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ ЧЕРНАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ пеци ПОЛИТЕХ Сибирский государственный И наука и инновации едеральный OFILIEE ниверситет количество 11 цитирований EBPA3 H Index Среднее 2022 - *O2* цитирование **SJR** Science Index Metals and Alloys на статью 2022 0.293 0.592 0,300 0.534 0,369 0.564 9,442 1.096 2-лет импакт-фактор 1,232

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. Расенець, верстка, иллюстрации

Г.Ю. Острогорская, менеджер по работе с клиентами

Подписано в печать 25.10.2023. Формат 60×90 ¼. Бум. офсетная № 1. Печать цифровая. Усл. печ. л. 15,25. Заказ 18446. Цена свободная.

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСИС. 119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1. Тел./факс: (499) 236-76-17 Changes in structure, hardness and crack resistance of plasma-strengthened steel 65G

Increasing the fatigue strength of high-strength steel grades

Development of equipment and technology for pelletizing iron ore charge in production of pellets

Ecomonitoring of sanitary protection zone of metallurgical enterprise: Snow and soil cover

Effect of silver and heat treatment on properties of O3Kh17N1OM2 austenitic steel wire

Preservation conditions of hot work hardening in die steel with regulated austenitic transformation during exploitation

Structural changes in the melt of a heat-resistant nickel alloy as phase transition of the second order

Effect of retained austenite on mechanical properties of steel with 15 % Cr

Effect of heat treatment on deformation inhomogeneity of carbon steel/stainless steel bimetal

Formation of the gradient of structural-phase states of high-speed steel during surfacing. Part 1. Solving the Stefan problem with two movable boundaries

On limited possibility of using Al_2O_3 and Al-Zn for corrosion protection of GdTbDyHoSc and GdTbDyHoY alloys in a salt mist chamber

Effect of boric anhydride on viscosity of slags used in electric melting of metallized siderite concentrate

Effect of hydrogen on nickel oxide reduction on the surface of nozzle blade of a gas turbine unit

Wagner interaction coefficient between nitrogen and cobalt in liquid steel

On the study of pulsed metal heatinga

Physicochemical characteristics of new complex niobium-containing alloys

Development of technology for ingots production using electroslag remelting at direct current with consumable electrode rotation

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций. Свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-35456.

Подписной индекс 70383.